



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΤΩΝ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΩΝ

**ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΜΕΘΟΔΟΥ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΣΥΝΘΕΤΩΝ ΑΦΡΩΝ
ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΜΕ ΤΡΙΒΗ ΚΑΙ
ΑΝΑΔΕΥΣΗ (FRICTION STIR PROCESSING)**

ΔΙΔΑΚΤΟΡΙΚΗ ΔΙΑΤΡΙΒΗ

ΙΩΑΝΝΗΣ ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ

ΜΗΧΑΝΙΚΟΣ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΚΑΙ ΔΙΟΙΚΗΣΗΣ

ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ:

Δ. Ε. Μανωλάκος, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

ΑΘΗΝΑ, ΙΟΥΛΙΟΣ 2020



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΤΩΝ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΩΝ

**ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΜΕΘΟΔΟΥ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΣΥΝΘΕΤΩΝ ΑΦΡΩΝ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ
ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΜΕ ΤΡΙΒΗ ΚΑΙ ΑΝΑΔΕΥΣΗ (FRICTION STIR
PROCESSING)**

ΙΩΑΝΝΗΣ ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ

ΜΗΧΑΝΙΚΟΣ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΚΑΙ ΔΙΟΙΚΗΣΗΣ

Διδακτορική διατριβή που υποβλήθηκε στην Σχολή Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου, για την απόκτηση Διδακτορικού Διπλώματος

Μέλη της επταμελούς Εξεταστικής Επιτροπής:

1. Δ. Μανωλάκος, Καθηγητής ΣΜΜ ΕΜΠ, μέλος της ΣΕ, (Επιβλέπων)
2. Γ. Βοσνιάκος, Καθηγητής ΣΜΜ ΕΜΠ, μέλος της ΣΕ
3. Α. Μαρκόπουλος, Επίκ. Καθηγητής ΣΜΜ ΕΜΠ
4. Π. Μπενάρδος, Επίκ. Καθηγητής ΣΜΜ ΕΜΠ
5. Κ. Κόλλια, Καθηγήτρια ΣΧΜ ΕΜΠ
6. Π. Βασιλείου, Καθηγήτρια ΣΧΜ ΕΜΠ
7. Π. Ψυλλάκη, Καθηγήτρια ΠΑΔΑ

Ημερομηνία προφορικής εξέτασης: 14/07/2020

Πρόλογος

Η παρούσα διδακτορική διατριβή εκπονήθηκε στον Τομέα Τεχνολογίας των Κατεργασιών της Σχολής των Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου, στα πλαίσια της ερευνητικής μου δραστηριότητας.

Αρχικά, θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα καθηγητή μου κ. Δημήτριο Μανωλάκο για τη συνεχή καθοδήγηση και την πολύτιμη βοήθειά του, καθώς και για την αμέριστη συμπαράσταση καθ' όλη τη διάρκεια εκπόνησης της διδακτορικής διατριβής με γόνιμες και πάνω από όλα γεμάτες κριτική σκέψη συμβουλές, δείχνοντας παράλληλα εμπιστοσύνη στις δυνάμεις και τις ιδέες μου. Οι γνώσεις και οι εμπειρίες που αποκόμισα από αυτή τη συνεργασία είναι πολλές και ιδιαίτερες πολύτιμες.

Επίσης, θα ήθελα να εκφράσω την ευγνωμοσύνη μου προς τον εκλιπόντα καθηγητή της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών Δημήτριο Παντελή, επιβλέποντα της μεταπτυχιακής μου εργασίας το 2011 και μέλος της τριμελούς συμβουλευτικής επιτροπής της παρούσας διδακτορικής διατριβής, για την πολύτιμη καθοδήγησή του σε κομβικά σημεία της.

Ακόμη, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον καθηγητή και μέλος της τριμελούς συμβουλευτικής επιτροπής κ. Γεώργιο Βοσνιάκο, καθώς και τον επίκουρο καθηγητή του τομέα κ. Άγγελο Μαρκόπουλο για το συνεχές ενδιαφέρον και την υποστήριξη που έδειξαν και δείχνουν τόσο σε εμένα όσο και στους υπόλοιπους υποψήφιους διδάκτορες και ερευνητές του τομέα.

Επιπλέον, ευχαριστίες οφείλω και σε όλους τους συναδέλφους και φίλους που στελεχώνουν το Εργαστήριο του Τομέα Τεχνολογίας των Κατεργασιών και συγκεκριμένα στους ερευνητές Πρωτεσίλαο Κωστάζο, Έλενα Κυριακοπούλου, Αλέξανδρο Αθανασίου Ιωάννου, Νικόλαο Κάρκαλο, Γιώργο Παπαζέτη, Αδάμ Λαμπρόπουλο, Μανώλη Παπάζογλου, Δημήτρη Σκόνδρα, Παναγιώτη Καρμίρη, Παναγιώτη Αβράμπο, καθώς επίσης και στους τεχνικούς Νίκο Μελισσά και Κώστα Κερασιώτη. Καθ' όλη τη διάρκεια της συνεργασίας μας δημιούργησαν ένα ευχάριστο κλίμα και ένα άνετο περιβάλλον, μέσα στο οποίο μπόρεσα να εργαστώ και παράλληλα να επεκτείνω τις γνώσεις μου.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω μέσα από την καρδιά μου την οικογένειά μου, τους φίλους μου αλλά και την σύντροφο μου Σοφία, χωρίς την στήριξη και την συμπαράσταση των οποίων δε θα μπορούσα να τελειώσω τη συγγραφή της παρούσας διδακτορικής διατριβής. Σας ευχαριστώ όλους για την υπομονή σας αλλά και τη βοήθεια που μου δώσατε σε αυτή μου την προσπάθεια να ολοκληρώσω αυτό το σημαντικό κεφάλαιο της ζωής μου.

Αθήνα, Ιούλιος 2020

Παπαντωνίου Ιωάννης

Περίληψη

Οι μεταλλικοί αφροί που βασίζονται σε ελαφρά μέταλλα και ειδικά στο αλουμίνιο και στα κράματά του αποτελούν μια πολλά υποσχόμενη οικογένεια υλικών, με εφαρμογές ως δομικά στοιχεία σε πολλούς βιομηχανικούς τομείς, εξαιτίας ενός ασυνήθιστου συνδυασμού ιδιοτήτων που προσφέρουν, ιδιότητες όπως υψηλή δυσκαμψία σε χαμηλή πυκνότητα, μεγάλη ικανότητα απορρόφησης ενέργειας σε χαμηλές τιμές τάσεων, καθώς και υψηλή απόσβεση κραδασμών. Οι μεταλλικοί αφροί αναμένεται να χρησιμοποιηθούν ως δομικά εξαρτήματα στην αυτοκινητοβιομηχανία, στην αεροδιαστημική και στη θαλάσσια βιομηχανία, όπου η μεγάλη αντοχή και η δυσκαμψία ως προς το βάρος είναι κρίσιμα ζητήματα. Επομένως, η παραγωγή και ο χαρακτηρισμός αυτών των σύνθετων κυψελοειδών υλικών αποτελούν ένα ενδιαφέρον και δημοφιλές ερευνητικό αντικείμενο.

Την τελευταία δεκαετία υπάρχει ένας σημαντικός αριθμός ερευνητικών έργων που στοχεύουν στη φθηνότερη και πιο τυποποιημένη παραγωγή μεταλλικών αφρών υψηλής ποιότητας, λόγω των συνεχώς αυξανόμενων εφαρμογών τους. Ωστόσο, η εφαρμογή των μεταλλικών αφρών παραμένει περιορισμένη. Προκειμένου να προωθηθεί η χρήση μεταλλικών αφρών στο βιομηχανικό τομέα, είναι εξαιρετικά σημαντικό να εισαχθούν διαδικασίες κατασκευής χαμηλού κόστους, φιλικές προς το περιβάλλον, με υψηλή παραγωγικότητα.

Η μέθοδος κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (Friction Stir Process, FSP) είναι μια τεχνική επιφανειακής τροποποίησης μεταλλικών υλικών που περιλαμβάνει την παραγωγή θερμότητας μέσω τριβής και την έντονη ροή υλικού μέσω πλαστικής παραμόρφωσης. Κατά τη διάρκεια του FSP, ένα περιστρεφόμενο εργαλείο με πείρο και περιανχένιο εισάγεται σε ένα μεταλλικό υλικό και διασχίζοντας κατά μήκος την επιθυμητή περιοχή ενδιαφέροντος πραγματοποιεί τροποποίηση της μικροδομής. Η μέθοδος FSP αναπτύχθηκε από τις βασικές αρχές της συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Welding, FSW), η οποία είναι μια διαδικασία συγκόλλησης στερεάς κατάστασης.

Στην παρούσα διδακτορική διατριβή αναπτύχθηκε μια καινούργια μέθοδος παραγωγής μεταλλικών αφρών ενισχυμένων με νανοσωματίδια. Η μέθοδος στηρίζεται στην εφαρμογή της FSP για την εισαγωγή και ενσωμάτωση μίγματος κόνεων αεροποιοητικού παράγοντα (TiH_2) και ενισχυτικού παράγοντα ($nano \gamma-Al_2O_3$) σε πλάκα

αλουμινίου κράματος AA5083-H111. Η προσθήκη του μίγματος κόνεων στην πλάκα κατέστη δυνατή ύστερα από την διάνοιξη αυλάκων κατά μήκος των δοκιμίων. Στην συνέχεια, μέσω ξεχωριστού σταδίου θερμικής κατεργασίας αφροποίησης, πραγματοποιείται η διάσπαση του ενσωματωμένου αφροποιητικού παράγοντα, με αποτέλεσμα τη δημιουργία πορώδους δομής.

Με αυτήν τη μέθοδο είναι δυνατή η δημιουργία ενισχυμένων αφροποιημένων περιοχών σε μεταλλικές πλάκες/εξαρτήματα, βελτιώνοντας έτσι τοπικά τις επιθυμητές μηχανικές ιδιότητες.

Αρχικά, πραγματοποιήθηκαν πειράματα εύρεσης των παραμέτρων που οδηγούν σε μια βέλτιστη πορώδη δομή. Ο χαρακτηρισμός της δομής πραγματοποιήθηκε μακροσκοπικά με χρήση οπτικών μεθόδων. Στην συνέχεια, πραγματοποιήθηκε εκτενής μεταλλογραφικός έλεγχος τόσο στα βελτιστοποιημένα αφροποιημένα δοκίμια, όσο και στα αντίστοιχα πρόδρομα δοκίμια (δοκίμια πριν το στάδιο της αφροποίησης), με σκοπό τη συσχέτιση της επίδρασης των χαρακτηριστικών της ζώνης ανάδευσης στην τελική πορώδη δομή.

Για τον μεταλλογραφικό χαρακτηρισμό των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκαν τεχνικές οπτικής μικροσκοπίας (OM), ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM), μικροσκοπίας ατομικών δυνάμεων (AFM), περίθλασης ακτίνων-X (XRD) και περίθλασης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (EBSD). Επιπλέον, πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μικροσκληρότητας, οι οποίες συσχετίστηκαν με τα αποτελέσματα του μεταλλογραφικού χαρακτηρισμού.

Η περαιτέρω μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων των παραχθέντων μεταλλικών αφρών δεν ήταν δυνατό να πραγματοποιηθεί σε μικρές τοπικές περιοχές, γι' αυτό δημιουργήθηκαν σε δεύτερη φάση με την ίδια μέθοδο ενισχυμένοι μεταλλικοί αφροί μεγάλης επιφάνειας, στους οποίους πραγματοποιήθηκαν στατικές δοκιμές θλίψης. Από τα αποτελέσματα των πειραμάτων της μονοαξονικής θλίψης υπολογίστηκε η κρίσιμη τάση (τάση πλατώ), η τιμή παραμόρφωσης έναρξης της πύκνωσης, το ειδικό μέτρο ελαστικότητας, καθώς και ο βαθμός απορρόφησης ενέργειας κατ' όγκο για χαρακτηριστικές τιμές παραμόρφωσης.

Abstract

Metal foams that are based on lightweight metals and especially aluminum and its alloys constitute a promising family of materials for structural elements in many sectors, due to an unusual combination of properties that they offer, such as high stiffness at low density, high impact energy absorption capacity at low stresses and good damping properties. Metal foams are expected to be used mainly as components in automotive, aerospace and marine industries, where the large strength and stiffness to weight ratios and the safety are crucial issues. Therefore, the production and characterization of these composite materials have become an interesting and popular research topic.

Worldwide, there is a significant number of ongoing research projects aiming at cheaper and more standardized production of metal foams with high quality, because of their ever-increasing applications. Nevertheless, the applicability of metal foams remains limited. In order to promote the use of metal foams in the industrial sector, it is of great importance to introduce a low-cost, environmentally friendly manufacturing process, with high productivity.

Friction stir process (FSP) is a surface modifying technique which involves the generation of friction heat and intense plastic flow. During FSP a rotating tool with pin and shoulder is inserted in a single piece of material for microstructural modification and traversed along the desired line to cover the region of interest. FSP was developed from the basic principles of friction stir welding (FSW), which is a solid-state bonding process.

The main goal of the present research is to produce composite metal matrix foams on localized regions on a single aluminum plate. To accomplish this, a single groove has been machined on the aluminum plate and has been uniformly filled with a premixed mixture of foaming (TiH_2) and stabilizing/reinforcing (nano $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) particles. FSP passes were then carried out sequentially in the same direction for the integration of the particles on the aluminum alloy metal matrix. The precursor specimens were afterwards placed in a laboratory furnace for the foaming process. The microstructure evolution of the optimum specimens during the foaming process were investigated by the use of Optical Microscopy (OM), Electron Backscatter Diffraction (EBSD) and Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Diffraction (XRD), Atomic

Force Microscopy (AFM) techniques; these microstructural observations were used to correlate the microhardness distribution for precursors and foamed specimens to the fabricating conditions.

For the investigation of the mechanical properties, large reinforced foamed specimens were manufactured using the FSP process into multiple grooves. The large specimens were subjected to uniaxial compressive tests. From the stress-strain curves the plastic collapse stress (plateau stress), the onset strain of densification, the specific modulus of elasticity and the energy absorption by volume for 15%, 25% and 50% strain were obtained.

Περιεχόμενα

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: Θεωρητικό υπόβαθρο.....	1
1.1 ΠΟΡΩΔΗ ΜΕΤΑΛΛΙΚΑ ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΜΕΤΑΛΛΙΚΟΙ ΑΦΡΟΙ.....	1
1.1.1 Εισαγωγή.....	1
1.1.2 Μεταλλικοί αφροί.....	4
1.1.3 Ιστορική αναδρομή στην έρευνα και ανάπτυξη μεταλλικών αφρών.....	5
1.1.4 Χαρακτηριστικά μεταλλικών αφρών.....	7
1.1.5 Πλεονεκτήματα, μειονεκτήματα και χρήση των μεταλλικών αφρών.....	9
1.1.6 Τεχνολογίες παραγωγής μεταλλικών αφρών.....	11
1.2 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕΣΩ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ (FRICTION STIR WELDING-FSW).....	26
1.2.1 Αρχή της μεθόδου.....	26
1.2.2 Η διαδικασία της συγκόλλησης μέσω ανάδευσης.....	28
1.2.3 Οι συνθήκες κατεργασίας.....	32
1.2.4 Μικροδομή.....	33
1.2.5 Ροή υλικού.....	37
1.3 ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕΣΩ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ (FRICTION STIR PROCESS, FSP).....	40
1.4 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	41
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: Βιβλιογραφική ανασκόπηση - Καθορισμός σκοπού & αντικειμένου διατριβής.....	45
2.1 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΣΥΝΘΕΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΙΚΗΣ ΜΗΤΡΑΣ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ FSP.....	45
2.2 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΜΕΤΑΛΛΙΚΩΝ ΑΦΡΩΝ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ FSP.....	58
2.3 ΣΧΟΛΙΑΣΜΟΣ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗΣ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗΣ.....	80
2.4 ΣΚΟΠΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΔΙΑΤΡΙΒΗΣ.....	82
2.5 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	82
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: Ανάπτυξη μεθόδου παραγωγής τοπικών μεταλλικών αφρών με χρήση σταθεροποιητικού/ενισχυτικού παράγοντα nano γ - Al_2O_3	85
3.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	85
3.2 ΜΕΘΟΔΟΛΟΓΙΑ, ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ.....	86
3.2.1 Ανάπτυξη μεθόδου παραγωγής τοπικών ενισχυμένων μεταλλικών αφρών.....	86
3.2.2 Μηχανή κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης (FSP).....	89
3.2.3 Εργαλείο FSP.....	90
3.2.4 Μέθοδος προσθήκης σωματιδίων στις πλάκες αλουμινίου.....	90
3.2.5 Εξοπλισμός θερμικής κατεργασίας.....	92
3.2.6 Κοπή αφροποιημένων δοκιμίων.....	93
3.2.7 Μετρητικός εξοπλισμός.....	94
3.2.8 Υλικά.....	98
3.2.9 Μεταλλογραφική προετοιμασία και χαρακτηρισμός δομής.....	102

3.3	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ	110
3.3.1	<i>Πειράματα εύρεσης βέλτιστων παραμέτρων διαδικασίας</i>	<i>110</i>
3.3.2	<i>Μέτρηση θερμοκρασίας FSP.....</i>	<i>115</i>
3.3.3	<i>Μεταλλογραφικός σχολιασμός βέλτιστων προδρόμων δοκιμίων</i>	<i>118</i>
3.3.4	<i>Μελέτη κατανομής μικροσκληρότητας βέλτιστων προδρόμων δοκιμίων</i>	<i>136</i>
3.3.5	<i>Μεταλλογραφικός σχολιασμός βέλτιστων σύνθετων μεταλλικών αφρών</i>	<i>137</i>
3.3.6	<i>Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων-Χ (XRD).....</i>	<i>150</i>
3.4	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	152
3.5	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ	152
4.1	ΕΙΣΑΓΩΓΗ	158

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4: Ερευνητική μελέτη παρασκευής ενισχυμένων αφρών αλουμινίου μεγάλων διαστάσεων και προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων..... 158

4.2	ΜΕΘΟΔΟΛΟΓΙΑ, ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ.....	159
4.3	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ	162
4.3.1	<i>Μελέτη επίδρασης του ποσοστού σωματιδίων αφροποίησης</i>	<i>162</i>
4.3.2	<i>Μελέτη μονοαξονικής θλίψης</i>	<i>163</i>
4.3.3	<i>Σύγκριση αποτελεσμάτων.....</i>	<i>169</i>
4.4	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	172
4.5	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ	172

ΣΥΝΟΨΗ ΚΑΙ ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ 174

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: Θεωρητικό υπόβαθρο

1.1 Πορώδη μεταλλικά υλικά και μεταλλικοί αφροί

1.1.1 Εισαγωγή

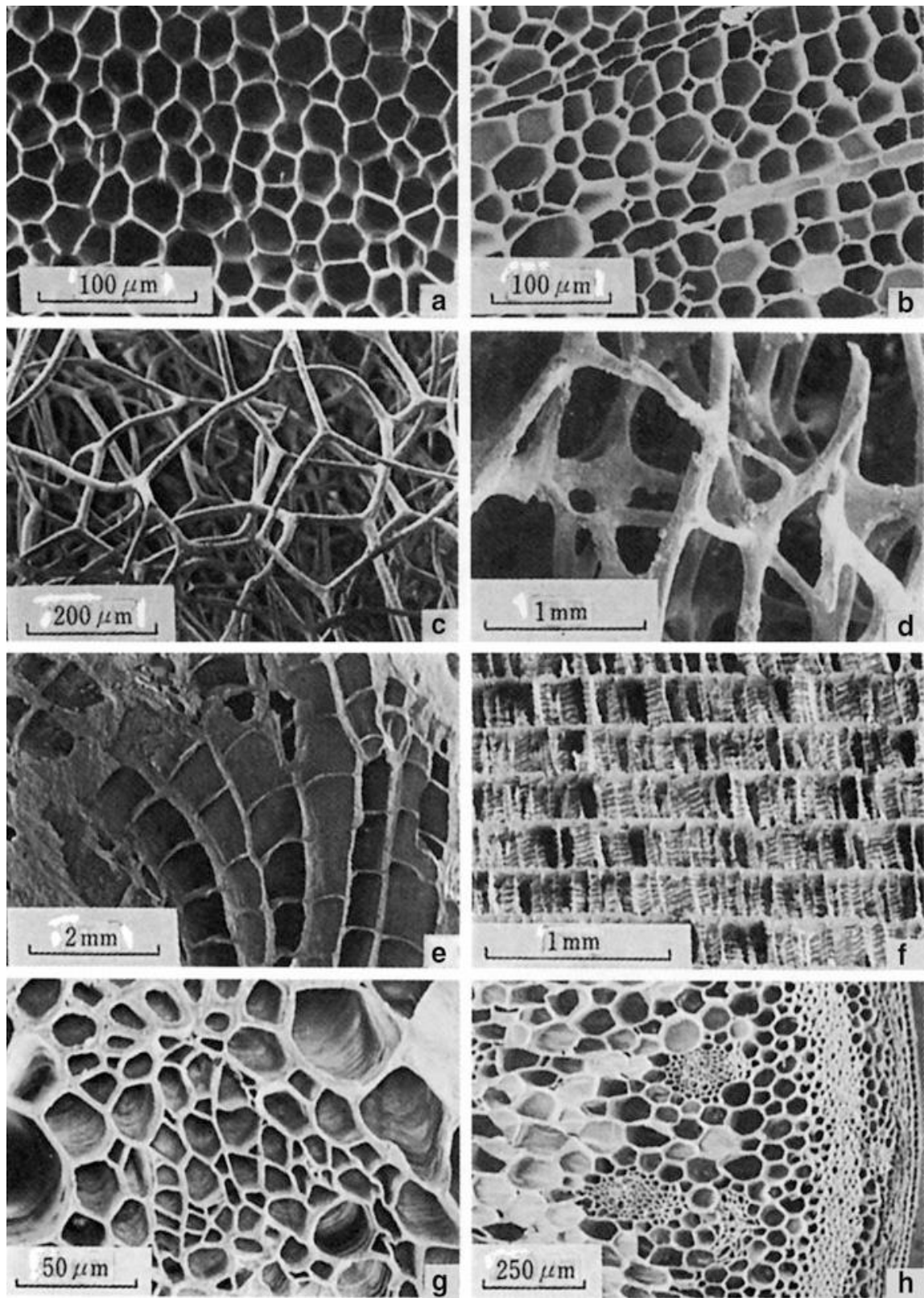
“When nature builds large load-bearing structures, she generally uses cellular materials: wood, bone, coral. There must be good reason for it.”

M.F. Ashby, Cambridge University

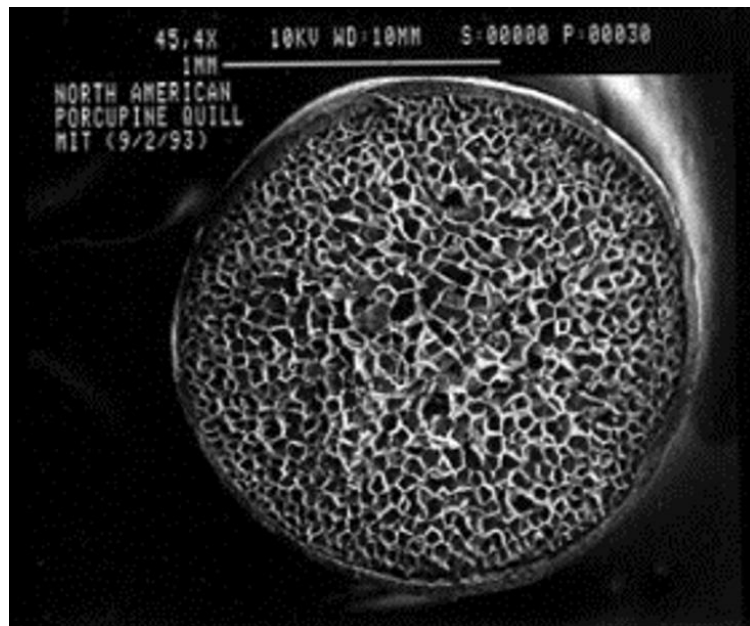
Όταν ο σύγχρονος άνθρωπος δημιουργεί ανθεκτικές κατασκευές, χρησιμοποιεί συμπαγή στερεά υλικά: χάλυβα, σκυρόδεμα, γυαλί. Όταν η φύση δημιουργεί, χρησιμοποιεί κατά κύριο λόγο πορώδη υλικά: ξύλο, οστά, όστρακα. Σίγουρα θα πρέπει να υπάρχουν κάποιοι καλοί λόγοι για αυτό. (Ashby, 1983)

Η παρουσία πόρων στο εσωτερικό ενός υλικού ανέκαθεν θεωρείτο κατασκευαστικό ελάττωμα και γι' αυτό το λόγο στόχος της μεταλλουργίας ήταν η ανακάλυψη και μελέτη μεθόδων παρασκευής υλικών που θα εξαλείφουν τέτοιες ατέλειες. Αντίθετα με αυτή την άποψη, ο Ashby είχε επισημάνει ότι αρκετά φυσικά υλικά, σε αντίθεση με τα συμβατικά, διαθέτουν πορώδες, συνδυάζοντας στιβαρότητα, υψηλή αντοχή και χαμηλή σχετική πυκνότητα. Χαρακτηριστικά παραδείγματα τέτοιων υλικών είναι το ξύλο, τα οστά και τα κοράλλια. (Ashby, 1983; Kennedy, 2012)

Τα κύρια στοιχεία της δομής ενός πορώδους υλικού είναι το μέγεθος, το πλήθος, ο τύπος των κελιών και το ποσοστό πορώδους του. Το μικρό πορώδες σημαίνει ότι η πυκνότητα του πορώδους υλικού πλησιάζει αυτή του μητρικού υλικού, ενώ, όσο αυξάνεται το πορώδες, μειώνεται η σχετική πυκνότητα. Αυτά τα χαρακτηριστικά της κυψελοειδούς δομής έχουν πραγματική εφαρμογή στην φύση, όπως φαίνονται στις ακόλουθες εικόνες (Σχήμα 1.1-1, Σχήμα 1.1-2), επιδεικνύοντας σχεδιαστική τελειότητα και επιτυγχάνοντας ένα βέλτιστο μηχανικό αποτέλεσμα. (Ashby, 1983)



Σχήμα 1.1-1: Φυσικά υλικά με πορώδεις δομές: (a) φελός, (b) ξύλλο, (c) σπόγγος, (d) σπογγώδες μέρος του οστού, (e) κοράλλι, (f) οστό σουπιάς, (g) φύλλο, και (h) μίσχος ενός φυτού. (Ashby, 2000)



Σχήμα 1.1-2: Τομή της εσωτερικής δομής ενός αγκαθιού σκαντζόχοιρου. (Ashby, 2000)

Το Σχήμα 1.1-2 δείχνει την εσωτερική δομή ενός αγκαθιού σκαντζόχοιρου. Η εσωτερική του δομή παρουσιάζει πορώδη μορφολογία, κάτι το οποίο προσφέρει αντοχή και δυσκαμψία, ενώ παράλληλα λειτουργεί ως εναλλάκτης θερμότητας για τη ρύθμιση της θερμοκρασίας του ζώου. (Ashby, 2000)

Τα πορώδη υλικά μπορούμε να τα κατηγοριοποιήσουμε σε δύο βασικές κατηγορίες αναφορικά με την μορφή των κελιών τους. Οι δύο αυτές κατηγορίες είναι τα κελιά ανοικτού τύπου και τα κελιά κλειστού τύπου. Στο πορώδες υλικό ανοικτού τύπου, κάθε κελί ενώνεται με τα γειτονικά του και στο εσωτερικό του δημιουργείται ένα συνεχόμενο δίκτυο το οποίο συγκοινωνεί. Για πορώδες κλειστού τύπου, κάθε κελί είναι κλειστό και δε συνδέεται με τα γειτονικά του, δηλαδή το υλικό βρίσκεται και στο πλαίσιο και στις πλευρές κάθε κελιού. Τα πορώδη υλικά με δομή είτε ανοικτού τύπου, είτε κλειστού τύπου, διαφέρουν όχι μόνο στον τρόπο παραγωγής, αλλά και στις ιδιότητες που έχουν, καθώς και στις εφαρμογές για τις οποίες προορίζονται. (Banhart, 2013a; García-Moreno, 2016)

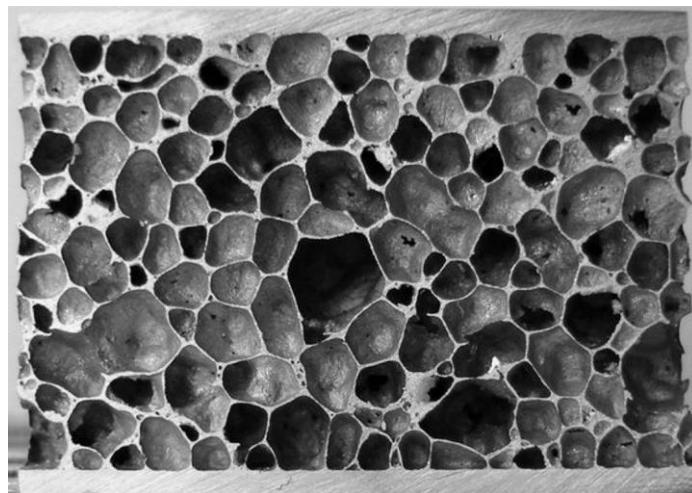
Από την προηγούμενη δεκαετία, τα πορώδη μεταλλικά υλικά κέντρισαν το ενδιαφέρον των επιστημόνων ήδη με την έρευνα και την κατασκευή υλικών με μικρό ή μεγάλο πορώδες. Από την άλλη πλευρά, τα τελευταία χρόνια έχει αυξηθεί ιδιαίτερα το ενδιαφέρον για τους μεταλλικούς αφρούς. Ο κυριότερος λόγος για την αύξηση της έρευνας στον τομέα είναι κυρίως για ελαφρές κατασκευές, όπου υπάρχει απαίτηση

χαμηλής σχετικής πυκνότητας σε συνδυασμό με υψηλή στιβαρότητα. (Duarte and Ferreira, 2016a)

1.1.2 Μεταλλικοί αφροί

Με τον όρο «μεταλλικός αφρός» νοείται ένας στερεός αφρός από μέταλλο, ο οποίος είναι υποκατηγορία της ευρύτερης οικογένειας των πορωδών υλικών. Οι μεταλλικοί αφροί είναι κυψελοειδή σύνθετα υλικά που αποτελούνται από αέρα και ένα μέταλλο, με το μέταλλο να αποτελεί την μήτρα του συνθέτου. Σύμφωνα με τον Banhart (Banhart, 2001), ο όρος αφρός χαρακτηρίζει τη διάχυση αερίου σε υγρή φάση. Αυτή η μορφολογία μπορεί κατόπιν να διατηρηθεί με την ταχεία στερεοποίηση της υγρής φάσης, λαμβάνοντας έτσι τον «στερεό αφρό». Ως αφροί, μεταλλικοί ή κεραμικοί, χαρακτηρίζονται τα πορώδη υλικά με μεγάλο πορώδες, συνήθως της τάξης του 60-95%. Κλειδί στην εξέλιξη της έρευνας των πορωδών υλικών και κατ' επέκταση των αφρών είναι η εύρεση τεχνικών για τον έλεγχο του ποσοστού του πορώδους και του μεγέθους των κελιών κατά την παρασκευή τους. (Gibson and Ashby, 2014)

Οι μεταλλικοί αφροί διατηρούν κάποιες από τις ιδιότητες του μητρικού μετάλλου, όμως η πυκνότητα τους είναι κατά πολύ μικρότερη, ενώ άλλες ιδιότητες διαφέρουν ανάλογα και με τη φύση του πορώδους. Οι μεταλλικοί αφροί έχουν χαρακτηριστικές ιδιότητες όπως χαμηλό βάρος, υψηλή ικανότητα απορρόφησης ενέργειας, ταλαντώσεων, ήχου, και ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. (Banhart, 2013b)



Σχήμα 1.1-3: Χαρακτηριστικό παράδειγμα μεταλλικού αφρού.

1.1.3 Ιστορική αναδρομή στην έρευνα και ανάπτυξη μεταλλικών αφρών

Η πρώτη αναφορά στο κομμάτι των μεταλλικών αφρών καταγράφεται σε μια πατέντα του 1926 από το De Meller και αφορά άμεση αφροποίηση τηγμένου μετάλλου είτε με άμεση παροχή αερίου, είτε με χρήση αφροποιητικών κόνεων. Στις αρχές της δεκαετίας του '50 ο Benjamin Sosnicki δημιουργεί πατέντα που αφορούσε την παραγωγή «σπογγώδους μετάλλου» (foamlike metal), που του απονεμήθηκε το 1951 (Σχήμα 1.1-4). Ήδη από τα τέλη της δεκαετίας του '40, ο Sosnicki, ήταν πρωτοπόρος στην παραγωγή του σπογγώδους μετάλλου. Η μέθοδος παρασκευής του συγκεκριμένου τύπου μεταλλικού αφρού, βασιζόταν στην εξάχνωση στοιχείων με χαμηλό σημείο τήξης μέσα σε μεταλλική μήτρα. (Ashby, 2000)

Patented May 15, 1951

2,553,016

UNITED STATES PATENT OFFICE

2,553,016

FOAMLIKE METAL

Benjamin Sosnick, San Francisco, Calif.

No Drawing. Application December 26, 1947,
Serial No. 794,087

4 Claims. (Cl. 148—31)

Σχήμα 1.1-4: Πατέντα που απονεμήθηκε στον Sosnicki (1951) για την παραγωγή «σπογγώδους μετάλλου». (Laughlin and Hono, 2014)

Συγκεκριμένα, η μεθοδολογία παρασκευής βασιζόταν στη μεγάλη διαφορά στο σημείο βρασμού που έχουν οι διαφορετικές φάσεις ορισμένων κραμάτων, οπότε η τήξη και ο βρασμός της μιας φάσης μπορεί να γίνει ανεξάρτητα από την άλλη. Συνεπώς, απαιτείται ένα πολυφασικό κράμα, το οποίο πρέπει να έχει τέτοια σύσταση, ώστε όταν θερμαίνεται, το ένα συστατικό να βράζει, ενώ το άλλο να έχει μόλις ξεκινήσει να τήκεται. Πρόκειται για μία διαδικασία υψηλής πίεσης, ενώ, όσο διαρκεί η θέρμανση του κράματος, αυτό πρέπει να βρίσκεται εντός αυτοκλείστου (κλίβανος ελεγχόμενης ατμόσφαιρας). Το να βρίσκεται μέσα σε αυτόκλειστο είναι απαραίτητο, ώστε το συστατικό που έχει ξεκινήσει να βράζει και να βρίσκεται και στην αέρια φάση, να μην έχει οδούς διαφυγής από το υγρό μέταλλο. Αν μειωθεί η πίεση, θα πραγματοποιηθεί ξαφνικός βρασμός του κράματος, και αν στη συνέχεια ψυχθεί το κράμα, παράγεται ένα

στερεό υλικό γεμάτο από εσωτερικούς (κλειστούς) πόρους, λόγω του αέριου συστατικού που έχει εγκλωβιστεί εντός του. Το νέο αυτό υλικό έχει υψηλή ανθεκτικότητα, ενώ παράλληλα έχει και βελτιωμένη θερμική μόνωση καθώς και ηχομονωτικές ιδιότητες. Για να είναι εφικτή η τεχνική αυτή, πρέπει το σημείο βρασμού της μιας από τις φάσεις να είναι πολύ χαμηλό. Το παραπάνω εμφανίζεται κυρίως όταν το κράμα περιλαμβάνει στη σύστασή του ψευδάργυρο, κάδμιο ή υδράργυρο. Πάρα τα αρκετά πλεονεκτήματα της συγκεκριμένης μεθόδου, βιομηχανικά δεν χρησιμοποιήθηκε ποτέ καθώς παρήγαγε μικρή ποσότητα, ήταν αρκετά ακριβή και περιείχε επικίνδυνα μέταλλα. (Degischer and Kriszt, 2002; Laughlin and Hono, 2014)

Προς το τέλος της δεκαετίας του 1950 έγινε μια πρώτη προσπάθεια παραγωγής μεταλλικών αφρών με ανοιχτού τύπου κελιά, όπου και σημειώνονται πολύ σημαντικές καινοτομίες στην παραγωγή τους, από την ερευνητική ομάδα της εταιρίας United Aircraft Corporation. Η νέα μέθοδος παραγωγής περιλάμβανε ανάμιξη του κονιορτοποιημένου μετάλλου (μετάλλου σε μορφή σκόνης), με μια σκόνη που χρησίμευε στην παραγωγή αερίων. Το κατάλληλο υλικό για την παραγωγή ικανής ποσότητας αερίου επιλεγόταν προσεκτικά, έτσι ώστε να έχει παραπλήσια θερμοκρασία αποσύνθεσης με την αντίστοιχη θερμοκρασία τήξης του μετάλλου. Ωστόσο, το πρόβλημα που ανέκυπτε από την εν λόγω διαδικασία αφορούσε την ψύξη του αφρού. (Degischer and Kriszt, 2002)

Οι Hardy και Peisker το 1962 παρουσίασαν μια καινούργια μέθοδο, στην οποία προσέθεταν κατευθείαν τον αεροποιητικό παράγοντα στο τήγμα του μετάλλου. Επρόκειτο για μια οικονομικότερη μέθοδο, καθώς ήταν πολύ πιο φθηνή από την προαναφερθείσα με το κονιορτοποιημένο μέταλλο. Σε γενικές γραμμές, όμως, η παραγωγή των μεταλλικών αφρών ήταν αρκετά δαπανηρή, μη αξιόπιστη και γινόταν περισσότερο στα εργαστήρια των πανεπιστημίων για εκπαιδευτικούς σκοπούς.

Τα επόμενα χρόνια πραγματοποιήθηκε περαιτέρω έρευνα που οδήγησε σε νέες δημοσιεύσεις και ευρεσιτεχνίες, χωρίς όμως να παρουσιαστεί μεγάλη πρόοδος. Τη δεκαετία του 1990 παρουσιάστηκε σημαντική ανάπτυξη στον τομέα των ελαφρών κατασκευών, με τη βοήθεια ευρωπαϊκών προγραμμάτων (EFG, InnoZelmet, LISA, MURI, ULMA), ενώ εμφανίστηκαν εταιρίες που επιθυμούσαν να αναλάβουν την εμπορική εκμετάλλευση των νέων υλικών. Η ύπαρξη τεχνογνωσίας σχετικά με την παραγωγή σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας (Metal Matrix Composites - MMCs) έδωσε ώθηση στην ανάπτυξη και των νέων αυτών υλικών, καθώς η συμπεριφορά τους

υπακούει στους ίδιους νόμους και διέπεται από τους ίδιους περιορισμούς. (Degischer and Kriszt, 2002; Laughlin and Hono, 2014)

Από τη δεκαετία του '90 ως σήμερα, οι μεταλλικοί αφροί έχουν βρει αρκετές εφαρμογές και πλέον απαιτείται παραπάνω ανάπτυξη στον τομέα των πορώδων υλικών. Σε παγκόσμιο επίπεδο υπάρχουν διάφορες εταιρίες, που προσφέρουν προϊόντα από αφρούς κατασκευασμένους μέσω μεθόδων αφροποίησης τηγμένου μετάλλου (Κεφάλαιο 1.1.6.1). Όμως, επειδή η παραγωγή ενός τέτοιου αφρού με υψηλές προδιαγραφές ποιότητας είναι αρκετά δαπανηρή, η αγορά μεταλλικών αφρών είναι αρκετά περιορισμένη.

Σήμερα, σχεδόν όλη η έρευνα επικεντρώνεται στους αφρούς αλουμινίου, λόγω της χαμηλής πυκνότητας, της υψηλής αντοχής σε διάβρωση και του χαμηλού σημείου τήξης που τους εξασφαλίζει υψηλή κατεργασιμότητα. Άλλα χρησιμοποιούμενα υλικά για την παραγωγή αφρών είναι ο χαλκός, το μαγνήσιο, ο σίδηρος, το νικέλιο και ο μόλυβδος. Πιο συγκεκριμένα, οι αφροί του νικελίου χρησιμοποιούνται ως χημικά φίλτρα, ενώ οι υπόλοιποι λόγω της χαμηλής τους ποιότητας κατασκευάζονται κυρίως σε ερευνητικό επίπεδο. (Duarte and Ferreira, 2016b; Gibson and Ashby, 2014)

1.1.4 Χαρακτηριστικά μεταλλικών αφρών

Οι μεταλλικοί αφροί, ανάλογα και με τη φύση του πορώδους τους, μπορούν να διατηρούν ορισμένες από τις ιδιότητες του μητρικού τους υλικού, ενώ άλλες ιδιότητές τους μπορεί να διαφέρουν από τις αντίστοιχες του υλικού από το οποίο προέρχονται. Έτσι, το μέγεθος και η ομοιομορφία στο πορώδες είναι βασικοί παράγοντες που επηρεάζουν και τις ιδιότητες των τελικών μεταλλικών αφρών. Κάποιες χαρακτηριστικές ιδιότητες αυτών είναι το χαμηλό βάρος, η ικανότητα απορρόφησης ενέργειας, ήχου και ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. Στις περασμένες δεκαετίες έγιναν πολλές προσπάθειες με σκοπό να δημιουργηθούν συγκεκριμένες δομές μεταλλικών αφρών. Η παραγωγή τους ωστόσο ήταν πολύ δαπανηρή, και το γεγονός αυτό καθιστούσε απαγορευτική την εφαρμογή αυτών των προϊόντων. Ένα άλλο, επίσης σημαντικό, πρόβλημα που προέκυπτε, ήταν ότι δεν υπήρχε η δυνατότητα μιας επιτυχούς αναπαραγωγής των ιδιοτήτων των εν λόγω δομών. Συνήθως, αυτό οφειλόταν σε διάφορους παράγοντες, μερικοί εκ των οποίων ήταν η χαμηλή δυνατότητα αφροποίησης που παρουσίαζε ένα λιωμένο - τηγμένο μέταλλο, το μέγεθος των πόρων

και η μεγάλη διασπορά αυτών, η συρρίκνωση του υλικού κατά την φάση της στερεοποίησής του μετά την τήξη του κ.α. Έκτοτε, και μετά από εκτεταμένη και διαρκή έρευνα, έχουν εφευρεθεί νέες τεχνολογίες για παραγωγή μεταλλικών αφρών, με τις οποίες έχουν μειωθεί τα παραπάνω προβλήματα, με αποτέλεσμα την δυνατότητα παραγωγής αφρών υψηλής ποιότητας και χαμηλού κόστους. (Stergioudi F., 2011)

Αν και τα πορώδη μεταλλικά υλικά είναι μια αναπτυσσόμενη και πολλά υποσχόμενη τεχνολογία, προς το παρόν η παραγωγή των μεταλλικών αφρών είναι σχετικά περιορισμένη. Λίγες είναι οι εταιρίες ανά τον κόσμο που εμπλέκονται στην παραγωγή τους και για εξειδικευμένες χρήσεις. (Banhart, 2013a)

Παρόλα αυτά, την τελευταία δεκαετία υπάρχουν πολλές εφαρμογές, στις οποίες χρησιμοποιούνται οι μεταλλικοί αφροί, όπως στη μηχανολογία, στις κατασκευές, στις οικοδομές, στις οικιακές συσκευές και στην βιομηχανία των χημικών. Πιο εξέχουσα εφαρμογή είναι η ενσωμάτωσή τους στο εσωτερικό στρώμα δομών τύπου σάντουιτς, που χρησιμοποιούνται σε κατασκευαστικές εφαρμογές (Σχήμα 1.1-5), όπου η μείωση του βάρους είναι ο απώτερος στόχος, όπως στην αεροναυπηγική. (Banhart, 2013b; Banhart and Seeliger, 2008)



Σχήμα 1.1-5: Δομή τύπου σάντουιτς με πυρήνα από αφρό αλουμινίου. (Banhart and Seeliger, 2008)

Ένα από τα χαρακτηριστικότερα παραδείγματα εφαρμογής μεταλλικών αφρών βρίσκεται στον τομέα της αυτοκινητοβιομηχανίας, όπου εκμεταλλεύονται την εκπληκτική δυνατότητα απορρόφησης ενέργειας των μεταλλικών αφρών στους προφυλακτήρες. Κατά την διάρκεια της πρόσκρουσης, ο μεταλλικός αφρός παραμορφώνεται πλαστικά με αποτέλεσμα μεγάλο ποσοστό της ενέργειας να μετατρέπεται σε πλαστικό έργο διατηρώντας κατά το στάδιο της παραμόρφωσης σταθερή χαμηλή τάση πλατώ. (Banhart, 2005)

Άλλες αξιοσημείωτες εφαρμογές είναι η χρήση τους ως φίλτρα, εναλλάκτες θερμότητας, απορροφητές ενέργειας στην καταπόνηση σωλήνων και ως απορροφητές

ήχου. Ακόμη μελετάται η εφαρμογή τους στην ιατρική ως εμφυτεύματα σε οστά. Προς το παρόν, οι αφροί αλουμινίου παράγονται από λίγες εταιρίες ανά τον κόσμο, σε μικρή κλίμακα και για συγκεκριμένες εφαρμογές.

Τέλος, οι μεταλλικοί αφροί μπορούν να κατηγοριοποιηθούν βάσει των πιο κάτω χαρακτηριστικών τους:

- i. Τις ιδιότητες του μητρικού τους μεταλλικού υλικού.
- ii. Τη σχετική πυκνότητά τους.
- iii. Την τοπολογία των κυψελών, (ανοιχτού ή κλειστού τύπου κελιών), το μέγεθος και το σχήμα τους.

1.1.5 Πλεονεκτήματα, μειονεκτήματα και χρήση των μεταλλικών αφρών

Το ευρύ φάσμα των εφαρμογών οφείλεται στα πλεονεκτήματα των μεταλλικών αφρών που βασίζονται στο υλικό τους (μπορεί να είναι καθαρό μέταλλο ή κράμα). Ορισμένα από αυτά είναι η υψηλή ικανότητα απορρόφησης ενέργειας κατά την κρούση ή τη συμπίεση, ανεξάρτητα από τη φορά της φόρτισης. Ο εξαιρετικός συνδυασμός μηχανικών ιδιοτήτων (κυρίως υψηλή απορρόφηση ενέργειας και υψηλή δυσκαμψία) και χαμηλής σχετικής πυκνότητας είναι εξίσου σημαντικά προτερήματα. Επιπρόσθετα, είναι πολύ αποτελεσματικά υλικά στην απορρόφηση ταλαντώσεων, ήχου, και ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. (Garcia-Avila and Rabiei, 2015; Gibson and Ashby, 2014; Hangai et al., 2015; Rohatgi et al., 2006)

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

αντιθέσει με τους πολυμερικούς αφρούς. (Lázaro et al., 2013; Papadopoulos et al., 2011)

Κατασκευάζοντας έναν αφρό από μέταλλο, σε αντίθεση με τα πολυμερή, αυξάνεται η δυσκαμψία, διευρύνεται η θερμοκρασία λειτουργίας και μεγαλώνει η αντίσταση σε πολλές διαλυτικές ουσίες και στη φωτιά. Από την άλλη, σε σύγκριση με τους κεραμικούς αφρούς, εμφανίζονται βελτιωμένα αποτελέσματα σε σχέση με την ανθεκτικότητα και την αντοχή σε κόπωση, την θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα, καθώς και την (καλύτερη) ικανότητα μορφοποίησης. Επίσης, αξίζει να σημειωθεί ότι είναι πλήρως ανακυκλώσιμα υλικά, χωρίς να εμφανίζεται ρύπανση ή κατασπατάληση, ένα σημείο το οποίο δεν μπορεί να αγνοηθεί, καθώς η παραγωγή, η χρήση και η διάθεση νέων προηγμένων υλικών συχνά έχει αρνητικές επιδράσεις κατά τη διάρκεια του κύκλου ζωής τους. (Banhart, 2001; Gibson and Ashby, 2014)

Ορισμένα από τα κύρια μειονεκτήματα των μεταλλικών αφρών είναι:

- Το υψηλό κόστος παραγωγής τους
- Η χρονοβόρα διαδικασία παραγωγής τους
- Η δυσκολία αναπαραγωγής αφρών συγκεκριμένης δομής και ιδιοτήτων
- Δυσκολία της μαζικής παραγωγή τους

Παρόλα τα εμπόδια, τα τελευταία χρόνια, έχουν αναπτυχθεί νέες μέθοδοι οι οποίες έχουν μειώσει στο ελάχιστο ή έχουν εξαλείψει τα προαναφερθέντα προβλήματα, οδηγώντας σε παραγωγή μεταλλικών αφρών υψηλής ποιότητας. Αυτές οι μέθοδοι στρέφονται σε απλές διαδικασίες παραγωγής με χαμηλό κόστος και είναι φιλικές προς το περιβάλλον χρησιμοποιώντας συμβατικά υλικά (Banhart, 2013a; Duarte et al., 2016). Σήμερα, πληθώρα εφαρμογών μεταλλικών αφρών, αλλά και γενικότερα των πορωδών μεταλλικών υλικών ερευνώνται αλλά και αναπτύσσονται σε βιομηχανική κλίμακα, η χρήση των οποίων εξαρτάται από τους ακόλουθους κυρίαρχους παράγοντες (Gibson and Ashby, 2014):

- i. Μορφολογία μεταλλικού αφρού: Η μορφολογία του μεταλλικού αφρού εξαρτάται από τον τύπο του πορώδους (π.χ. ανοικτού ή κλειστού τύπου κελιών), την πυκνότητα του πορώδους, το επιθυμητό μέγεθος πόρων και την απαίτηση σε συνολική εσωτερική επιφάνεια του κυψελοειδούς υλικού.
- ii. Μεταλλουργία: Η μεταλλουργική μέθοδος μπορεί να είναι είτε υγρής κατάστασης είτε κονιομεταλλουργίας.

- iii. Παραγωγική διαδικασία: Μέσω κατάλληλων παραγωγικών διαδικασιών είναι δυνατή η μορφοποίηση των μεταλλικών αφρών για την κατασκευή εξαρτημάτων ή σύνθετων διατομών (profiles).
- iv. Οικονομοτεχνική μελέτη: Ο ρυθμός και το κόστος παραγωγής, η χρήση ανταγωνιστικών υλικών και η καταλληλότητα υλικού για μεγάλου όγκου κατασκευές, αποτελούν σημαντικούς οικονομοτεχνικούς παράγοντες.

1.1.6 Τεχνολογίες παραγωγής μεταλλικών αφρών

Ένας μεταλλικός αφρός μπορεί να παραχθεί με τη βοήθεια πολλών μεθόδων. Ανάλογα με τη μέθοδο, το μέταλλο πρέπει να βρίσκεται αρχικά είτε σε υγρή/τηγμένη μορφή, είτε σε κονιορτοποιημένη μορφή, είτε μπορεί να απαιτείται ηλεκτρολύτης που περιέχει ιόντα μετάλλου. Δεν είναι όλες οι τεχνικές κατάλληλες για όλα τα μέταλλα, ενώ και ο αφρός που προκύπτει από κάθε μέταλλο παρουσιάζει διαφορετική μορφολογία και πυκνότητα. Στο κεφάλαιο που ακολουθεί θα αναφέρουμε μερικές από τις σημαντικότερες μεθόδους παραγωγής μεταλλικών αφρών με εστίαση κυρίως στις μεθόδους παραγωγής

1.1.6.1 Παραγωγή μεταλλικών αφρών μέσω αφροποίησης τηγμένου μετάλλου

Την τελευταία δεκαετία έχουν επικρατήσει δυο τεχνικές για την απευθείας αφροποίηση σε τηγμένο μέταλλο (Banhart and Seeliger, 2008; Gibson and Ashby, 2014):

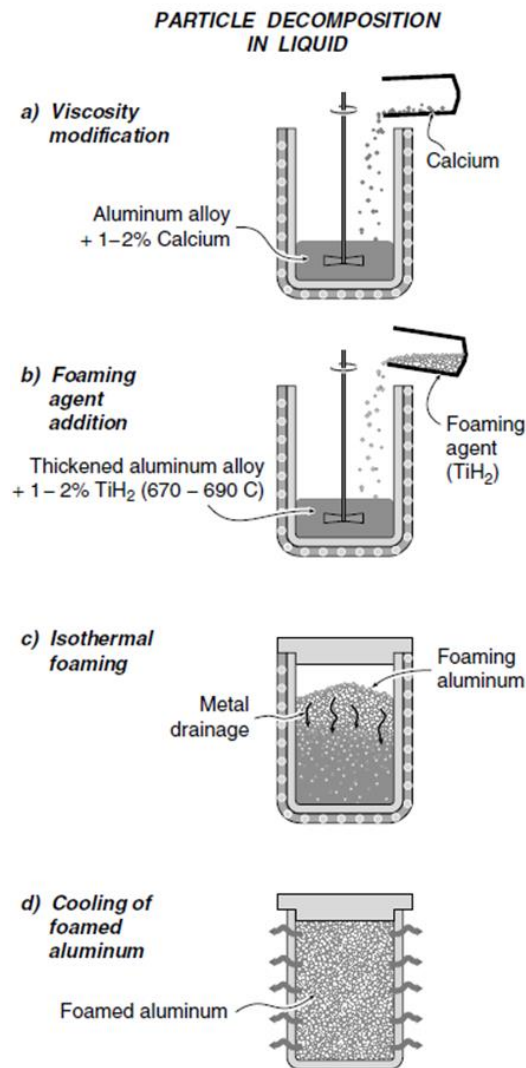
- Εισαγωγή εξωτερικού αερίου σε υγρό μέταλλο
- Πρόσθεση ενός μέσου στο υγρό μέταλλο με σκοπό την διάσπασή του, η οποία θα προκαλέσει την αφροποίηση

Αφροποίηση με εσωτερική δημιουργία φυσαλίδων (ALPORAS)

Η τεχνολογία παραγωγής που αναλύεται σε αυτή τη παράγραφο ονομάζεται Alporas, και ανήκει στην ιαπωνική εταιρία Shinko Wire. Η εν λόγω τεχνολογία αποτελείται από τα ακόλουθα στάδια: Αρχικά, στο τηγμένο αλουμίνιο γίνεται προσθήκη ασβεστίου σε ποσοστό 1,5 % στους 680 °C, έτσι ώστε να αυξηθεί το ιξώδες του μετάλλου. Στη συνέχεια, λαμβάνει χώρα ανάδευση του τήγματος για 6 λεπτά της

ώρας σε κανονικό περιβάλλον. Με αυτή τη διαδικασία προκύπτει ένα πυκνότερο τήγμα το οποίο μεταγγίζεται σε καλούπι χύτευσης. Εκεί, επιβάλλεται νέα ανάδευση, ενώ παράλληλα γίνεται προσθήκη αφοροποιητικού παράγοντα υδριδίου του τιτανίου (TiH_2).

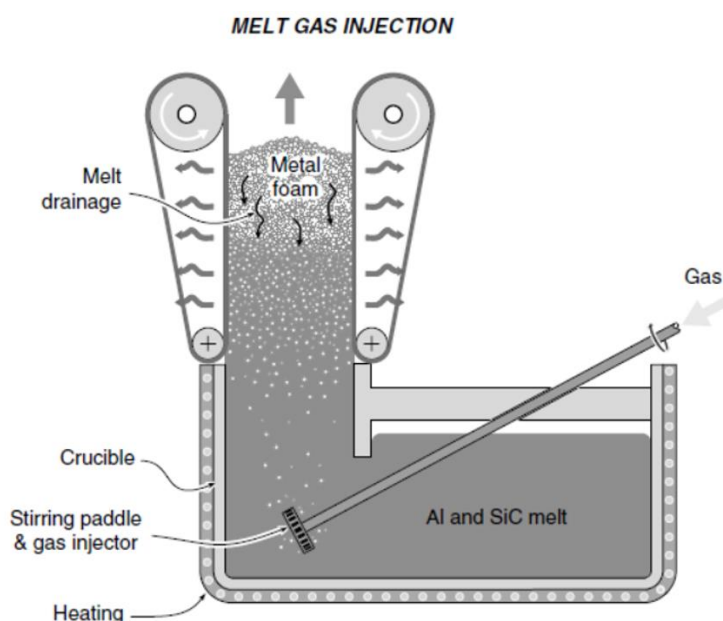
Λόγω της υψηλής θερμοκρασίας προκαλείται διάσπαση του υδριδίου, και εκλύεται αέριο υδρογόνο. Με αυτόν τον τρόπο σχηματίζεται ο μεταλλικός αφρός, ο οποίος διαστέλλεται έως ότου επιτευχθεί πλήρωση του καλουπιού χύτευσης, μέσα σε ένα διάστημα 15 min. Έπειτα, ακολουθεί η ψύξη του αφρού με χρήση ανεμιστήρων. Ο μεταλλικός αφρός στερεοποιείται και οι «χελώνες» αφρού που προκύπτουν έχουν πορώδες της τάξης 89%-93%. Οι «χελώνες» αυτές μπορούν στη συνέχεια να κοπούν σε φύλλα επιθυμητού πάχους. (Banhart and Seeliger, 2008; Gibson and Ashby, 2014)



Σχήμα 1.1-6: Διαδικασία παρασκευής αφρού με την μέθοδο Alporas. (Ashby, 2000)

Αφροποίηση με εξωτερική παροχή αερίου

Η συγκεκριμένη τεχνολογία ακολουθεί τα εξής βήματα: Για αρχή, στο τηγμένο μέταλλο προστίθεται αλουμίνιο (Al), καρβίδιο του πυριτίου (SiC), ή οξείδιο του αλουμινίου (Al_2O_3), σε ποσοστό 10-15 % προκειμένου να αυξηθεί το ιξώδες του τήγματος. Στη συνέχεια, προστίθεται αέριο, άζωτο ή αργό, αναδεύοντας συνεχώς το τήγμα με περιστρεφόμενο αναδευτήρα. Το επιπλέον υγρό, με εγκλωβισμένο αέριο, απομακρύνεται από την επιφάνεια του παραγόμενου υλικού μέσω μεταφορικής ταινίας. Έτσι γίνεται παραγωγή φύλλου μεταλλικού αφρού με πορώδες 80-97%. (Ashby, 2000)



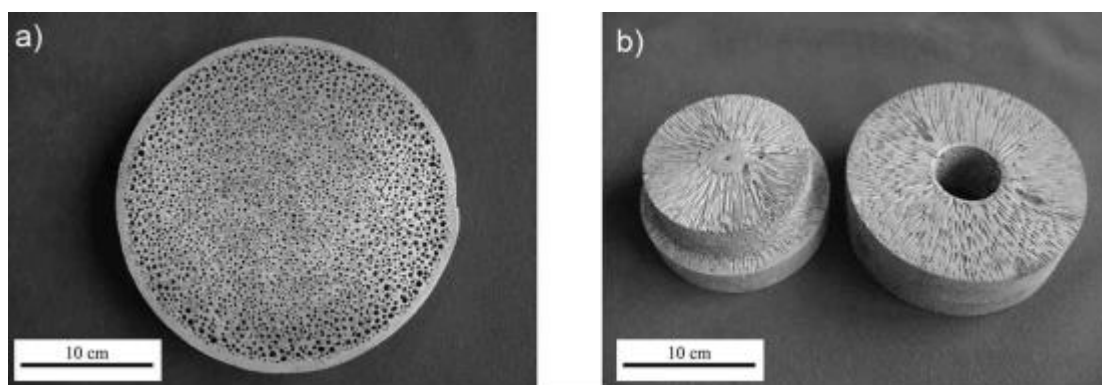
Σχήμα 1.1-7: Διάγραμμα της τεχνικής έγχυσης αερίου για την παραγωγή μεταλλικού αφρού. (Ashby, 2000)

Ο όγκος των φυσαλίδων μπορεί να ελεγχθεί αν ρυθμιστεί η ροή του αέρα, ο αριθμός και το σχήμα των ακροφυσίων και η ταχύτητα περιστροφής. Η χρησιμοποίηση κεραμικών σωματιδίων προκαλεί την αύξηση της πυκνότητας του χυτού με αποτέλεσμα οι φυσαλίδες να παγιδεύονται στο τηγμένο μέταλλο και τα τοιχώματα των κυβελίδων να σταθεροποιούνται και έτσι να αποτρέπεται η συνένωση των κελιών. Ο μεταλλικός αφρός που δημιουργείται μεταφέρεται και στην συνέχεια υποβάλλεται σε διαδικασία σταθεροποίησης. Με αυτό τον τρόπο παραγωγής δημιουργούνται panels με 1,5 m πλάτος και 25-155 mm πάχος.

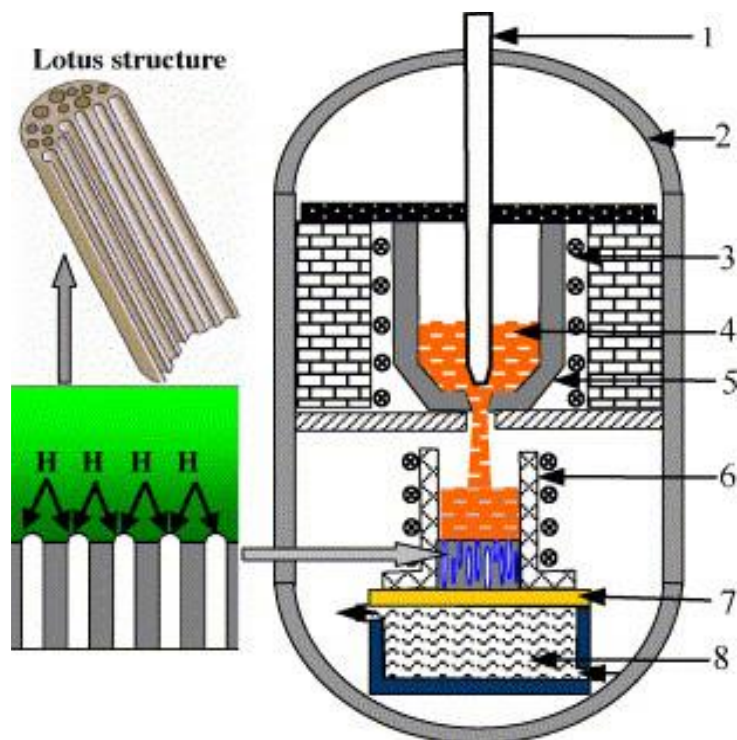
Το βασικότερο πλεονέκτημα της μεθόδου αυτής είναι ότι τα αρχικά υλικά της διεργασίας είναι αρκετά φθηνά, ότι μπορούν να παραχθούν κομμάτια μεγάλου αριθμού και μπορεί να ελεγχθεί η σχετική πυκνότητα του υλικού. Το βασικότερο μειονέκτημα της μεθόδου αυτής είναι ότι λόγω της ύπαρξης σωματιδίων SiC είναι δύσκολο να υποστούν κατεργασία τα panels. Επίσης παρουσιάζονται προβλήματα καθίζησης μετάλλου και πολύ συχνά εμφανίζεται μικρός αριθμός φυσαλίδων που έχει ως αποτέλεσμα την ανομοιόμορφη κατανομή πόρων. (Banhart, 2006)

Διαδικασία GASAR

Η διαδικασία GASAR βασίζεται στην σχέση της διαλυτότητας του υδρογόνου με την πίεση. Η μέθοδος αυτή στηρίχθηκε στην παρατήρηση ότι μερικά υγρά μέταλλα σχηματίζουν ευτηκτικά συστήματα με υδρογονωμένο αέριο. Τήκοντας ένα από αυτά τα μέταλλα σε υδρογονωμένη ατμόσφαιρα, υπό υψηλή πίεση (πάνω από 50 atm), λαμβάνουμε ένα ομοιογενές τήγμα που γεμίζει με υδρογόνο. Εάν τότε χαμηλώσουμε τη θερμοκρασία, το τήγμα τελικά υφίσταται μια μετάβαση σε ετερογενές διφασικό σύστημα «στερεού - αερίου». Ψύξη του τήγματος προκαλεί κατευθυνόμενη στερεοποίηση, το υδρογόνο κοντά στην περιοχή της στερεοποίησης αυξάνεται και σχηματίζονται οι φυσαλίδες. Οι παράμετροι της διαδικασίας πρέπει να επιλεγούν με τέτοιο τρόπο, ώστε οι φυσαλίδες να μη μεταφερθούν στην υγρή περιοχή και στη συνέχεια ξεφύγουν, αλλά να είναι κοντά στη ζώνη στερεοποίησης και να παγιδευτούν στο στερεό. Η μορφολογία των πόρων εξαρτάται από το περιεχόμενο υδρογόνου, την εξωτερική πίεση, την κατεύθυνση και τον ρυθμό απομάκρυνσης της θερμότητας και τη χημική σύσταση του τήγματος. (Goods et al., 1998; Shapovalov and Withers, 2008)



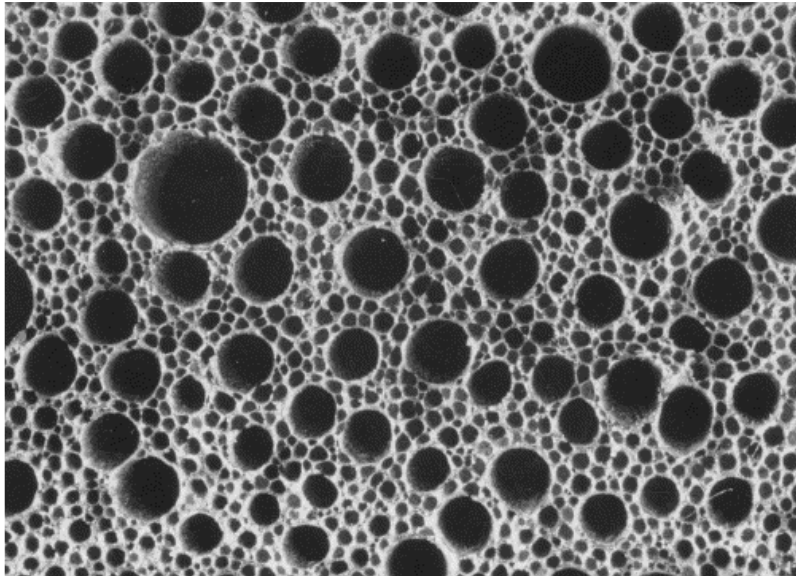
Σχήμα 1.1-8: Αφροί Μαγνησίου με τη μέθοδο Gasar a) αξονικοί και b) ακτινικά ευθυγραμμισμένοι πόροι. (Russell Goodall, 2014)



Σχήμα 1.1-9: Απεικόνιση της διαδικασίας ανάπτυξης αφρού gasar (lotus-type):(1) πόμα από γραφίτη (2) δοχείο υψηλής πίεσης (3) ηλεκτρική αντίσταση (4) υγρό μέταλλο (5) κάμιнос τήξης (6) κεραμικός τύπος(7) πλάκα ψύξεως χαλκού (8) νερό ψύξεως. (Russell Goodall, 2014)

Γενικά, ο προσανατολισμός των πόρων εξαρτάται από τη στερεοποίηση που εφαρμόζεται. Η διάμετρος των πόρων κυμαίνεται από 10 μm μέχρι 10 mm και το μήκος των πόρων από 100 μm έως 300 μm .

Η μορφολογία των πόρων εξαρτάται από την μερική πίεση του αερίου πάνω από το τήγμα, την κατεύθυνση και τον ρυθμό απομάκρυνσης της θερμότητας και τη χημική σύσταση του τήγατος. Ο προσανατολισμός των πόρων μπορεί να είναι ακτινικός, αξονικός ή συνδυασμός τους και εξαρτάται από την διαδικασία στερεοποίησης που εφαρμόζεται. Η τεχνική GASAR έχει εφαρμογή στο νικέλιο, στον χαλκό, στο αλουμίνιο και στο μαγνήσιο. Εκτός από αυτά τα μέταλλα, έχει επίσης εφαρμογή και σε μια ποικιλία μετάλλων, όπως κοβαλτίου, χρωμίου, μολυβδαίνιου καθώς και σε κεραμικά. (Russell Goodall, 2014)



Σχήμα 1.1-10: Δομή των πόρων αφρού "GASAR". (Russell Goodall, 2014)

1.1.6.2 Παραγωγή μεταλλικών αφρών μέσω δημιουργίας προδρόμων δοκιμίων

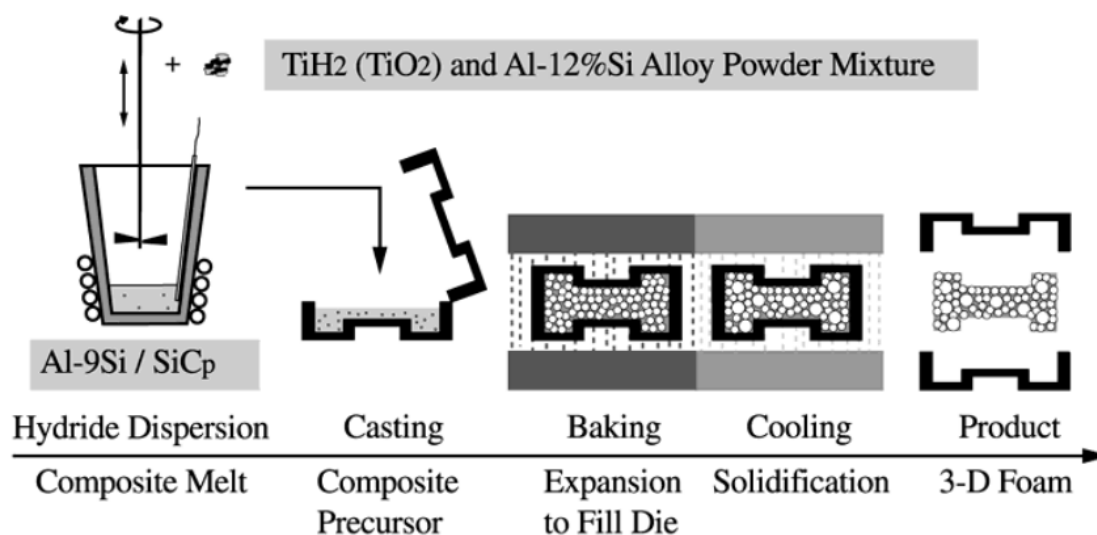
Μια από τις πιο διαδεδομένες μεθόδους παραγωγής μεταλλικών αφρών στηρίζεται στην χρήση μεθόδων κονιομεταλλουργίας και χύτευσης για την παραγωγή προδρόμων δοκιμίων, τα οποία σε δεύτερο στάδιο αφοροποιούνται. Η βασική λογική είναι η ενσωμάτωση αφοροποιητικών κόνεων σε στερεά μεταλλικά δοκίμια. Αυτά τα πρόδρομα δοκίμια μπορούν στην συνέχεια να τοποθετηθούν σε καλούπια εντός φούρνου και μέσω της αφοροποίησης να πάρουν την ακριβή γεωμετρία του καλουπιού.

Τεχνολογία παραγωγής FORMGRIP

Η διαδικασία αφοροποίησης FORMGRIP (Foaming of Reinforced Metals by Gas Release in Precursors) περιλαμβάνει ανάμιξη ειδικά τροποποιημένης σκόνης υδριδίου TiH_2 με τηγμένο μέταλλο, ακολουθούμενη από γρήγορη στερεοποίηση. Η τροποποίηση της σκόνης υδριδίου καθυστερεί το στάδιο της διάσπασής της κατά τη φάση εισαγωγής της σκόνης στο τηγμένο μέταλλο με αποτέλεσμα το πορώδες στο πρόδρομο δοκίμιο να είναι ιδιαίτερα χαμηλό, της τάξεως του 10%. (Gergely and Clyne, 2000)

Στην συνέχεια, έπειτα από τη διαδικασία δημιουργίας προδρόμου δοκιμίου, ακολουθεί το στάδιο αφοροποίησης σε καλούπια με την επιθυμητή τελική γεωμετρία. Η αύξηση της τιμής του ιξώδους που είναι απαραίτητη για το στάδιο της αφοροποίησης

πραγματοποιείται με την προσθήκη των κατάλληλων κεραμικών κόνεων (π.χ. καρβίδιο πυριτίου SiC).



Σχήμα 1.1-11: Παραγωγή αφρού αλουμινίου με την τεχνολογία FORMGRIP. (Gergely and Clyne, 2000)

Η τροποποίηση της σκόνης TiH_2 γίνεται μέσω θερμικής επεξεργασίας. Η βέλτιστη θερμική επεξεργασία πρέπει να περιλαμβάνει δύο στάδια (Banhart, 2001):

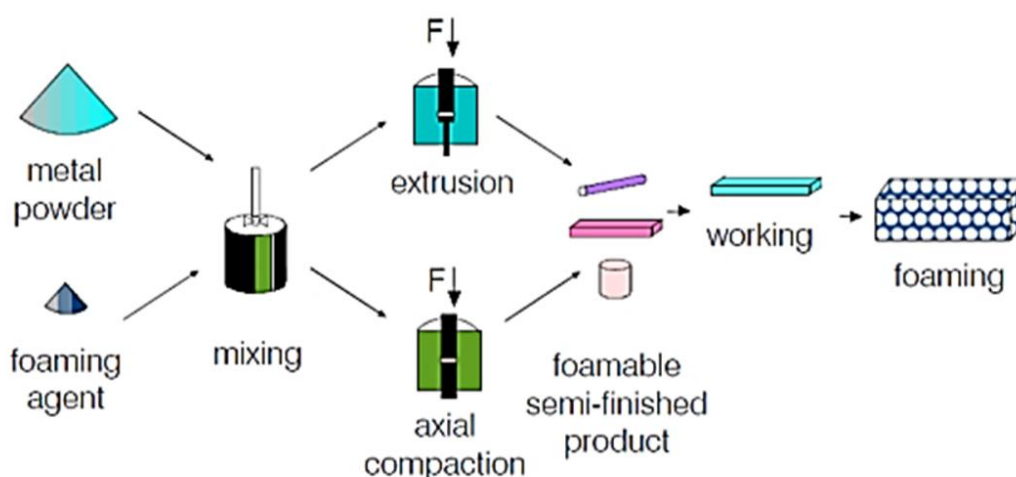
- Στο πρώτο στάδιο, η θερμοκρασία παραμένει σε σχετικά χαμηλά επίπεδα (400°C), ώστε να μην διασπαστεί το υδρίδιο. Το στάδιο αυτό διαρκεί 24 ώρες και σχηματίζεται το πρώτο επιφανειακό στρώμα οξειδίου στη σκόνη TiH_2 . Το πάχος αυτού του στρώματος είναι σχετικά μικρό.
- Στο δεύτερο στάδιο της θέρμανσης η θερμοκρασία αυξάνεται στους 500°C . Το στάδιο αυτό διαρκεί λιγότερο από 1-3 ώρες αλλά ευνοεί την δημιουργία ενός μεγαλύτερου στρώματος οξειδίου, έτσι ώστε να αντέχει την υψηλή θερμοκρασία του λιωμένου μετάλλου.

Τα πλεονεκτήματα της μεθόδου είναι τα εξής: η διαδικασία της αφοροποίησης είναι ελεγχόμενη, υπάρχει η δυνατότητα της δημιουργίας τρισδιάστατων σχημάτων και καλής ποιότητας πορώδους. Από την άλλη πλευρά, το κύριο μειονέκτημα είναι η προσθήκη ξένων ουσιών στο τελικό προϊόν, καθώς και η μεγάλη χρονική διάρκεια του σταδίου προπαρασκευής. (Gergely and Clyne, 2000)

Τεχνολογία παραγωγής IFAM

Η τεχνολογία παραγωγής IFAM στηρίζεται στη χρήση αεροποιητικού παράγοντα και την μίξη του με μια μεταλλική σκόνη. Συνήθως χρησιμοποιούμε κράματα (για την κατασκευή των αφρών) Al-Cu, Al-Mg-Si, AlSi₇, AlSi₁₂. Τα τελευταία έχουν εξαιρετική αεροποιητική ικανότητα λόγω του χαμηλού σημείου τήξης τους. Το μείγμα κόνεων συμπιέζεται σε ένα πρόδρομο δοκίμιο. Στη διαδικασία IFAM το υλικό συμπιέζεται είτε με μονοαξονική συμπίεση, είτε χρησιμοποιώντας έλαση ή διέλαση είτε συνδυασμό αυτών των κατεργασιών ανάλογα με το απαιτούμενο τελικό σχήμα.

Η ποιότητα του τελικού αφρού εξαρτάται από διάφορους παράγοντες π.χ. συνθήκες συμπίεσης (τεχνολογία, βαθμός παραμόρφωσης, θερμοκρασία, πίεση, χρόνος), ποιότητα της πούδρας (τύπος και μέγεθος κόκκων, κράμα, συνθήκες μίξης), παράμετροι αεροποίησης (θερμοκρασία, ρυθμός θέρμανσης, χρόνος ψύξης, ατμόσφαιρα αεροποίησης) και τη γεωμετρία του προδρόμου προϊόντος. Η πυκνότητα του αφρού ελέγχεται με την μεταβολή της περιεκτικότητας σε αεροποιητικό παράγοντα, της θερμοκρασίας και του ρυθμού θέρμανσης. (Kammer, 1999)

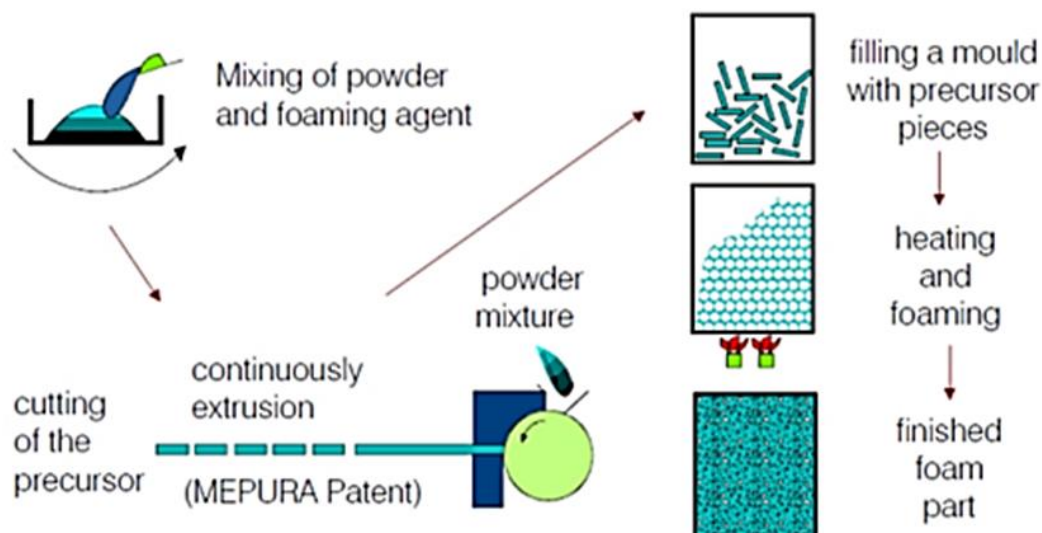


Σχήμα 1.1-12: Παραγωγή αφρού αλουμινίου με την τεχνολογία IFAM. (Kammer, 1999)

Τεχνολογία παραγωγής MEPURA

Όταν ο μεταλλικός αφρός απαιτείται να διαθέτει συγκεκριμένο γεωμετρικό σχήμα, πρέπει να χρησιμοποιηθεί καλούπι με το επιθυμητό σχήμα. Στην περίπτωση

αυτή, πρώτα τοποθετείται η συμπιεσμένη σκόνη στο καλούπι και μετά θερμαίνεται. Με τον τρόπο αυτό μπορούν να κατασκευαστούν και πολυστρωματικές δομές τύπου σάντουιτς, με συμπαγές εξωτερικό περίβλημα και πορώδες εσωτερικό. Στο Σχήμα 1.1-13 παρουσιάζεται η τεχνολογία MEPURA, όπου παράγεται πλαίσιο με μεταλλικό αφρό στο εσωτερικό του. (Kammer, 1999)



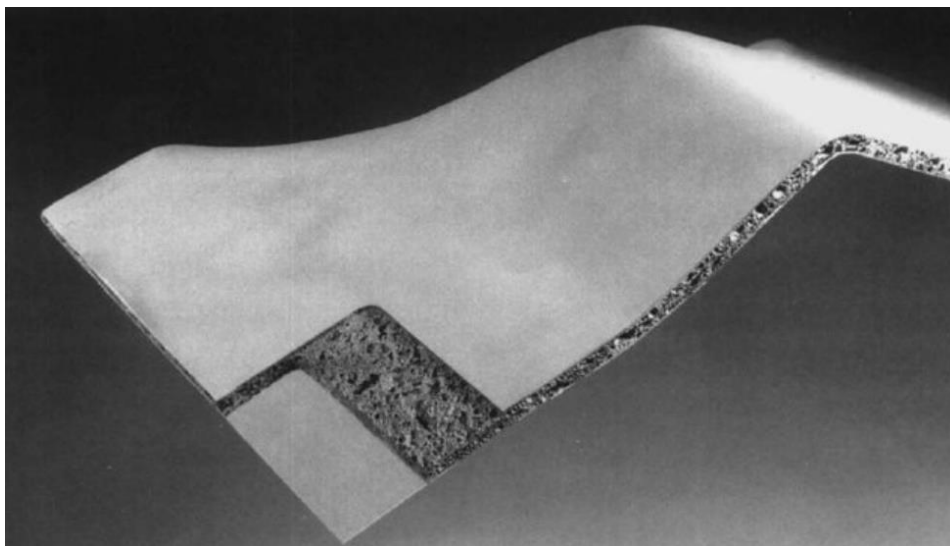
Σχήμα 1.1-13: Παραγωγή αφρού αλουμινίου με την τεχνολογία MEPURA. (Kammer, 1999)

Στην τεχνολογία MEPURA, το ημιτελικό προϊόν πρέπει να εισαχθεί σε καλούπι, ώστε να πάρει την επιθυμητή μορφή. Η διαδικασία της αεροποίησης γίνεται μέσα σε κλειστό καλούπι και το υλικό θα πάρει το σχήμα του αντίστοιχου καλουπιού. Είναι επίσης εφικτή η ένωση κομματιών αφρού με κομμάτια μετάλλου. Στο Σχήμα 1.1-14 παρουσιάζονται διάφορα είδη σωλήνων, οι οποίοι στο εσωτερικό τους έχουν αφρό αλουμινίου. Το συμπιεσμένο μίγμα κόνεων τοποθετείται στο εσωτερικό ενός κοίλου κυλίνδρου και θερμαίνεται. Το σημείο τήξης του μεταλλικού αφρού πρέπει να είναι χαμηλότερο από το σημείο τήξης του υλικού του κυλίνδρου.

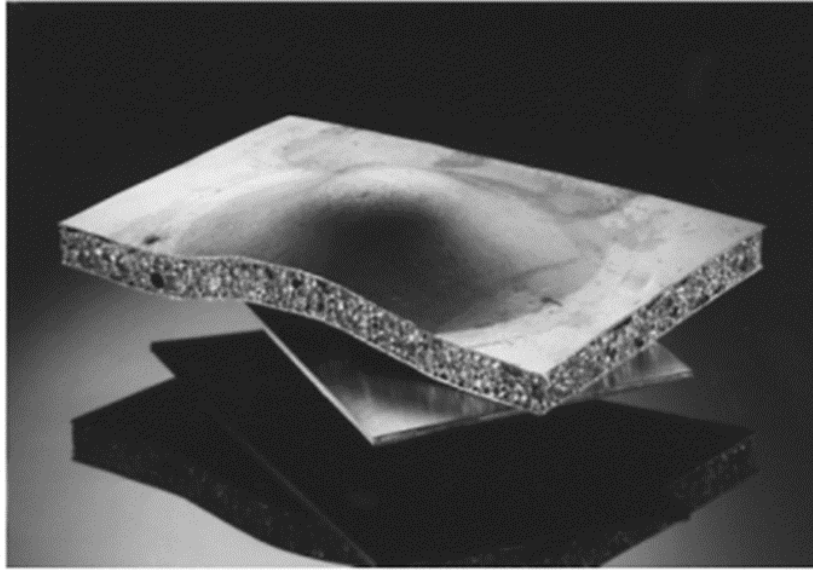


Σχήμα 1.1-14: Σωλήνες γεμισμένοι με αφρό αλουμινίου. (“Fraunhofer IFAM / English - Fraunhofer IFAM,” n.d.)

Μπορούν να παραχθούν επίσης φύλλα αλουμινίου σε μορφή σάντουιτς που έχουν στο εσωτερικό τους μεταλλικό αφρό. Τα φύλλα αλουμινίου μπορούν να κολληθούν σε ένα φύλλο αφρού ή μπορούν να υποστούν έλαση, αφού έχουν ήδη τοποθετηθεί πάνω και κάτω από το πρόδρομο υλικό, ώστε να δημιουργηθούν μεταλλικοί δεσμοί στις επαφές μετάλλου και αφρού (Σχήμα 1.1-15 & Σχήμα 1.1-16).



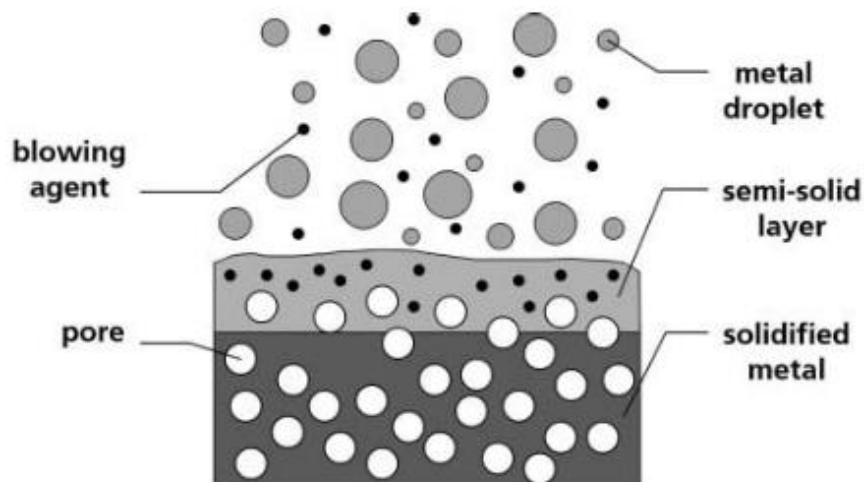
Σχήμα 1.1-15: Πολυστρωματικό πάνελ αλουμινίου. (Banhart, 2001)



Σχήμα 1.1-16: Πάνελ τύπου σάντουιτς με πυρήνα από αφρό αλουμινίου. (“Fraunhofer IFAM / English - Fraunhofer IFAM,” n.d.)

Αφροποίηση με ψεκασμό

Η αφροποίηση με ψεκασμό εφαρμόζεται σε μια μεγάλη ομάδα μετάλλων και κραμάτων. Η διαδικασία της αφροποίησης βασίζεται στην δημιουργία νέφους μεταλλικών σταγονιδίων και ενός αφροποιητικού μέσου, καθώς και στην τοποθέτησή τους μέσα σε μία βάση που έχει διαμορφωθεί καταλλήλως.



Σχήμα 1.1-17: Διαδικασία παραγωγής μεταλλικού αφρού με τη βοήθεια του ψεκασμού. (KelleyP. US Patent 5, 266, 099, 1992)

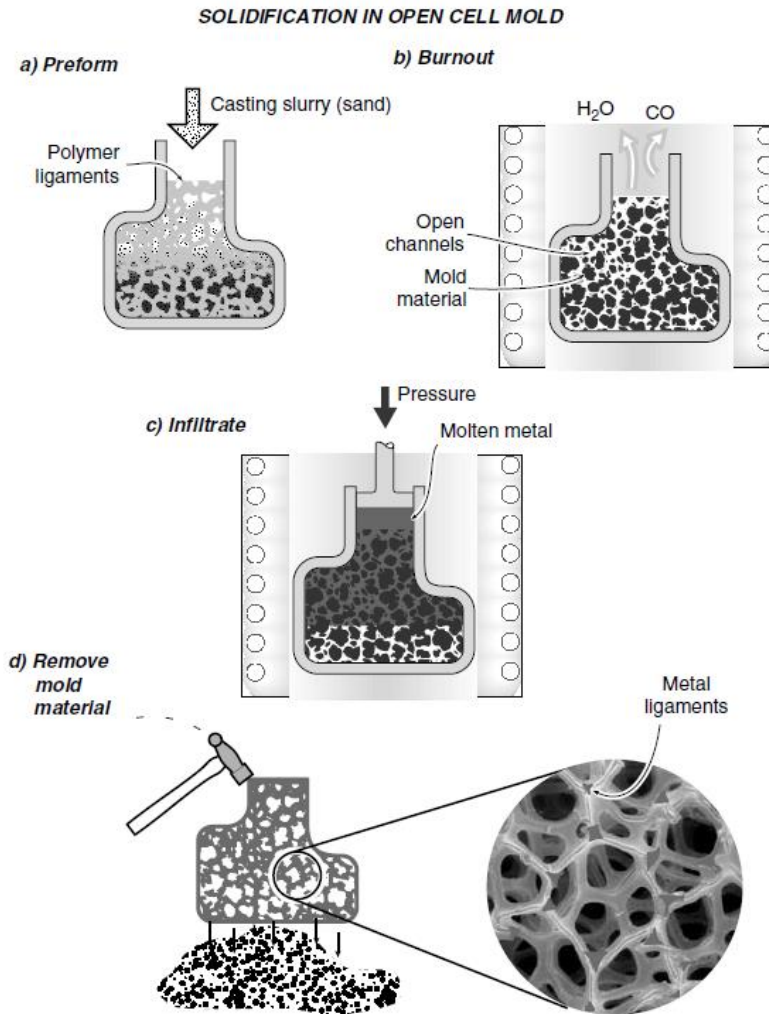
Το αφροποιητικό μέσο έρχεται σε επαφή με το υγρό μέταλλο και διασπάται. Με αυτό τον τρόπο αποδίδει την κατάλληλη ποσότητα αερίου, ώστε να σχηματιστούν πόροι. Με την βοήθεια της βάσης μπορεί να σχηματιστεί οποιοδήποτε σχήμα: ράβδοι, σωλήνες, φύλλα. Το βασικότερο πλεονέκτημα της δημιουργίας μεταλλικών αφρών με τη βοήθεια του ψεκασμού είναι η μεγάλη ποικιλία σχημάτων που μπορούν να δημιουργηθούν, ενώ το βασικότερο μειονέκτημα είναι η ανομοιογένεια του πορώδους που παρουσιάζεται. (Kelley P, Wong CR, 1993)

1.1.6.3 Παραγωγή μεταλλικών αφρών μέσω μεθόδων χύτευσης

Χύτευση με πολυμερικό πρότυπο

Η μέθοδος αυτή εφαρμόστηκε πρώτη φορά το 1968 από την εταιρία Energy Research and Generation (E.R.G.) στις Η.Π.Α. και φέρει την εμπορική ονομασία Duocel. Τα στάδια για την παραγωγή κυψελοειδών μετάλλου ανοικτής δομής είναι τα ακόλουθα (Gibson and Ashby, 2014):

- Στο πρώτο στάδιο, δημιουργείται αφρός από πολυμερές, καθώς και η μορφή που θα έχει το τελικό αποτέλεσμα.
- Στο δεύτερο στάδιο, χυτεύεται το υλικό πλήρωσης, δηλαδή ένα μίγμα από κεραμικά υλικά (ασβέστιο, μουλίτης γύψο, ασβέστιο, ρητίνη), στον κενό όγκο του αφρού.
- Κατά το τρίτο στάδιο, στερεοποιείται το κεραμικό μίγμα και πραγματοποιείται η καύση του πολυμερικού αφρού μέσω θέρμανσης σε υψηλή θερμοκρασία.
- Έπειτα, κατά το τέταρτο στάδιο, στον κενό χώρο που δημιουργείται μετά την καύση του πολυμερικού αφρού συμπληρώνεται από το μέταλλο με τη βοήθεια της χύτευσης.
- Το τελικό στάδιο εσωκλείει τη διεργασία, κατά την οποία το υλικό πλήρωσης απομακρύνεται είτε με τη βοήθεια νερού υπό πίεση είτε μηχανικά.

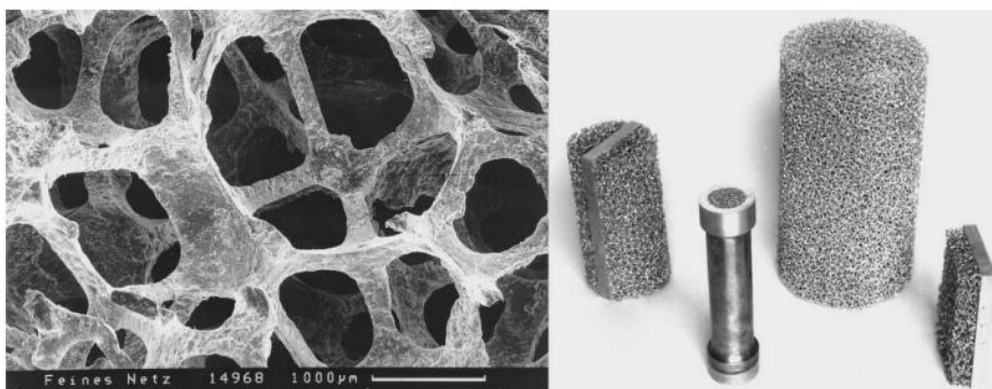


Σχήμα 1.1-18 Διαδικασία παραγωγής μεταλλικού αφρού με χύτευση σε πολυμερικό πρότυπο. (Gibson and Ashby, 2014)

Άξιο αναφοράς είναι ότι απαιτείται προσοχή τόσο στη διαδικασία χύτευσης του μετάλλου, αλλά και στη διαδικασία αφαίρεσης του υλικού πλήρωσης. Η χύτευση περιλαμβάνει τα εξής στάδια: την τήξη του μετάλλου σε συνθήκες υψηλής πίεσης με σκοπό την μείωση του ιξώδους, τη διαδικασία χύτευσης σε υψηλή πίεση, την αναρρόφηση του υγρού μετάλλου με τη βοήθεια αντλίας κενού και, τέλος, την ελεγχόμενη στερεοποίηση. Με αυτή την διαδικασία, εξασφαλίζεται η εισροή του υγρού μετάλλου σε όλο τον κενό χώρο που έχει δημιουργηθεί λόγω της απομάκρυνσης του πολυμερικού αφρού.

Το υλικό πλήρωσης αφαιρείται με τέτοια διαδικασία, ώστε να μειωθεί ο κίνδυνος της θραύσης ιδιαίτερα των λεπτών στελεχών του κυψελοειδούς μετάλλου και της καταστροφής της δομής του. Η σύσταση της δομής των αφρών είναι κυψελοειδής, χαρακτηριζόμενη από ομοιογένεια και στιβαρότητα.

Με τη συγκεκριμένη μέθοδο είναι εφικτή η κατασκευή πολύπλοκων μορφών με ανοικτή δομή. Η κατανομή των κυψελίδων είναι ομοιόμορφη. Αυτή η τεχνική, όμως, είναι αρκετά κοστοβόρα, ενώ παράλληλα δημιουργούνται παραπροϊόντα που επιβαρύνουν το περιβάλλον. Μειονέκτημα της μεθόδου είναι ο περιορισμός στο μέγεθος του τελικού προϊόντος. (Gibson and Ashby, 2014)

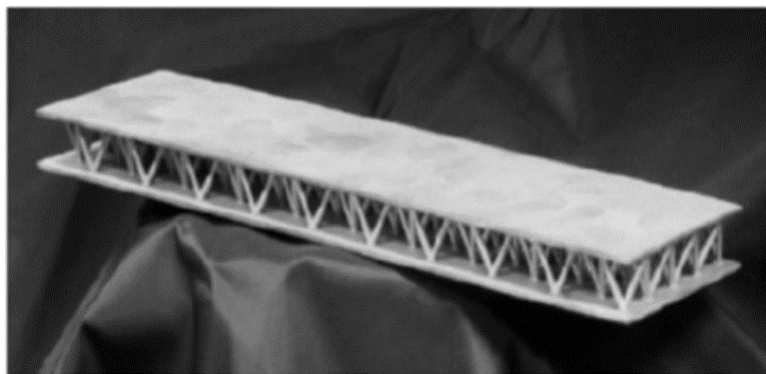


Σχήμα 1.1-19: Δημιουργία αντικειμένων με την διαδικασία χύτευσης με πολυμερικό πρότυπο. (Banhart, 2001)

Δημιουργία τρισδιάστατης δικτυωτής δομής

Η εταιρία Jamcorp (Jonathan Aerospace Materials Corporation) ήταν από τις πρώτες εταιρίες που κατασκεύασαν υλικά με δομή τρισδιάστατου πλέγματος, τα οποία ονομάζονται υλικά δικτυωτής δομής. Αποτελούνται από επανάληψη συμμετρικών μοτίβων στις δύο ή στις τρεις διαστάσεις, δομή η οποία ονομάζεται συντακτική ή περιοδική. Τα υλικά, τα οποία παρουσιάζουν μόνο στατιστική ομοιομορφία, ονομάζονται στοχαστικά. (Surace and De Filippis, 2010)

Το πρώτο βήμα της μεθόδου είναι η κατασκευή πολυμερικού προτύπου με δικτυωτή δομή. Ακολουθεί η χύτευση του μετάλλου, το οποίο παίρνει τη θέση του πολυμερικού αφρού, καθώς αυτός εξαερώνεται. Όταν το αρχικό πρότυπο έχει συμμετρική δομή, η χύτευση γίνεται πιο εύκολα και αποφεύγονται οι ατέλειες. Η διαδικασία μπορεί να γίνει με όλα τα χυτεύσιμα μέταλλα, αλλά προτιμώνται όσα έχουν ικανοποιητική ρευστότητα. Στο Σχήμα 1.1-20 παρουσιάζεται ένα τετραεδρικό πλέγμα με δικτυωτή δομή. Αρχικά, δημιουργήθηκε το πολυμερικό πρότυπο, το οποίο, στη συνέχεια αντικαταστάθηκε από κράμα χαλκού-βηρυλλίου. Το μήκος του τεμαχίου είναι 300 mm, ενώ η διάμετρος κάθε δοκίδας είναι 1,2 mm. (Surace and De Filippis, 2010)

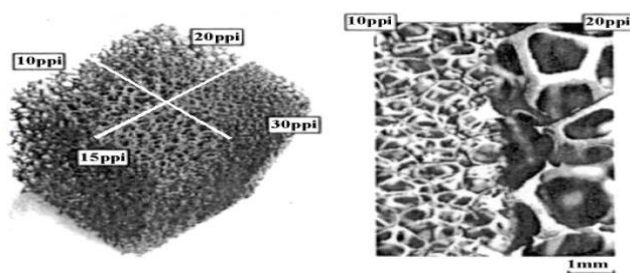


Σχήμα 1.1-20: Τετραεδρικό πλέγμα με δικτυακή δομή από χύτευση αντικατάστασης του πολυμερικού προτύπου με κράμα χαλκού-βηρυλλίου (Cu-Be2%). (Surace and De Filippis, 2010)

Η συγκεκριμένη μέθοδος έχει υψηλό κόστος, ενώ παράλληλα οδηγεί στη δημιουργία πολύ ανοικτής δομής. Είναι δύσκολη η κατασκευή σύνθετων γεωμετρικών μορφών, ενώ παρουσιάζουν και μειωμένη στιβαρότητα. Στα πλεονεκτήματά της, όμως, συγκαταλέγονται η δυνατότητα δημιουργίας συντακτικής δομής, καθώς και η δυνατότητα δημιουργίας πολυστρωματικών κατασκευών μέσω της σύνδεσης μεμονωμένων τεμαχίων. (Surace and De Filippis, 2010)

Χύτευση για την κατασκευή μεταλλικών σπόγγων μεταβλητού πορώδους

Η συγκεκριμένη διαδικασία είναι μια παραλλαγή της μεθόδου Duocel, η οποία βασίζεται κυρίως στη δημιουργία αναλώσιμων προτύπων από πολυμερικό αφρό, με διαφορετικό όμως πορώδες. Τα πρότυπα συνενώνονται με κερί ή ρητίνη και δημιουργείται ένα ενιαίο πρότυπο, το οποίο εμβαπτίζεται σε μίγμα κεραμικών και ακολούθως θερμαίνεται. Κατά τη θέρμανση, απομακρύνεται το κερί ή η ρητίνη, ενώ το κεραμικό περίβλημα στερεοποιείται. Έτσι, δημιουργείται η μήτρα χύτευσης για την κατασκευή του μεταλλικού σπόγγου. (Neikov, 2019)



Σχήμα 1.1-21: Παράδειγμα κυβικού σπόγγου με τέσσερα διαφορετικά μέρη πορώδους. (Banhart, 2001)

1.2 Συγκόλληση δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Welding-FSW)

1.2.1 Αρχή της μεθόδου

Η μέθοδος συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction stir welding, FSW) εφαρμόστηκε για πρώτη φορά το έτος 1991 στο Βρετανικό Ινστιτούτο Συγκολλήσεων (The Welding Institute, TWI) (Rhodes et al., 1997). Είναι μία μέθοδος συγκόλλησης στερεάς κατάστασης, όπου, μέσω τριβής στα προς συγκόλληση υλικά, παρέχεται επαρκής ποσότητα θερμότητας, ώστε να χάσουν τοπικά ποσοστό της σκληρότητάς τους και, κατά συνέπεια, να παραμορφωθούν πλαστικά, χωρίς όμως να φτάσουν το σημείο τήξης τους. (Mahoney et al., 1998; R.S. Mishra and Ma, 2005)

Η συγκόλληση με την μέθοδο FSW ξεκινά με την πάκτωση των προς συγκόλληση τεμαχίων σε σταθερή θέση. Στην συνέχεια, ένα ειδικά σχεδιασμένο, μη καταναλισκόμενο, περιστρεφόμενο εργαλείο προωθείται κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης. Το εργαλείο συγκόλλησης είναι συνήθως κυλινδρικό με μια προεξέχουσα κεφαλή στην άκρη του (πείρος - pin), η οποία μπορεί να έχει διάφορα προφίλ. Το εργαλείο αυτό περιστρέφεται με σταθερή ταχύτητα και ο πείρος συγκόλλησης διεισδύει με χαμηλή ταχύτητα στο σημείο ένωσης των δύο προς συγκόλληση τεμαχίων, μέχρις ότου το περιαυχένιο (shoulder) να εφάπτεται στην επιφάνειά τους. Τα προς συγκόλληση τεμάχια πρέπει να είναι καλά πακτωμένα με τέτοιο τρόπο που να αποτρέπεται η μετατόπισή τους κατά τη διαδικασία συγκόλλησης. Το περιαυχένιο του εργαλείου συγκόλλησης πρέπει να έρχεται σε άμεση επαφή με την προς συγκόλληση επιφάνεια για την παραγωγή της απαιτούμενης θερμότητας. Στη συνέχεια, το εργαλείο αρχίζει να προωθείται κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης. (R.S. Mishra and Ma, 2005)

Θερμότητα λόγω τριβής αναπτύσσεται ανάμεσα στο περιαυχένιο, τον πείρο του εργαλείου συγκόλλησης και τα προς συγκόλληση τεμάχια. Η θερμότητα που παράγεται λόγω τριβής, σε συνδυασμό με τη θερμότητα που δημιουργείται από την πλαστική παραμόρφωση του υλικού, πλαστικοποιεί τα προς συγκόλληση υλικά, χωρίς όμως να φτάσουν ποτέ τη θερμοκρασία τήξης τους, επιτρέποντας τη διέλευση του εργαλείου συγκόλλησης σε έναν άξονα πλαστικοποιημένου υλικού κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης. Επειδή παρατηρείται πλαστικοποίηση του υλικού λόγω θερμότητας που αντιστοιχεί σε θερμοκρασίες έως και το 80% του σημείου τήξης, χαρακτηρίζουμε τη

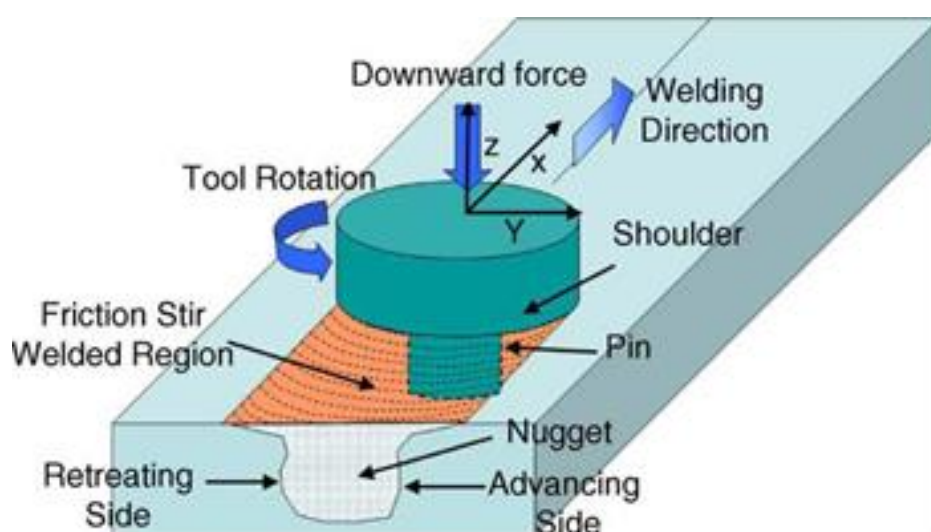
συγκόλληση με τριβή και ανάδευση ως μια συγκόλληση στερεάς κατάστασης. (Arbegast, 2008; Jin et al., 2003)

Καθώς το εργαλείο συγκόλλησης κινείται προς την κατεύθυνση της συγκόλλησης, υποβοηθούμενο από το ειδικό προφίλ του, επιβάλλει στο πλαστικοποιημένο υλικό να κινηθεί από το μπροστινό προς το πίσω μέρος του πείρου. Με αυτόν τον τρόπο, δημιουργούνται δύο διαφορετικές πλευρές στο συγκολλημένο υλικό: η προωθούμενη (advancing side) και η υποχωρούσα (retreating side) πλευρά. Η προωθούμενη πλευρά είναι εκείνη στην οποία η φορά της ταχύτητας συγκόλλησης ή πρόωσης (traverse speed, v) είναι ομόρροπη με την ταχύτητα περιστροφής (rotational speed, ω), ενώ η υποχωρούσα πλευρά είναι εκείνη στην οποία η φορά της ταχύτητας πρόωσης είναι αντίρροπη της ταχύτητας περιστροφής.

Με το περιστρεφόμενο, λοιπόν, εργαλείο της μηχανής, συντελούνται τρεις βασικές λειτουργίες:

- α) η τοπική θέρμανση του δοκιμίου
- β) η ανάδευση του υλικού των τεμαχίων που οδηγεί στη συγκόλλησή τους
- γ) η συγκράτηση του πλαστικοποιημένου υλικού στην περιοχή της συγκόλλησης, κάτω, ακριβώς από το περιανχένιο (Σχήμα 1.2-1).

Επιπλέον, το περιανχένιο, περιορίζει τη ροή του μετάλλου περίπου στο αρχικό επίπεδο της επιφάνειας της πλάκας.

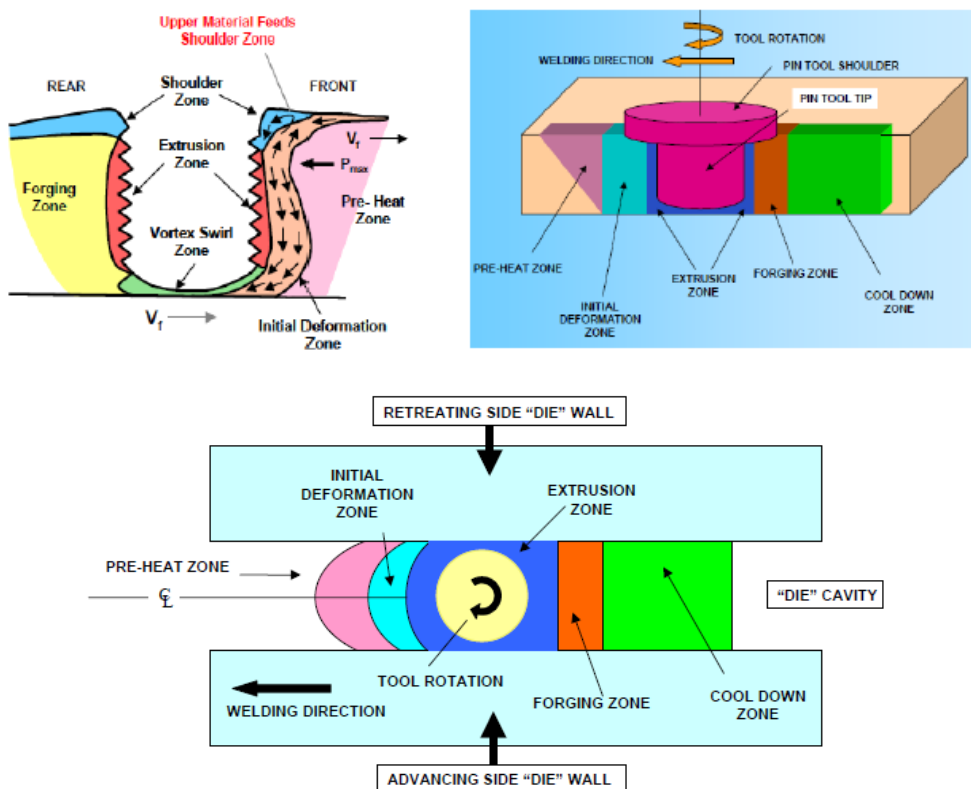


Σχήμα 1.2-1: Σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου FSW. (Mishra and Ma, 2005)

1.2.2 Η διαδικασία της συγκόλλησης μέσω ανάδευσης

Η διαδικασία συγκόλλησης με τη μέθοδο FSW μπορεί να περιγραφεί, σύμφωνα με την πρόταση του Arbegast (Arbegast, 2008), διακρίνοντας την κατεργασία στις εξής ζώνες (Εικόνα 1.1.2):

- α) ζώνη προθέρμανσης (preheat zone)
- β) ζώνη παραμόρφωσης (initial deformation zone)
- γ) ζώνη εξώθησης υλικού (extrusion zone)
- δ) ζώνη σφυρηλάτησης (forging zone)
- ε) ζώνη ψύξης (post cool zone)



Σχήμα 1.2-2: Ζώνες που δημιουργούνται κατά την κίνηση του εργαλείου στη μέθοδο FSW. (Jin et al., 2003)

Στη ζώνη προθέρμανσης, αναπτύσσονται θερμοκρασίες λόγω τριβής ανάμεσα στο εργαλείο και στο προς συγκόλληση υλικό και λόγω της παραμόρφωσης του υλικού. Η θερμότητα που αναπτύσσεται στην περιοχή αυτή καθορίζεται από τις ιδιότητες του υλικού και από την ταχύτητα (πρόωσης και περιστροφής) του εργαλείου. Καθώς το

εργαλείο κινείται κατά μήκος του υλικού, δημιουργείται μία ζώνη αρχικής παραμόρφωσης. Στη ζώνη αυτή το υλικό πιέζεται τόσο προς τα πάνω, στη ζώνη του περιαιχενίου (shoulder zone), όσο και προς τα κάτω στη ζώνη εξώθησης του υλικού. Ένα μέρος του υλικού παραμένει στη ζώνη στροβιλισμού κάτω από την κεφαλή. Στη ζώνη εξώθησης, το υλικό κινείται γύρω από τον πείρο από το μπροστινό προς το πίσω μέρος του. Μία κρίσιμη ισόθερμη σε κάθε πλευρά του εργαλείου ορίζει το πλάτος της ζώνης εξώθησης, όπου τα μεγέθη των τιμών τάσης και θερμοκρασίας είναι ανεπαρκή για να επιτρέψουν τη ροή υλικού. Οι περιοχές αυτές εκατέρωθεν της ζώνης εξώθησης αποτελούν τη Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (Thermo-mechanically affected zone, TMAZ).

Μετά τη ζώνη εξώθησης έπεται η ζώνη σφυρηλάτησης, στην οποία το υλικό από το μπροστινό μέρος του εργαλείου συμπιέζεται, υπό συνθήκες υδροστατικής πίεσης, στην κοιλότητα που προκύπτει από την μετατόπιση του πείρου, κατά την πρόωση του εργαλείου. Το περιαιχένιο του εργαλείου βοηθά στον περιορισμό του υλικού στην προαναφερθείσα κοιλότητα, καθώς επίσης και στην εφαρμογή μίας κάθετης δύναμης σφυρηλάτησης, ενώ παράλληλα υλικό από τη ζώνη του περιαιχενίου μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά προς την προωθούμενη. Πίσω από τη ζώνη σφυρηλάτησης βρίσκεται η ζώνη απόψυξης, όπου το υλικό ψύχεται υπό παθητικές ή εξαναγκασμένες συνθήκες ψύξης. (Arbegast, 2008; Dracup and Arbegast, 1999; Jin et al., 2003)

Παράμετροι της μεθόδου:

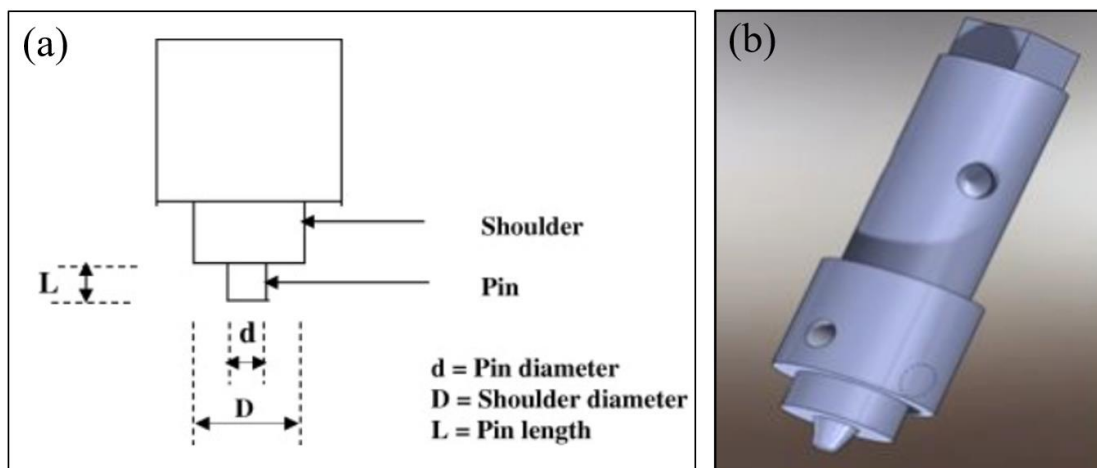
- α) Η γεωμετρία εργαλείου
- β) Οι συνθήκες κατεργασίας

Η γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου είναι ο σημαντικότερος παράγοντας επιρροής στην εξέλιξη της διαδικασίας FSW, διότι παίζει βασικό ρόλο στη ροή υλικού. Ένα εργαλείο FSP αποτελείται από ένα περιαιχένιο και έναν πείρο, όπως φαίνεται στο Σχήμα 1.2-3. Το εργαλείο FSW εκτελεί δύο βασικές λειτουργίες: (i) προσδίδει θερμότητα στο μέταλλο και (ii) βοηθά στη ροή υλικού (ανάδευση). Στα πρώτα στάδια της διαδικασίας, όπου ο πείρος εισχωρεί στο υλικό, η θερμότητα προκύπτει ως αποτέλεσμα της τριβής ανάμεσα στον πείρο και το προς κατεργασία υλικό. Επιπρόσθετα, κάποια ποσότητα

θερμότητας παράγεται λόγω πλαστικής παραμόρφωσης του υλικού. Ο πείρος εισχωρεί στο υλικό τόσο, ώστε το περιανχένιο να ακουμπήσει την επιφάνεια του προς κατεργασία υλικού. Η τριβή που αναπτύσσεται μεταξύ του υλικού και του περιανχενίου προσδίδει το μεγαλύτερο ποσοστό θερμότητας σε σύγκριση με τις παραπάνω περιπτώσεις. Ανάλογα με τη γεωμετρία του πείρου και του περιανχενίου, αναπτύσσονται διαφορετικά ποσά θερμότητας, γι' αυτό η γεωμετρία τους παίζει μεγάλο ρόλο. Το περιανχένιο, επίσης, αποτελεί έναν περιορισμό στον όγκο του υλικού που θερμαίνεται.

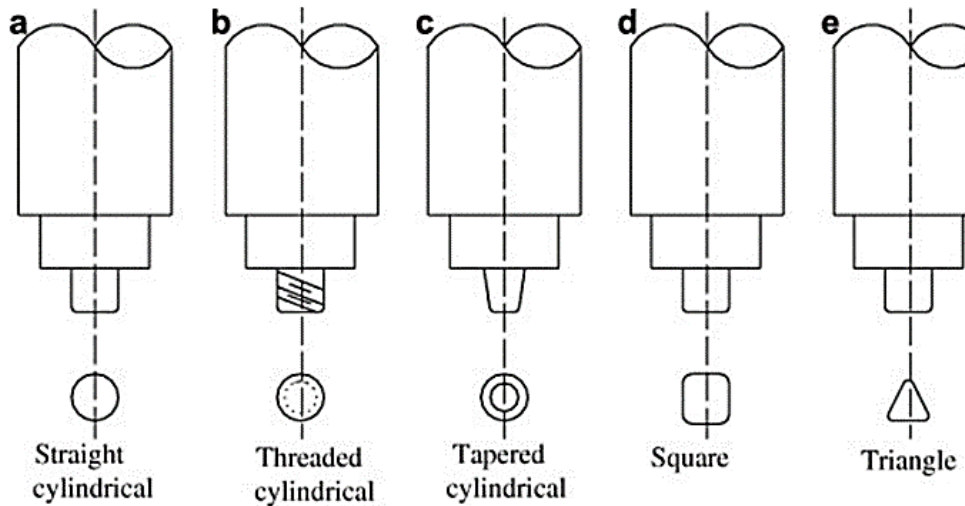
Εκτός από την πρόσδοση θερμότητας, η δεύτερη λειτουργία του εργαλείου είναι η ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Η ομοιομορφία της μικροδομής και οι ιδιότητές της, καθώς και τα φορτία που θα δεχθεί το υλικό κατά τη διάρκεια της διαδικασίας, επηρεάζονται από τη γεωμετρία του εργαλείου. Με την πάροδο του χρόνου και μέσα από την εμπειρία, η γεωμετρία του εργαλείου αναπτύχθηκε σε πολύπλοκες μορφές, ανάλογα με τις ιδιότητες των προς κατεργασία υλικών, ώστε να επιτρέπουν τη ροή υλικού, την ανάμιξη υλικού και τη μείωση των φορτίων που δέχονται εξωτερικά από το εργαλείο τα υλικά.



Σχήμα 1.2-3: (α) Διαστάσεις εργαλείου FSW και (β) Σχηματική αναπαράσταση αυτού. (Elangovan and Balasubramanian, 2008a)

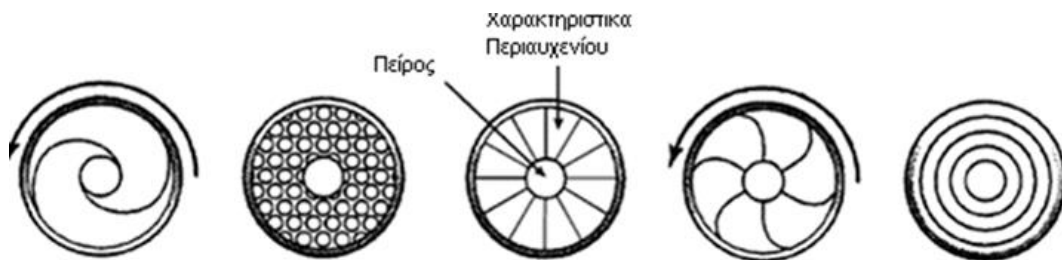
Στη γεωμετρία του εργαλείου σημαντικοί παράγοντες είναι ο σχεδιασμός αυλών (π.χ. αριθμός, βάθος, γωνία κώνου), η διάμετρος και η κωνικότητα του πείρου και το βήμα του σπειρώματος, αν υπάρχει, στον πείρο. Το σχήμα της κεφαλής του πείρου μπορεί εκτός από κυλινδρικό να έχει και άλλες μορφές. Στο Σχήμα 1.2-4 παρουσιάζονται κάποιες περιπτώσεις όπου η κεφαλή του πείρου μπορεί να είναι

κυλινδρική χωρίς σπείρωμα, κωνική, κυλινδρική με σπείρωμα, τετραγωνική, τριγωνική. (Elangovan and Balasubramanian, 2008a, 2008b)



Σχήμα 1.2-4: Συνήθεις μορφές πείρων του εργαλείου συγκόλλησης: κυλινδρικός, κώνος, κυλινδρικός με σπείρωμα, τετραγωνικός, τριγωνικός. (Elangovan and Balasubramanian, 2008a)

Εκτός από τη γεωμετρία του πείρου, σημαντικός παράγοντας είναι και η γεωμετρία του περιαιχηνίου. Η επιλογή κατάλληλου πείρου και περιαιχηνίου εξαρτάται από τις ιδιότητες των υλικών που πρόκειται να υποστούν κατεργασία. Στο Σχήμα 1.2-5 φαίνονται κάποιοι τύποι περιαιχηνίου, οι οποίοι βελτιώνουν την πρόσφυση του περιαιχηνίου του εργαλείου με τα προς συγκόλληση μέταλλα, εγκλωβίζοντας το αναδευόμενο υλικό λόγω της ανομοιόμορφης επιφάνειάς τους. (Elangovan et al., 2008; Mohanty et al., 2012)



Σχήμα 1.2-5: Διάφορες γεωμετρίες περιαιχηνίων.

1.2.3 Οι συνθήκες κατεργασίας

Για τη συγκεκριμένη μέθοδο, εκτός από τη γεωμετρία του εργαλείου, παίζει μεγάλο ρόλο η ταχύτητα περιστροφής του πείρου (ω , rpm), η φορά περιστροφής (δεξιόστροφα ή αριστερόστροφα) και η ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου (v , mm/min). Η περιστροφή του πείρου έχει ως αποτέλεσμα την ανάδευση και ανάμιξη του υλικού που βρίσκεται γύρω από τον περιστρεφόμενο πείρο, ενώ ταυτόχρονα το υλικό που αναμιγνύεται μεταφέρεται πίσω από τον πείρο, στην αντίθετη κατεύθυνση κίνησής του, κι έτσι έρχεται εις πέρας η διαδικασία της κατεργασίας. Υψηλότερες ταχύτητες εργαλείου οδηγούν στην αύξηση της θερμοκρασίας λόγω παραγωγής περισσότερης θερμότητας δια τριβής και έχουν ως αποτέλεσμα πιο έντονο βαθμό ανάδευσης και ανάμιξης του υλικού.

Άλλος ένας σημαντικός παράγοντας που επηρεάζει το αποτέλεσμα της κατεργασίας είναι η κλίση του πείρου σε σχέση με την επιφάνεια του δοκιμίου. Μια κατάλληλη κλίση του άξονα προς την πίσω κατεύθυνση εξασφαλίζει ότι το περιουχένιο του εργαλείου συγκρατεί το αναδευόμενο από τον πείρο υλικό και μεταφέρει το υλικό αποδοτικά από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου. (R.S. Mishra and Ma, 2005)

Το βάθος διείσδυσης του πείρου στο υλικό είναι μια επίσης σημαντική παράμετρος για την παραγωγή συγκολλήσεων χωρίς ατέλειες. Το βάθος διείσδυσης ορίζεται ως η απόσταση του χαμηλότερου σημείου του πείρου, από την επιφάνεια του υλικού. Όταν το βάθος διείσδυσης είναι πολύ μικρό, το περιουχένιο δε βρίσκεται σε επαφή με την επιφάνεια του τεμαχίου. Έτσι, το περιστρεφόμενο περιουχένιο δε μπορεί να συνεισφέρει στη διαδικασία ούτε θερμικά, ούτε κινητικά, αλλά ούτε και στον περιορισμό του υλικού στη ζώνη ανάδευσης. Το γεγονός αυτό έχει σαν αποτέλεσμα τη δημιουργία συγκολλήσεων με ατέλειες, όπως εσωτερικά ή επιφανειακά κενά. Όταν τώρα το βάθος διείσδυσης είναι πολύ μεγάλο, το περιουχένιο διεισδύει σε τέτοιο βαθμό εντός του τεμαχίου που παρατηρείται η δημιουργία γρεζιού (flash). Στην περίπτωση αυτή, παράγεται μια σημαντικά κοίλη συγκόλληση, γεγονός το οποίο οδηγεί στην εκλέπτυνση των συγκολλημένων τεμαχίων.

Κάποιες φορές χρειάζεται προθέρμανση ή ψύξη του υλικού, επειδή στις περιπτώσεις υλικού με υψηλό σημείο τήξης, όπως το τιτάνιο και ο χάλυβας, ή υλικού με υψηλή αγωγιμότητα, όπως ο χαλκός, η θερμότητα που παράγεται από την τριβή και ανάδευση του υλικού μπορεί να μην επαρκεί για να μαλακώσει το υλικό και να επέλθει η πλαστική του παραμόρφωση, οπότε με κάποιο τρόπο πρέπει να προσδοθεί περαιτέρω

θερμότητα. Στην περίπτωση υλικών με χαμηλότερο σημείο τήξης, όπως το αλουμίνιο και το μαγνήσιο, μπορεί να εφαρμοστεί ψύξη προκειμένου να μειωθεί η υπερβολική αύξηση των ανακρυσταλλωμένων κόκκων και η διάλυση των κατακρημνισμάτων που προσδίδουν σκληρότητα μέσα και γύρω από τη ζώνη ανάδευσης. (Çam and Mistikoglu, 2014; Mishra, R.S., Ma, 2014)

1.2.4 Μικροδομή

Όπως αναφέρθηκε, η μέθοδος FSW έχει ως αποτέλεσμα την πλαστική παραμόρφωση του υλικού γύρω από το περιστρεφόμενο εργαλείο και την παραγωγή θερμότητας δια τριβής από τη σχετική κίνηση εργαλείου - μετάλλων. Οι δύο παραπάνω παράγοντες συνεισφέρουν στην αύξηση της θερμοκρασίας στην περιοχή της κατεργασίας και γύρω από αυτή, που με τη σειρά της επηρεάζει τη μικροδομή των υλικών, δηλαδή το μέγεθος κόκκων, τη μορφολογία των ορίων των κόκκων, τη διάλυση των κατακρημνισμάτων και τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού στην περιοχή της κατεργασίας γενικότερα.

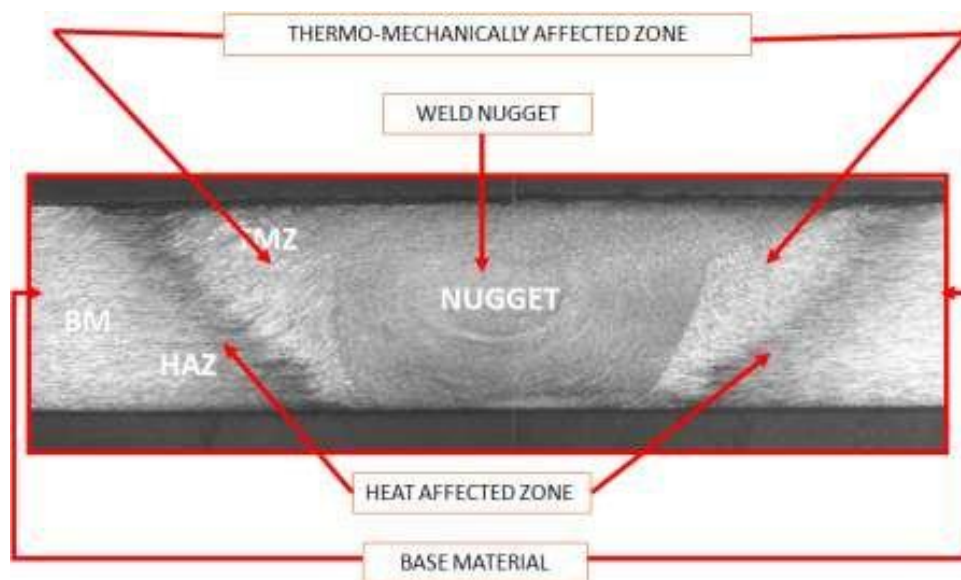
Η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση αποτελείται από 3 ζώνες με διαφορετικά χαρακτηριστικά μικροδομής (Mishra and Komarasamy, 2016; R.S. Mishra and Ma, 2005):

- *Η Ζώνη Ανάδευσης (Stirred Zone-Weld Nugget)*
- *Η Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (Thermo-mechanically Affected Zone – TMAZ)*
- *Η Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (Heat Affected Zone-HAZ)*

1.2.4.1 Ζώνη Ανάδευσης (Stirred Zone-Weld Nugget)

Η έντονη πλαστική παραμόρφωση και η θερμότητα δια τριβής έχουν ως αποτέλεσμα τη δημιουργία λεπτόκοκκης δομής στο εσωτερικό της ζώνης ανάδευσης. Η ζώνη αυτή συχνά αναφέρεται και ως «πυρήνας συγκόλλησης» ή «δυναμικά ανακρυσταλλωμένη ζώνη» (Dynamically Recrystallized Zone, DRZ). Ο πυρήνας συγκόλλησης έχει μέγιστο πλάτος στην άνω επιφάνειά του ίσο με τη διάμετρο του περιουχενίου και μέγιστο ύψος περίπου ίσο με το μήκος του πείρου. Όπως φαίνεται και στο Σχήμα 1.2-6, στον πυρήνα παρατηρείται σχηματισμός δακτυλίων. Οι Rhodes et al (Rhodes et al., 1997). και Liu et al. (Liu et al., 1997) υποστηρίζουν ότι στο εσωτερικό

των ανακρυσταλλωμένων κόκκων συνήθως υπάρχει μικρή συσσώρευση παραμορφώσεων. Από την άλλη, οι Jata et al. (Jata et al., 2000) υποστηρίζουν ότι στο εσωτερικό αυτών των κόκκων μπορεί να περικλείονται μικρότεροι κόκκοι και ότι υπάρχει συσσώρευση παραμορφώσεων.



Σχήμα 1.2-6: Απεικόνιση των ζωνών που δημιουργούνται κατά την FSW (“Characterization of innovative friction stir welding (FSW) joints for aeronautical structures.”).

Ο πυρήνας μπορεί να έχει διάφορους σχηματισμούς ανάλογα με τις παραμέτρους της διαδικασίας, τη γεωμετρία εργαλείου, τη θερμοκρασία και θερμική αγωγιμότητα των μετάλλων.

Οι δύο βασικοί τύποι είναι οι εξής (Σχήμα 1.2-7):

- α) «Πεπλατυσμένο σχήμα» (“Basin shape”), όταν διευρύνεται προς τα πάνω
- β) Ελλειπτικό σχήμα (R.S. Mishra and Ma, 2005).



Σχήμα 1.2-7: (a) Πυρήνας σχήματος «λεκάνης» (300rpm, 51mm/min) και (b) ελλειπτικός πυρήνας (900rpm, 203 mm/min) για το κράμα AA7075-T651.

Οι Sato et al. (Sato et al., 1999) παρατήρησαν το σχηματισμό τύπου «λεκάνης» για την περιοχή του πυρήνα σε πλάκες κράματος αλουμινίου AA6063-T5. Υποστήριξαν ότι ο σχηματισμός αυτός προκύπτει λόγω έκλυσης υπερβολικής θερμότητας δια τριβής και πλαστικής παραμόρφωσης που υφίσταται η επιφάνεια αυτή από τη σχετική κίνηση του εργαλείου.

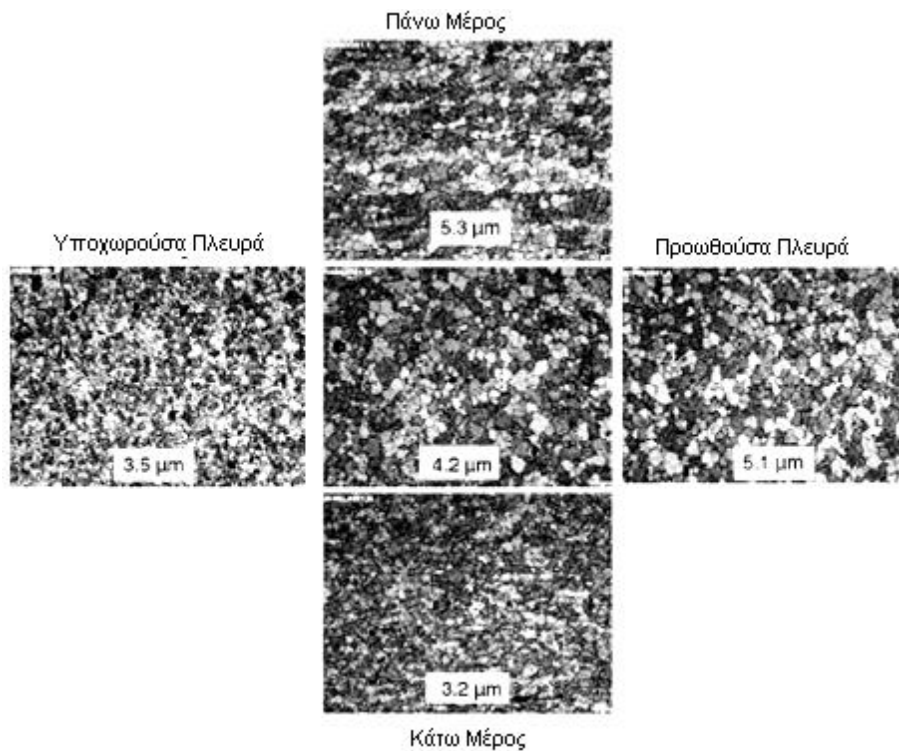
Από την άλλη πλευρά, οι Rhodes et al. (Rhodes et al., 1997) και Mahoney et al. (Mahoney et al., 1998) παρατήρησαν το σχηματισμό ελλειπτικής δομής πυρήνα στο κράμα αλουμινίου AA7075-T651. Σχετική έρευνα έδειξε ότι οι μικρές ταχύτητες περιστροφής πείρου 300-500 rpm έχουν ως αποτέλεσμα κυρίως σχηματισμό «λεκάνης» στον πυρήνα, ενώ ταχύτητες της τάξης των 700 rpm και άνω έχουν ως αποτέλεσμα το σχηματισμό ελλειπτικής δομής πυρήνα. Αυτό δείχνει πόσο σημαντικές είναι οι παράμετροι συγκόλλησης για τις ιδιότητες του υλικού.

Το μέγεθος των κόκκων εξαρτάται από τη γεωμετρία του εργαλείου, τη σύσταση των μετάλλων, την κάθετη πίεση, τη θερμική παροχή και τελικά από την ύπαρξη εξωτερικής πηγής ψύξης. Εξαιρετικά λεπτόκοκκη δομή επιτυγχάνεται μέσα από συγκεκριμένες διαδικασίες και παραμέτρους. Το μέγεθος των κόκκων τείνει να αυξηθεί στην κορυφή της επιφάνειας κατεργασίας, ενώ τείνει να μειωθεί στο κάτω μέρος στην περιοχή του πυρήνα. Αυτό οφείλεται στην κάθετη κατανομή της θερμοκρασίας στην περιοχή του πυρήνα.

Ενδεικτικά αναφέρεται, ότι οι Mahoney et al. (Mahoney et al., 1998) παρατήρησαν μία διαφοροποίηση στο μέγεθος των κόκκων από πάνω προς τα κάτω και από την προωθούσα προς την υποχωρούσα πλευρά.

Στο Σχήμα 1.2-8 παρατηρούνται οι διαφοροποιήσεις αυτές στη μικροδομή της περιοχής του πυρήνα σε κράμα αλουμινίου AA7050. Στο κάτω μέρος της περιοχής του πυρήνα ο μέσος όρος διαμέτρου των κόκκων είναι 3,2 μm, στην κορυφή 5,3 μm, στην υποχωρούσα πλευρά 3,5 μm και στην προωθούσα πλευρά 5,1 μm. (Rhodes et al., 1997)

Στη ζώνη ανάδευσης αναπτύσσονται θερμοκρασίες της τάξεως 400 – 550°C. Σε τέτοιες θερμοκρασίες είναι δυνατόν να διαλυθούν πλήρως τα κατακρημνίσματα στα κράματα αλουμινίου και να επανασχηματιστούν ή να σχηματιστούν κατακρημνίσματα διαφορετικής σύστασης σε πολύ μικρότερο ποσοστό. (Z.Y. Ma et al., 2003; Su et al., 2003)



Σχήμα 1.2-8: Μέγεθος κόκκων στον πυρήνα του κράματος AA7050.

Οι Sato et al. (Sato et al., 1999) παρατήρησαν ότι στο κράμα αλουμινίου AA6063-T5 δεν υπήρχαν κατακρημνίσματα στην περιοχή του πυρήνα, πράγμα που σημαίνει ολοκληρωτική διάλυσή τους στη μήτρα αλουμινίου. Το ίδιο παρατηρήθηκε και για τα κράματα αλουμινίου AA6013 – T4, AA6013 – T6 και AA7075 – T7451. Κατά συνέπεια, στον πυρήνα συνολικά μπορεί να συμβαίνει είτε διάλυση των κατακρημνισμάτων είτε διάλυση και ανασχηματισμός αυτών, προσδίδοντας μειωμένη σκληρότητα στα υλικά στη ζώνη αυτή. (Jata et al., 2000)

1.2.4.2 Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (Thermo-mechanically Affected Zone – TMAZ)

Ανάμεσα στον πυρήνα συγκόλλησης και τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη οριοθετείται η Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (Thermo-mechanically affected zone, TMAZ). Στην περιοχή αυτή, το υλικό επηρεάζεται από τη θερμότητα που αναπτύσσεται στη ζώνη ανάδευσης, αλλά και από την παραμόρφωση του και η δομή της χαρακτηρίζεται από μεγάλο βαθμό παραμόρφωσης. Οι κόκκοι του μετάλλου επιμηκύνονται, δηλαδή παραμορφώνονται, ακολουθώντας τη ροή υλικού του πυρήνα. Παρόλο όμως που και σε αυτήν την περιοχή συμβαίνει παραμόρφωση, δεν συμβαίνει

πάντοτε ανακρυστάλλωση των κόκκων λόγω ελλιπούς τάσης παραμόρφωσης. Ωστόσο παρατηρείται διάλυση ενός μικρού ποσοστού κατακρημνισμάτων, λόγω της έκθεσης της περιοχής στην υψηλή θερμοκρασία που αναπτύσσεται στη ζώνη ανάδευσης. (Mishra, R.S., Ma, 2014; R.S. Mishra and Ma, 2005)

1.2.4.3 Η Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (HAZ)

Η Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (Heat-affected zone – HAZ) βρίσκεται μετά από τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ). Στην περιοχή αυτή λαμβάνουν χώρα θερμοκοί κύκλοι, οι οποίοι δεν οδηγούν τελικά σε πλαστική παραμόρφωση. Η ζώνη αυτή εκτίθεται συνήθως σε θερμοκρασίες λίγο πάνω από τους 250°C για τα κράματα αλουμινίου θερμικής επεξεργασίας. Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη παρουσιάζει την ίδια δομή κόκκων με το βασικό μέταλλο, με τη διαφορά ότι, λόγω αυξημένης θερμοκρασίας που δέχεται η περιοχή σε σχέση με το υπόλοιπο μέταλλο, επηρεάζεται η δομή των κατακρημνισμάτων. (Mishra, R.S., Ma, 2014; R.S. Mishra and Ma, 2005)

1.2.5 Ροή υλικού

Η ροή του υλικού κατά την πραγματοποίηση της συγκόλλησης είναι μια αρκετά σύνθετη διαδικασία που εξαρτάται από τη γεωμετρία του εργαλείου συγκόλλησης, από τις λειτουργικές παραμέτρους και από το υπό συγκόλληση υλικό. Η κατανόηση των χαρακτηριστικών της ροής υλικού διαδραματίζει έναν πολύ σημαντικό ρόλο, τόσο στο βέλτιστο σχεδιασμό των εργαλείων συγκόλλησης, όσο και στην πραγματοποίηση συγκολλήσεων υψηλής ποιότητας. Το γεγονός αυτό έχει οδηγήσει σε αρκετές έρευνες για τη ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW. Επιπρόσθετα, έχουν αναπτυχθεί και κάποιες υπολογιστικές μέθοδοι για τη μοντελοποίησή της. (R.S. Mishra and Ma, 2005)

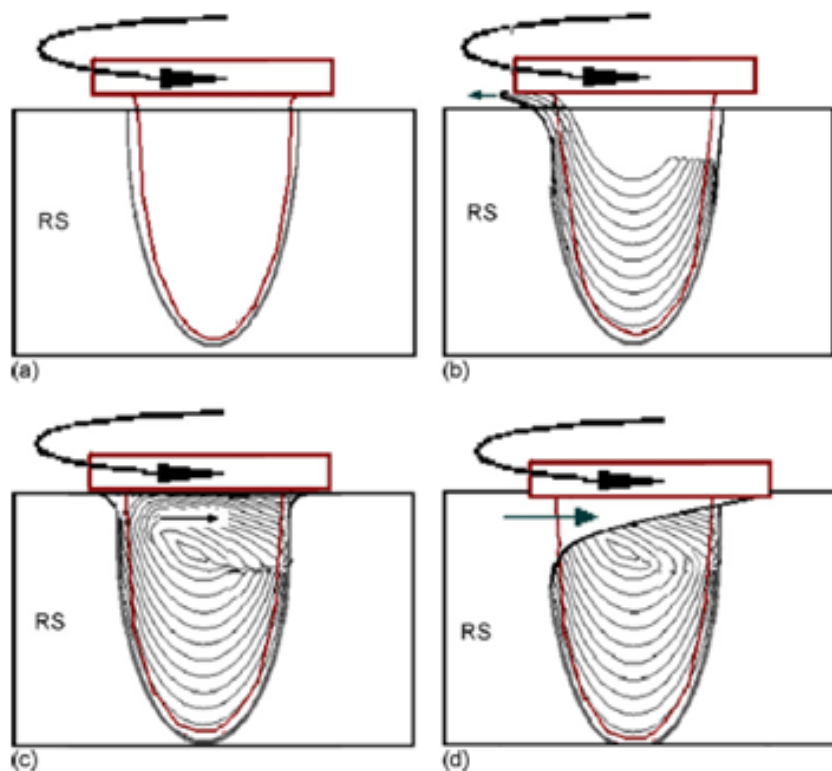
Από τις προαναφερθείσες έρευνες διακρίνονται στη βιβλιογραφία αυτές των Xu et al. (Xu and Deng, 2008), Lorrain et al. (Lorrain et al., 2010) και Kumar et al. (Beri et al., 2008). Οι τρεις αυτές ομάδες ερευνητών πρότειναν και εξέτασαν πειραματικά την ανάλυση της ροής του υλικού κατά την FSW. Οι αναλύσεις τους ταυτίζονται απόλυτα, παρά το γεγονός ότι κάθε ερευνητική ομάδα χρησιμοποίησε διαφορετικές παραμέτρους κατά την FSW, επιτρέποντας έτσι τη γενίκευση των αποτελεσμάτων τους

και τη θεμελίωση μιας γενικευμένης θεώρησης της ροής κατά την FSW. Η θεώρηση αυτή διατυπώνεται ως εξής:

Κατά την FSW υφίστανται δύο διαφορετικά είδη ροής υλικού, τα οποία διακρίνονται σε (α) ροή η οποία υποκινείται από το περιουχένιο (shoulder-driven flow) και (β) ροή η οποία υποκινείται από τον πείρο (pin-driven flow). Κάθε είδος ροής λαμβάνει χώρα σε μια διακριτή περιοχή, στην οποία υπερισχύει η επιρροή του περιουχενίου και του πείρου, αντίστοιχα. Η μεταφορά του υλικού στην περίπτωση της ροής που υποκινείται από το περιουχένιο γίνεται κατ' όγκο (by bulk), ενώ στην περίπτωση της ροής που υποκινείται από τον πείρο γίνεται κατά στρώματα (layer by layer). Καθώς το εργαλείο προωθείται, υλικό από το πρόσθιο άκρο γεμίζει το κενό που δημιουργείται εξαιτίας της κίνησης του εργαλείου και σχηματίζει μια σειρά επιστοιβαγμένων στρωμάτων στην κατεύθυνση της συγκόλλησης. Η εισροή του υλικού στην παραπάνω περίπτωση γίνεται μεν από την υποχωρούσα πλευρά προς την προωθούμενη, όμως η πλήρωση του κενού χώρου γίνεται αντίστροφα, καταλήγοντας έτσι σε μια τελικά παρατηρούμενη ροή υλικού στην περιοχή επιρροής του πείρου από την προωθούμενη πλευρά προς την υποχωρούσα. Η ροή αυτή παρουσιάζει μια άνοδο στο άκρο της υποχωρούσας πλευράς στο οποίο καταλήγει. Η ανοδική αυτή ροή “ανακλάται” από την επιφάνεια του περιουχενίου λαμβάνοντας πλέον μία καθοδική φορά. Το υλικό, ευρισκόμενο πλέον στην περιοχή επιρροής του περιουχενίου, ως αναμένεται μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά προς την προωθούμενη, φορά την οποία έχει το εργαλείο κατά την περιστροφή του στο πίσω άκρο του. Στο σημείο αυτό της προωθούμενη πλευράς λαμβάνει χώρα συνένωση του υποκινούμενου από το περιουχένιο υλικού με το αντίστοιχα υποκινούμενο από τον πείρο. (Mishra and Mahoney, 2007)

Η ροή του υλικού στην FSW συνοψίζεται σχηματικά στο Σχήμα 1.2-9. Στη σχηματική αυτή αναπαράσταση μεταβάλλεται το βάθος διείσδυσης του εργαλείου στο υλικό, ώστε να αναδειχθεί η επιρροή του κάθε τμήματος του εργαλείου στη ροή. Έτσι, στο Σχήμα 1.2-9(b), για την περίπτωση που δεν υπάρχει επαφή του περιουχενίου με την επιφάνεια του υλικού, η ροή επηρεάζεται μόνο από τον πείρο, εμφανίζοντας τα φαινόμενα ροής που αναφέραμε παραπάνω. Μία επιπλέον πληροφορία που προκύπτει από το προαναφερθέν σχήμα είναι η διαφυγή υλικού από την υποχωρούσα πλευρά. Η περίπτωση αυτή οδηγεί στη δημιουργία ατέλειας, η οποία χαρακτηρίζεται με τον όρο flash (γρέζι). Η περίπτωση του Σχήματος 1.2-9(c), για επαφή του περιουχενίου στην

επιφάνεια του υλικού, αντιστοιχεί σε αυτήν που περιγράψαμε κατά τη διατύπωση της ροής παραπάνω. Τέλος, η περίπτωση του Σχήματος 1.2-9(d) αποτελεί άλλη μια ακραία περίπτωση, στην οποία έχουμε διείσδυση του περιαιχενίου εντός του υλικού. Στην περίπτωση αυτή, παρατηρείται επιπρόσθετα αυτής του Σχήματος 1.2-9(c) η εισαγωγή μητρικού υλικού από την υποχωρούσα πλευρά στην ζώνη ανάδευσης και μεταφορά του προς την προωθούμενη. Το φαινόμενο αυτό λαμβάνει χώρα εξαιτίας της αύξησης της αλληλεπίδρασης του περιαιχενίου με το μητρικό υλικό κατά τη διείσδυσή του βαθύτερα του επιπέδου της επιφάνειας, ενισχύοντας έτσι τη ροή υλικού που επηρεάζεται από αυτό. (R. S. Mishra and Ma, 2005)



Σχήμα 1.2-9: Σχηματική αναπαράσταση της ροής υλικού στην FSW, σε εγκάρσια τομή της συγκόλλησης, για διαφορετικές συνθήκες αλληλεπίδρασης του περιαιχενίου. (a) Σχηματισμός της κοιλότητας συγκόλλησης, (b) Περίπτωση της κατά στρώματα ροής η οποία υποκινείται από τον πείρο, (c) Συνένωση του υποκινούμενου από το περιαιχένιο υλικού με το αντίστοιχα υποκινούμενο από τον πείρο, (d) Είσοδος μητρικού υλικού στη ζώνη ανάδευσης.

1.3 Κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Process, FSP)

Η κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης εξελίχθηκε από τους Mishra et al . (R.S. Mishra and Ma, 2005; Mishra and Mahoney, 2007) ως ένα γενικό εργαλείο για τροποποίηση της μικροδομής των υλικών και η αρχή της βασίζεται στη λειτουργία της συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης (FSW).

Η τεχνική FSP χρησιμοποιείται για επιφανειακές κατεργασίες, όπως π.χ. στη δημιουργία σύνθετων υλικών. Για παράδειγμα, η δημιουργία επικαλύψεων στην επιφάνεια αλουμινίου ή η ενίσχυση της ραφής συγκόλλησης με μεταλλική ή κεραμική πούδρα. Λόγω των χαμηλών, σε σχέση με τις συμβατικές μεθόδους, θερμοκρασιών που αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια των κατεργασιών αυτών, οι μηχανικές ιδιότητες των υλικών αναμένεται να παραμείνουν σχετικά αμετάβλητες. Τέλος, τα θερμοδυναμικά και ρεολογικά φαινόμενα, καθώς και οι χημικές αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα στην επιφάνεια του μετάλλου, αλλά και σε βάθος που καθορίζεται από την κεφαλή του εργαλείου, οδηγούν σε κραμάτωση.

Με τη διαδικασία δια τριβής με ανάδευση πετυχαίνουμε (Ma et al., 2005; Mishra and Mahoney, 2007):

- Χαμηλά ποσά παραγόμενης θερμότητας
- Εκτεταμένη πλαστική ροή του υλικού
- Εξαιρετικά λεπτόκοκκη μικροδομή στη ζώνη ανάδευσης
- Απομάκρυνση ατελειών και μείωση του πορώδους
- Τυχαίο προσανατολισμό των κόκκων στη ζώνη ανάδευσης
- Μηχανική ανάμειξη της επιφάνειας και του υποστρώματος

Στο επόμενο κεφάλαιο (Κεφαλαίο 2.1) ακολουθεί βιβλιογραφική ανασκόπηση ανάπτυξης σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας με χρήση της μεθόδου FSP.

1.4 Βιβλιογραφία κεφαλαίου

- Arbegast, W.J., 2008. A flow-partitioned deformation zone model for defect formation during friction stir welding. *Scr. Mater.* 58, 372–376. <https://doi.org/10.1016/J.SCRIPTAMAT.2007.10.031>
- Ashby, M.F., 2000. *Metal foams : a design guide*. Butterworth-Heinemann.
- Ashby, M.F., 1983. MECHANICAL PROPERTIES OF CELLULAR SOLIDS. *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.* 14 A, 1755–1769. <https://doi.org/10.1007/BF02645546>
- Banhart, J., 2013a. Light-metal foams - History of innovation and technological challenges. *Adv. Eng. Mater.* 15, 82–111. <https://doi.org/10.1002/adem.201200217>
- Banhart, J., 2013b. Light-metal foams - History of innovation and technological challenges. *Adv. Eng. Mater.* <https://doi.org/10.1002/adem.201200217>
- Banhart, J., 2006. Metal foams: Production and stability. *Adv. Eng. Mater.* <https://doi.org/10.1002/adem.200600071>
- Banhart, J., 2005. Aluminium foams for lighter vehicles. *Int. J. Veh. Des.* 37, 114–125. <https://doi.org/10.1504/IJVD.2005.006640>
- Banhart, J., 2001. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Prog. Mater. Sci.* 46, 559–632. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(00\)00002-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00002-5)
- Banhart, J., Seeliger, H.W., 2008. Aluminium foam sandwich panels: Manufacture, metallurgy and applications. *Adv. Eng. Mater.* 10, 793–802. <https://doi.org/10.1002/adem.200800091>
- Beri, N., Maheshwari, S., Sharma, C., Kumar, A., 2008. Performance Evaluation of Powder Metallurgy Electrode in Electrical Discharge Machining of AISI D2 Steel Using Taguchi Method. *Int. J. Mech. Aerospace, Ind. Mechatron. Manuf. Eng.* 2, 225–229.
- Çam, G., Mistikoglu, S., 2014. Recent developments in friction stir welding of Al-Alloys. *J. Mater. Eng. Perform.* 23, 1936–1953. <https://doi.org/10.1007/s11665-014-0968-x>
- Degischer, H.-P., Kriszt, B., 2002. *Handbook of cellular metals : production, processing, applications*. Wiley-InterScience.
- Dracup, B.J., Arbogast, W.J., 1999. Friction Stir Welding as a Rivet Replacement Technology. <https://doi.org/10.4271/1999-01-3432>
- Duarte, I., Ferreira, J.M.F., 2016a. Composite and nanocomposite metal foams, *Materials*. <https://doi.org/10.3390/ma9020079>
- Duarte, I., Ferreira, J.M.F., 2016b. Composite and nanocomposite metal foams, *Materials*. <https://doi.org/10.3390/ma9020079>
- Duarte, I., Ventura, E., Olhero, S., Ferreira, J.M.F., 2016. A new class of closed-cell

- aluminium foams reinforced with carbon nanotubes. *Cienc. e Tecnol. dos Mater.* 28, 5–8. <https://doi.org/10.1016/j.ctmat.2016.06.003>
- Elangovan, K., Balasubramanian, V., 2008a. Influences of tool pin profile and tool shoulder diameter on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy. *Mater. Des.* 29, 362–373. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2007.01.030>
- Elangovan, K., Balasubramanian, V., 2008b. Influences of tool pin profile and welding speed on the formation of friction stir processing zone in AA2219 aluminium alloy. *J. Mater. Process. Technol.* 200, 163–175. <https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2007.09.019>
- Elangovan, K., Balasubramanian, V., Valliappan, M., 2008. Influences of tool pin profile and axial force on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 38, 285–295. <https://doi.org/10.1007/s00170-007-1100-2>
- Garcia-Avila, M., Rabiei, A., 2015. Effect of Sphere Properties on Microstructure and Mechanical Performance of Cast Composite Metal Foams. *Metals (Basel)*. 5, 822–835. <https://doi.org/10.3390/met5020822>
- García-Moreno, F., 2016. Commercial applications of metal foams: Their properties and production. *Materials (Basel)*. 9, 20–24. <https://doi.org/10.3390/ma9020085>
- Gergely, V., Clyne, B., 2000. The FORMGRIP process: Foaming of reinforced metals by gas release in precursors. *Adv. Eng. Mater.* 2, 175–178. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1527-2648\(200004\)2:4<175::AID-ADEM175>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)1527-2648(200004)2:4<175::AID-ADEM175>3.0.CO;2-W)
- Gibson, L.J., Ashby, M.F., 2014. Cellular solids: Structure and properties, second edition, *Cellular Solids: Structure and Properties, Second Edition*. Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/CBO9781139878326>
- Goods, S.H., Neuschwanger, C.L., Whinnery, L.L., 1998. Mechanical properties of a structural polyurethane foam and the effect of particulate loading, *Materials Research Society Symposium - Proceedings*. <https://doi.org/10.2172/650182>
- Hangai, Y., Kubota, N., Utsunomiya, T., Kawashima, H., Kuwazuru, O., Yoshikawa, N., 2015. Drop weight impact behavior of functionally graded aluminum foam consisting of A1050 and A6061 aluminum alloys. *Mater. Sci. Eng. A* 639, 597–603. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.007>
- Jata, K. V., Sankaran, K.K., Ruschau, J.J., 2000. Friction-stir welding effects on microstructure and fatigue of aluminum alloy 7050-T7451. *Metall. Mater. Trans. A* 31, 2181–2192. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0136-9>
- Jin, Z. (Zhe), Minerals, M. and M.S.M. (2003 : S.D., Minerals, M. and M.S.S. and F.C., 2003. Hot deformation of aluminum alloys III : 2003 TMS Annual Meeting, San Diego, California, March 2-6, 2003. TMS.
- Kammer, C., 1999. Aluminium foam.

- Kelley P, Wong CR, M.A., 1993. No Title. *Int J Powder Metall.* 29:161.
- Kennedy, A., 2012. Porous Metals and Metal Foams Made from Powders. *Powder Metall.* <https://doi.org/10.5772/33060>
- Laughlin, D.E., Hono, K., 2014. *Physical Metallurgy: Fifth Edition*, Physical Metallurgy: Fifth Edition. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/C2010-0-65716-6>
- Lázaro, J., Solórzano, E., De Saja, J.A., Rodríguez-Pérez, M.A., 2013. Early anisotropic expansion of aluminium foam precursors. *J. Mater. Sci.* 48, 5036–5046. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7291-z>
- Liu, G., Murr, L.E., Niou, C.-S., McClure, J.C., Vega, F.R., 1997. Microstructural aspects of the friction-stir welding of 6061-T6 aluminum. *Scr. Mater.* 37, 355–361. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(97\)00093-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(97)00093-6)
- Lorrain, O., Favier, V., Zahrouni, H., Lawrjaniec, D., 2010. Understanding the material flow path of friction stir welding process using unthreaded tools. *J. Mater. Process. Technol.* 210, 603–609. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.11.005>
- Ma, Z.Y., Mishra, R.S., Mahoney, M.W., Grimes, R., 2005. Effect of friction stir processing on the kinetics of superplastic deformation in an Al-Mg-Zr alloy. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 36, 1447–1458. <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0237-6>
- Ma, Z.Y., Sharma, S.R., Mishra, R.S., Mahoney, M.W., 2003. Microstructural Modification of Cast Aluminum Alloys via Friction Stir Processing. *Mater. Sci. Forum* 426–432, 2891–2896. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.426-432.2891>
- Mahoney, M.W., Rhodes, C.G., Flintoff, J.G., Spurling, R.A., Bingel, W.H., 1998. Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 29, 1955–1964. <https://doi.org/10.1007/s11661-998-0021-5>
- Mishra, R.S., Ma, Z.Y., 2014. Friction Stir Welding and Processing II Article in *Materials Science and Engineering R Reports*. *Mater. Sci. Eng. R* 50, 1–78. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001>
- Mishra, R.S., Komarasamy, M., 2016. Friction Stir Welding of High Strength 7XXX Aluminum Alloys, Friction Stir Welding of High Strength 7XXX Aluminum Alloys. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/C2014-0-01708-X>
- Mishra, R.S., Ma, Z.Y., 2005. Friction stir welding and processing. *Mater. Sci. Eng. R Reports* 50, 1–78. <https://doi.org/10.1016/J.MSER.2005.07.001>
- Mishra, R. S., Ma, Z.Y., 2005. Friction stir welding and processing. *Mater. Sci. Eng. R Reports*. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001>
- Mishra, R.S., Mahoney, M.W., 2007. Friction stir welding and processing. ASM International.
- Mohanty, H.K., Mahapatra, M.M., Kumar, P., Biswas, P., Mandal, N.R., 2012. Effect of tool shoulder and pin probe profiles on friction stirred aluminum welds — a

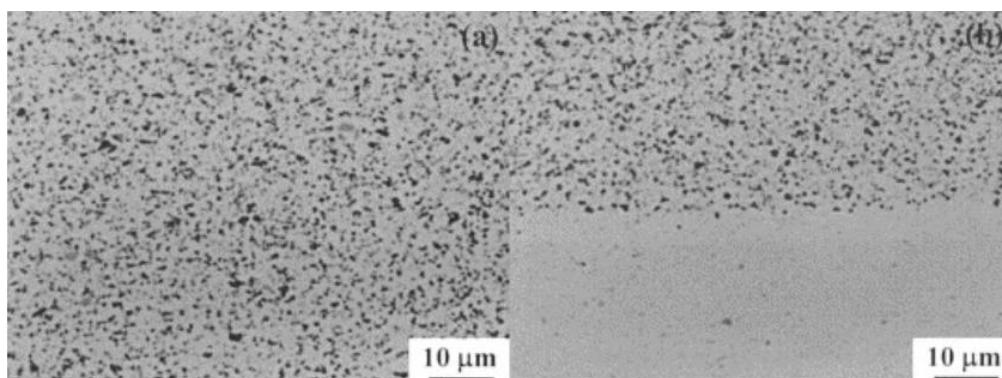
- comparative study. *J. Mar. Sci. Appl.* 11, 200–207. <https://doi.org/10.1007/s11804-012-1123-4>
- Neikov, O.D., 2019. Porous Powders and Metallic Foams, in: *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*. Elsevier, pp. 323–349. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100543-9.00011-7>
- Papadopoulos, D.P., Omar, H., Stergioudi, F., Tsiapas, S.A., Michailidis, N., 2011. The use of dolomite as foaming agent and its effect on the microstructure of aluminium metal foams-Comparison to titanium hydride. *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.* 382, 118–123. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2010.12.005>
- Rhodes, C.G., Mahoney, M.W., Bingel, W.H., Spurling, R.A., Bampton, C.C., 1997. Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum. *Scr. Mater.* 36, 69–75. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(96\)00344-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(96)00344-2)
- Rohatgi, P.K., Kim, J.K., Gupta, N., Alaraj, S., Daoud, A., 2006. Compressive characteristics of A356/fly ash cenosphere composites synthesized by pressure infiltration technique. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 37, 430–437. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.05.047>
- Russell Goodall, A.M., 2014. Porous Metals, in: *Physical Metallurgy (Fifth Edition)*. pp. 2399–2595.
- Sato, Y.S., Kokawa, H., Enomoto, M., Jogan, S., 1999. Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 30, 2429–2437. <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0251-1>
- Shapovalov, V.I., Withers, J.C., 2008. Hydrogen technology for porous metals (Gasars) production, in: *NATO Science for Peace and Security Series C: Environmental Security*. Springer Verlag, pp. 29–51. https://doi.org/10.1007/978-1-4020-8898-8_4
- Stergioudi F., 2011. Production of porous materials and evaluation of their properties. A.U.TH. Thessaloniki.
- Su, J.Q., Nelson, T.W., Mishra, R., Mahoney, M., 2003. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium. *Acta Mater.* 51, 713–729. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00449-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00449-4)
- Surace, R., De Filippis, L.A.C., 2010. Investigation and Comparison of Aluminium Foams Manufactured by Different Techniques, in: *Advanced Knowledge Application in Practice*. Sciyo. <https://doi.org/10.5772/10353>
- Xu, S., Deng, X., 2008. A study of texture patterns in friction stir welds. *Acta Mater.* 56, 1326–1341. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2007.11.016>

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: Βιβλιογραφική ανασκόπηση - Καθορισμός σκοπού & αντικειμένου διατριβής

2.1 Βιβλιογραφική ανασκόπηση ανάπτυξης σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας με χρήση της μεθόδου FSP

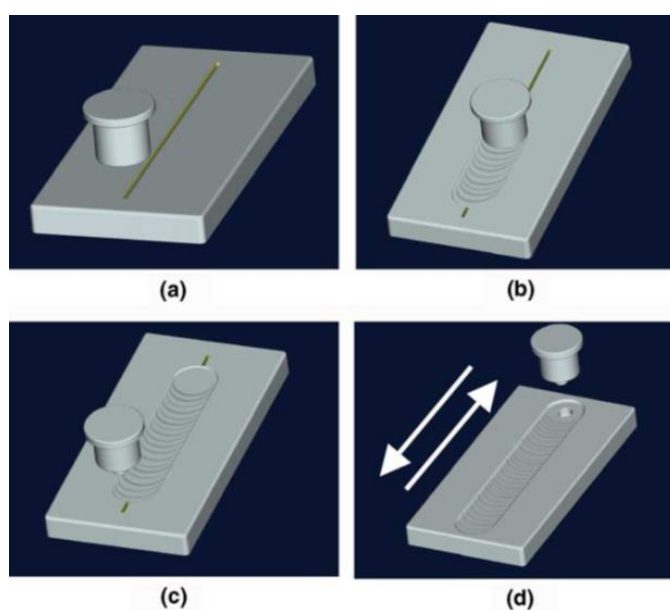
Η εφαρμογή της μεθόδου FSP για την παρασκευή σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας (MMCs) είναι ένα ερευνητικό αντικείμενο το οποίο απασχολεί ιδιαίτερα την επιστημονική κοινότητα τις τελευταίες δύο δεκαετίες και έχει αποτελέσει το αντικείμενο πολλών δημοσιευμένων ερευνητικών μελετών. Στο κεφάλαιο που ακολουθεί πραγματοποιείται μια βιβλιογραφική ανασκόπηση κατά χρονολογική σειρά σημαντικών δημοσιεύσεων στο συγκεκριμένο ερευνητικό αντικείμενο.

Η πρώτη απόπειρα κατασκευής επιφανειακού συνθέτου υλικού μεταλλικής μήτρας με χρήση του FSP πραγματοποιήθηκε το 2004 από τους Mishra et al. (Mishra et al., 2003). Για την κατασκευή του επιφανειακού συνθέτου χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμίνιου AA5083, στις οποίες τοποθετήθηκαν επιφανειακά κόνεις SiC που είχαν αναμιχθεί με μικρή ποσότητα αιθανόλης. Στο στάδιο του FSP χρησιμοποιήθηκε εργαλείο με πείρο μήκους 1 mm, το οποίο περιστρεφόταν με ταχύτητα 300 rpm. Το αποτέλεσμα, μετά από βελτιστοποίηση των παραμέτρων, ήταν η δημιουργία επιφανειακών στρωμάτων βάθους που έφτανε τα 200 μm ενισχυμένων με σωματίδια SiC. Στο Σχήμα 2.1-1 φαίνεται η μικροδομή των βέλτιστων ενισχυμένων ζωνών. Τέλος, με την ενσωμάτωση 27 vol% σωματιδίων SiC η σκληρότητα του υλικού παρουσιάστηκε διπλασιασμένη.



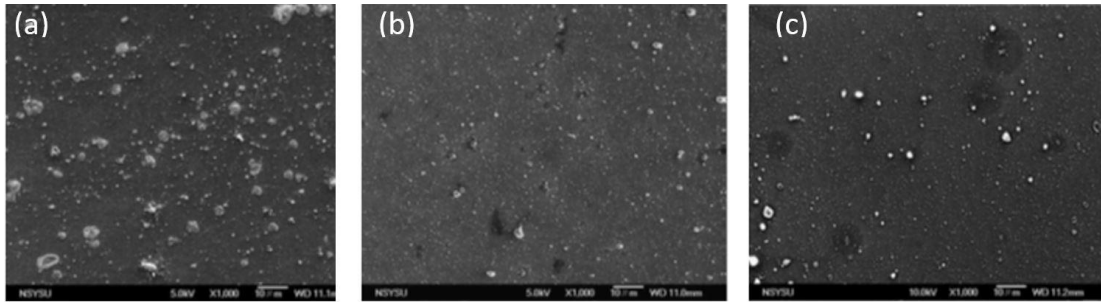
Σχήμα 2.1-1: (a) Μικροδομή επιφανειακού ενισχυμένου στρώματος, (b) Μικροδομή διεπαφής ενισχυμένης ζώνης με θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (Mishra et al., 2003).

Οι C.J. Lee et al. το 2006 (Lee et al., 2006) δημιούργησαν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα μαγνησίου AZ61A, ενσωματώνοντας κεραμικά νανοσωματίδια άμορφου SiO₂ μεγέθους 20 nm. Τα σωματίδια SiO₂ τοποθετήθηκαν σε αύλακα ορθογωνικής διατομής διαστάσεων 1,25 mm (πλάτος) x 6 mm (βάθος). Το εργαλείο FSP που χρησιμοποιήθηκε αποτελείται από περιανυχένιο διαμέτρου 18mm και κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα, διαμέτρου 6mm, ύψους 6mm και βήματος 1mm, ενώ για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλάκων χρησιμοποιήθηκε ένα εργαλείο που έφερε μόνο περιανυχένιο, ώστε να αποφευχθεί η εκτίναξη της σκόνης λόγω της ανάδευσης που προκαλεί ο πείρος. Επιλέχθηκε ταχύτητα περιστροφής 800 rpm και ταχύτητα πρόωσης 45 mm/min και γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Ο αριθμός των περασμάτων κυμάνθηκε από ένα έως τέσσερα. Στο Σχήμα 2.1-2 παρουσιάζεται σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου.



Σχήμα 2.1-2: Σχηματική αναπαράσταση της καταργασίας. (a) Εισαγωγή των σωματιδίων SiO₂ σε δημιουργημένη αύλακα, (b) χρησιμοποίηση εργαλείου που αποτελείται μόνο από περιανυχένιο για κλείσιμο της επιφάνειας της αύλακας, (c) εφαρμογή εργαλείου με πείρο για πραγματοποίηση της καταργασίας FSP και (d) διεξαγωγή πολλαπλών περασμάτων (Lee et al., 2006).

Μελετήθηκε η επίδραση του κλάσματος όγκου ενισχυτικής φάσης και για αυτό το σκοπό χρησιμοποιήθηκαν μία και δύο αύλακες, ίδιας γεωμετρίας και διαστάσεων, για την εισαγωγή της σκόνης, που αντιστοιχεί σε κλάσμα όγκου 5% και 10%.



Σχήμα 2.1-3: Εικόνες SEM της ζώνης ανάδευσης για τα δοκίμια (a) με κλάσμα όγκου 5% και ένα πέρασμα, (b) με κλάσμα όγκου 5% και τέσσερα περάσματα και (c) με κλάσμα όγκου 10% και τέσσερα περάσματα (Lee et al., 2006).

Από το Σχήμα 2.1-3 (a) παρατηρείται ότι για το δείγμα με μια αύλακα, μετά το πρώτο πέρασμα FSP, η διασπορά των σωματιδίων στη ζώνη ανάδευσης είναι ομοιόμορφη, ωστόσο, το μέγεθος των συσσωματωμένων σωματιδίων SiO₂ που παρατηρούνται είναι περίπου 0,6 μm (Σχήμα 2.1-4), πολύ μεγαλύτερο από το μέγεθος των μεμονωμένων σωματιδίων SiO₂ (20nm). Μετά από τέσσερα, όμως, περάσματα παρατηρείται σημαντική μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων SiO₂, όπως φαίνεται στο Σχήμα 2.1-3 (b) και (d) για τα δείγματα με κλάσμα όγκου 5% και 10%, αντίστοιχα.

	1D1P	1D2P	1D3P	1D4P
SiO ₂ cluster size (nm)	600	210	210	190
Average grain size (μm)	3.1	2.8	2.0	1.8
	2D1P	2D2P	2D3P	2D4P
SiO ₂ cluster size (nm)	300	200	170	150
Average grain size (μm)	1.5	1.5	1.0	0.8

The individual SiO₂ size is 20 nm and the initial AZ61 billet grain size is 75 μm.

Σχήμα 2.1-4: Συγκεντρωτικά αποτελέσματα του μέσου μεγέθους συσσωματωμένων σωματιδίων SiO₂ και του μέσου μεγέθους κόκκων της μήτρας μαγνησίου των επιφανειακά σύνθετων στρωμάτων που παράχθηκαν για δύο κλάσματα όγκου και με διάφορους αριθμούς περασμάτων (Lee et al., 2006).

Από το Σχήμα 2.1-4 παρατηρούμε ότι το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την FSP με τέσσερα περάσματα και για κλάσμα όγκου 5% είναι 1,8 μm, ενώ για κλάσμα όγκου 10% είναι 0,8 μm. Η

παρατήρηση αυτή μας οδηγεί στο συμπέρασμα ότι υπάρχει σημαντική εκλέπτυνση της μικροδομής σε σχέση με το υλικό πριν την FSP, όπως επίσης και σε σχέση με το υλικό μετά την FSP με τις ίδιες συνθήκες, χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, τα οποία είχαν μέγεθος κόκκων 75 μm και 7 μm , αντίστοιχα. Επίσης, συμπεραίνουμε πως η αύξηση του κλάσματος όγκου οδηγεί στην περαιτέρω εκλέπτυνση της μικροδομής.

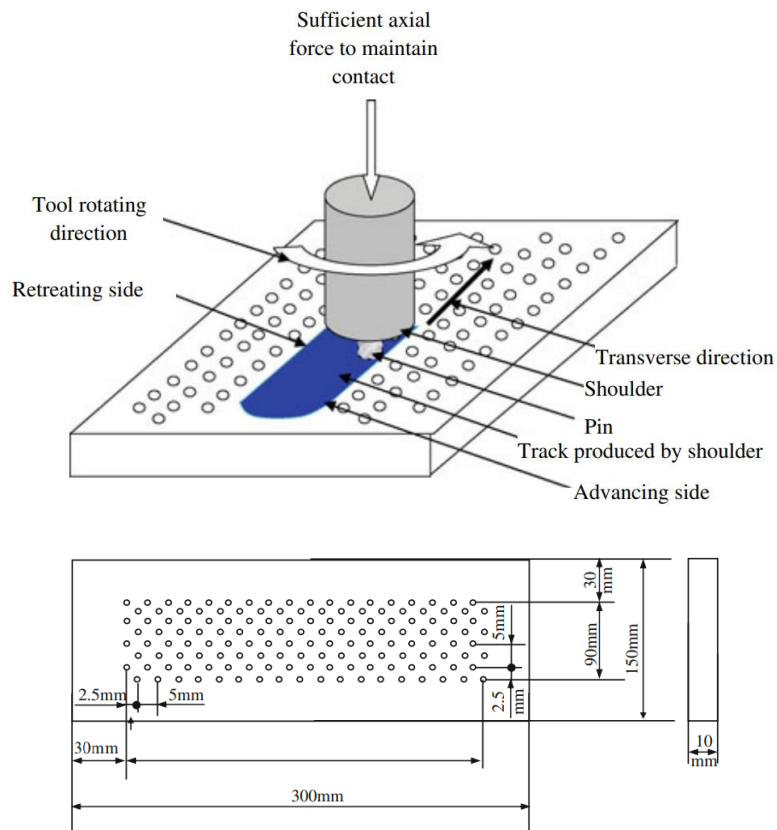
Material	H_v	YS (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (%)
AZ61 billet	60	140	190	13
AZ61 after 4P FSP	72	147	242	11
1D2P ($V_f \sim 5\%$)	91	185	219	10
1D4P ($V_f \sim 5\%$)	97	214	233	8
2D2P ($V_f \sim 10\%$)	94	200	246	4
2D4P ($V_f \sim 10\%$)	105	225	251	4

YS: yield strength; UTS: ultimate tensile strength.

Σχήμα 2.1-5: Συγκεντρωτικά αποτελέσματα των μηχανικών ιδιοτήτων του ακατέργαστου κράματος AZ61, του κατεργασμένου AZ61 και των συνθέτων δομών (Lee et al., 2006).

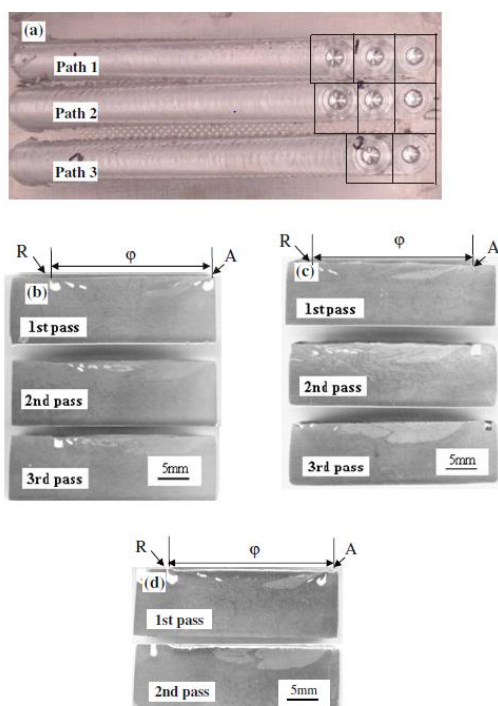
Από το Σχήμα 2.1-5 παρατηρούμε ότι η μείωση του μεγέθους των κόκκων, που προαναφέρθηκε, έχει ως συνέπεια την αύξηση της σκληρότητας και γενικότερα τη βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων, τόσο για το κατεργασμένο δείγμα AZ61 με τις ίδιες συνθήκες, χωρίς, όμως, την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, όσο και για τα κατεργασμένα δείγματα με προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, σε σχέση με το ακατέργαστο AZ61.

Οι Min Yang et al. το 2010 (Yang et al., 2010) κατασκεύασαν σύνθετο υλικό μεταλλικής μήτρας, ενσωματώνοντας κεραμικά σωματίδια ενίσχυσης Al_2O_3 μέσου μεγέθους 50 nm και καθαρότητας 99% σε κράμα αλουμινίου AA6061 με την μέθοδο FSP. Για την εισαγωγή των σωματιδίων επιλέχθηκε μια ιδιαίτερη προσέγγιση, με δημιουργία και χρήση οπών (αντί για αύλακες) διαμέτρου 2 mm και βάθους 2 mm όπως φαίνεται στο Σχήμα 2.1-6.

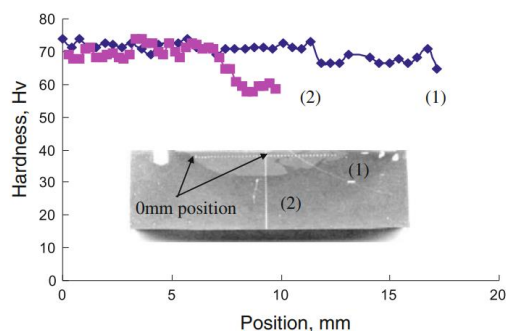


Σχήμα 2.1-6: Σχηματική αναπαράσταση FSP κατεργασίας (Yang et al., 2010).

Τα δοκίμια μελετήθηκαν με οπτικό μικροσκόπιο και πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μικροσκληρότητας με σκοπό να μελετηθεί πώς επηρεάζει η κάθετη δύναμη που ασκεί το εργαλείο FSP στα δοκίμια, καθώς και η επίδραση του αριθμού περασμάτων. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι το σύνθετο που παράχθηκε έχει πάχος ίσο με το βάθος που έφτασε ο πείρος του εργαλείου FSP. Επίσης, με αύξηση της κάθετης δύναμης του εργαλείου FSP, καθώς και με αύξηση του αριθμού περασμάτων, αυξήθηκε το μέγεθος της ζώνης ανάδευσης και ταυτόχρονα βελτιώθηκε η διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης και η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε μεγαλύτερη ομοιογένεια. Η μικροσκληρότητα δεν παρουσίασε αύξηση, κάτι το οποίο οφείλεται στη γήρανση του δοκιμίου που προκλήθηκε από τα περάσματα FSP (Σχήμα 2.1-8). Τέλος, η ροπή στρέψης του εργαλείου FSP αυξήθηκε με την αύξηση της κάθετης δύναμης που ασκεί το εργαλείο FSP, ενώ ελαττώθηκε βαθμιαία τείνοντας σε μια σταθερή τιμή μετά από πολλαπλά περάσματα.

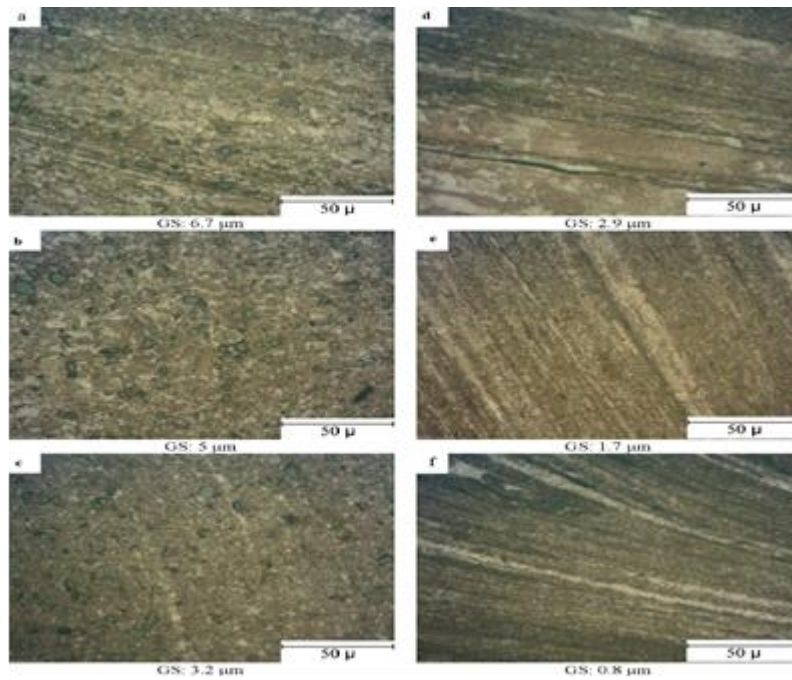


Σχήμα 2.1-7: (a) Κάτοψη των περασμάτων FSP στην επεξεργασμένη πλάκα, (b) Path 1, (c) Path 2, (d) Path 3. (ϕ = διάμετρος περιουχενίου, A=advancing side, R=retreating side) (Yang et al., 2010).



Σχήμα 2.1-8: Κατανομή σκληρότητας για το «Path 2» μετά από 3 περάσματα FSP (Yang et al., 2010).

Οι Barmouz et al. το 2011 (Barmouz et al., 2011) μελέτησαν τη χρήση της μεθόδου FSP για την κατασκευή συνθέτου επιφανειακού στρώματος σε καθαρό χαλκό, ενσωματώνοντας ενισχυτική κεραμική σκόνη SiC με μέγεθος κόκκων 5 μm και 50 μm . Πραγματοποιήθηκε μελέτη της επίδρασης του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης και μελέτη της επίδρασης του κλάσματος όγκου στην επιφανειακή ενίσχυση του μετάλλου, χρησιμοποιώντας άυλακες κλάσματος όγκου 6%, 12% και 18% (Σχήμα 2.1-9). Χρησιμοποιήθηκε εργαλείο FSP με περιουχένιο διαμέτρου 20 mm και τετραγωνικής γεωμετρίας πείρο με ύψος 5 mm. Τα βέλτιστα αποτελέσματα προέκυψαν για γωνία κλίσης εργαλείου 2°, ταχύτητα περιστροφής 900 rpm και ταχύτητα πρόωσης 40 mm/min.

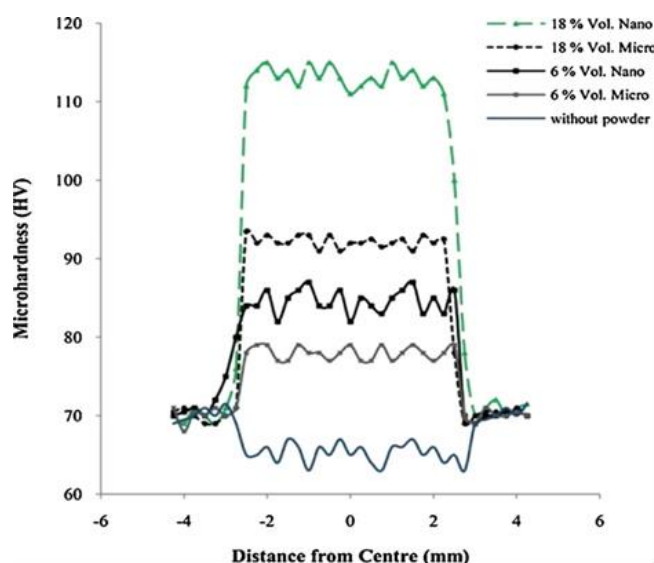


Σχήμα 2.1-9: Μικροδομή των δοκιμίων που παρήχθησαν με (a)-(c) μικρο-σκόνη SiC και (d)-(f) νανο-σκόνη SiC. Το κλάσμα όγκου του SiC είναι: για (a) και (b) 6%, για (b) και (e) 12% και για (c) και (f) 18% (Barmouz et al., 2011).

Το μέγεθος των κόκκων μειώθηκε από τα 40 μm στα 10 μm στο δοκίμιο FSP χωρίς προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, στα 6,7 μm στο δοκίμιο FSP με κλάσμα όγκου 6% σωματιδίων SiC 5 μm, στα 5 μm στο δοκίμιο FSP με κλάσμα όγκου 12% και στα 3,2 μm στο δοκίμιο FSP με κλάσμα όγκου 18%. Η μείωση συνεχίζεται περαιτέρω με την προσθήκη σωματιδίων SiC 30 nm. Συγκεκριμένα, παρατηρείται μείωση στα 2,9 μm για κλάσμα όγκου 6%, στα 1,7 μm για 12% και, τέλος, στα 0,8 μm για 18%.

Τα αποτελέσματα μικροσκληρότητας για τις δύο ακραίες περιπτώσεις κλάσματος όγκου μικροσκόνης και νανοσκόνης, καθώς και για FSP χωρίς προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης παρουσιάζονται στο Σχήμα 2.1-10. Η μικροσκληρότητα των σύνθετων επιφανειακών στρωμάτων που έχουν λάβει το ίδιο κλάσμα όγκου σωματιδίων ενίσχυσης, για τις περιπτώσεις της μικροσκόνης και νανοσκόνης, παρουσιάζει την προβλεπόμενη από τη σχέση Hall-Petch αντιστοιχία, τοποθετώντας σε υψηλότερες τιμές τη μικροδομή με το μικρότερο μέγεθος κόκκων μητρικού υλικού. Δεν ισχύει όμως το ίδιο για την περίπτωση του σύνθετου επιφανειακού στρώματος ενισχυμένου με 6% νανοσκόνης, σε σχέση με το αντίστοιχο που έχει λάβει ενίσχυση 18% μικροσκόνης. Αν και η πρώτη περίπτωση εμφανίζει μικρότερο μέγεθος κόκκων μητρικού υλικού από τη δεύτερη, η μικροσκληρότητα της δεύτερης είναι υψηλότερη.

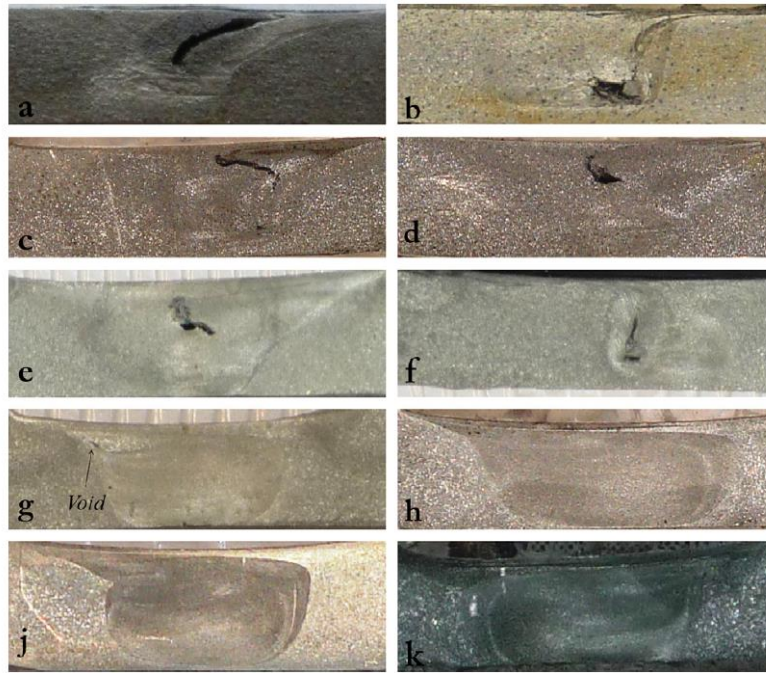
Το γεγονός αυτό αποδίδεται βέβαια στο μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης και στη διαφοροποίηση που αυτό επιφέρει στο μηχανισμό ισχυροποίησης του συνθέτου.



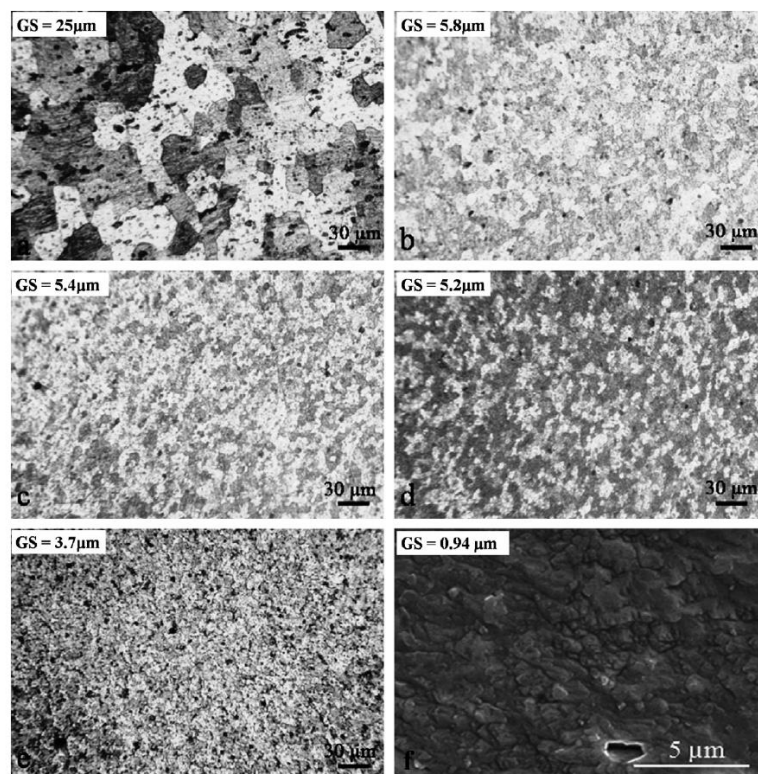
Σχήμα 2.1-10: Προφίλ σκληρότητας για τα δοκίμια που παρήχθησαν μέσω FSP χωρίς σκόνη, με μικρο- και νανο-σκόνη SiC. Τα κλάσματα όγκου στα δοκίμια με σκόνη ήταν 6% και 18% (Barmouz et al., 2011).

Οι Sharifitabar et al. το 2011 (Sharifitabar et al., 2011) κατασκεύασαν σύνθετα δοκίμια με μέταλλο βάσης αλουμίνιο 5052, στο οποίο ενσωμάτωσαν νανοκεραμικά σωματίδια ενίσχυσης Al_2O_3 μεγέθους 50 nm. Στα πειράματά τους δοκίμασαν διάφορους λόγους ταχύτητας περιστροφής προς ταχύτητα πρόωσης (ω/v), διαφορετικές γωνίες κλίσης του εργαλείου FSP, καθώς και διαφορετικό αριθμό περασμάτων. Η μέθοδος εισαγωγής των σωματιδίων ενίσχυσης ήταν με αύλακα διαστάσεων 2 mm βάθος x 1 mm πλάτος. Το εργαλείο της FSP αποτελείτο από περιανχένιο διαμέτρου 13,6 mm και κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 5 mm και ύψους 3,7 mm, ενώ ένα εργαλείο που αποτελείτο μόνο από περιανχένιο χρησιμοποιήθηκε πρώτα για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλάκων, που περιείχαν τη σκόνη αλούμινας, με σκοπό την αποφυγή της εκτίναξής της λόγω της ανάδευσης που προκαλεί ο πείρος.

Στο Σχήμα 2.1-11 παρουσιάζονται οι μακροσκοπικές εικόνες της ζώνης ανάδευσης των συνθέτων που παρήχθησαν, ενώ στο Σχήμα 2.1-12 παρουσιάζονται οι εικόνες μικροσκοπίας του μετάλλου βάσης και των ζωνών ανάδευσης που παρήχθησαν στα βέλτιστα δοκίμια.



Σχήμα 2.1-11: Εικόνες μακροσκοπίας των ζωνών ανάδευσης που παρήχθησαν με διαφορετικές συνθήκες FSP. (a) $\omega/v = 8$ and $\phi = 2.5$; (b) $\omega/v = 32$ and $\phi = 2.5$; (c) $\omega/v = 32$ and $\phi = 3.5$; (d) $\omega/v = 64$ and $\phi = 3.5$; (e) $\omega/v = 100$ and $\phi = 2.5$; (f) $\omega/v = 100$ and $\phi = 3.5$; (g) $\omega/v = 100$ and $\phi = 4$; (h) $\omega/v = 100$ and $\phi = 5$; (j) $\omega/v = 100$, $\phi = 5$ με δύο περάσματα (k) $\omega/v = 100$, $\phi = 5$ με τέσσερα περάσματα (Sharifitabar et al., 2011), (ω/v : λόγος ταχύτητας περιστροφής προς ταχύτητα πρόωσης, ϕ =κλίση εργαλείου FSP).



Σχήμα 2.1-12: (a) Εικόνα μικροσκοπίας του μετάλλου βάσης, (b-e) εικόνες μικροσκοπίας των ζωνών ανάδευσης που παρήχθησαν στα δοκίμια χωρίς προσθήκη ενισχυτικών κόκκων μετά από 1 έως 4 πάσα FSP αντίστοιχα, (f) εικόνα SEM ζώνης ανάδευσης δοκιμίου με προσθήκη ενισχυτικών κόκκων μετά από 4 πάσα FSP (Sharifitabar et al., 2011).

Από την παρατήρηση και τον χαρακτηρισμό των δοκιμίων οι Sharifitabar et al. κατέληξαν στα ακόλουθα συμπεράσματα:

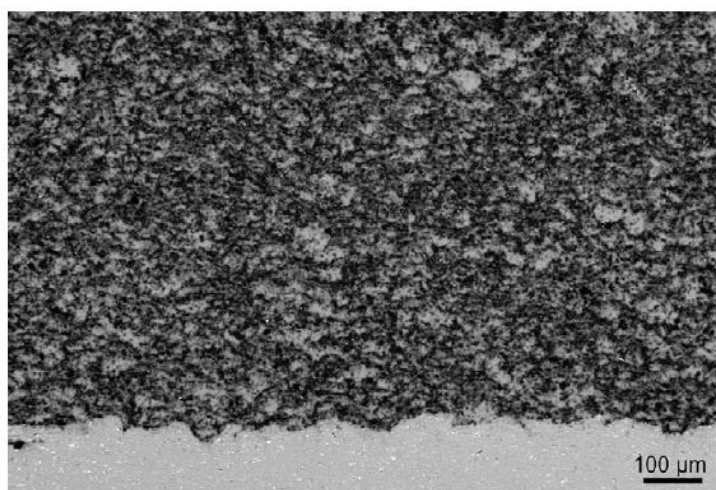
- Ο υψηλός λόγος ταχύτητας περιστροφής προς ταχύτητα πρόωσης (ω/v) προκαλεί υψηλή θερμική παροχή στο μέταλλο βάσης κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος.
- Στο δεύτερο πέραςμα, η θερμότητα που παράχθηκε από το πρώτο πέραςμα λειτουργεί ως προθέρμανση και οδηγεί στη μειωμένη αντοχή του μετάλλου βάσης, κατά τη διάρκεια της FSP, οδηγώντας σε εντονότερη ανάδευση σε σύγκριση με το πρώτο πέραςμα.
- Παρόμοιες συνθήκες ισχύουν και κατά τη διάρκεια του τρίτου και τέταρτου περάσματος. Με αποτέλεσμα η έντονη πλαστική παραμόρφωση, που προκαλείται κατά τη διάρκεια των πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων, να συντελεί στη μείωση του μεγέθους των συσσωματωμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης, καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης.
- Σύμφωνα με τα χαρακτηριστικά της μικροδομής, η μεγαλύτερη συνεισφορά στις μηχανικές ιδιότητες του επιφανειακού σύνθετου στρώματος παρέχεται από τη μείωση του μεγέθους των κόκκων και την ενίσχυση μέσω του μηχανισμού Orowan, λόγω της ομοιόμορφης διασποράς των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι δύο αυτοί μηχανισμοί επιφέρουν βελτίωση της μέγιστης αντοχής σε εφελκυσμό και της επιμήκυνσης.

Οι G. Faraji et al. το 2011 (Faraji and Asadi, 2011) μελέτησαν τη χρήση της μεθόδου FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο υλικό μεταλλικής μήτρας, ενσωματώνοντας κεραμικά σωματίδια Al_2O_3 με μέγεθος κόκκων 30 nm σε κράμα μαγνησίου AZ91. Η εισαγωγή της επιθυμητής ποσότητας νανοσκόνης έγινε μέσω διάνοιξης αυλάκων ορθογωνικής διατομής, με διαστάσεις 0,8 mm x 2 mm, στο τεμάχιο. Χρησιμοποιήθηκε τετραγωνικής διατομής πείρος με διαγώνιο 5mm και ύψος 3 mm και επίπεδο περιουχένιο διαμέτρου 15 mm με κλάσμα όγκου 8%.

Έπειτα από σειρά πειραμάτων, κατέληξαν στις βέλτιστες παραμέτρους της διαδικασίας, όπως αυτές προέκυψαν από τον χαρακτηρισμό της ζώνης ανάδευσης σε επίπεδο κατανομής των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι παράμετροι, λοιπόν, για τις οποίες προέκυψε ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης και, κατά επέκταση, ομοιογενής μικροδομή της ζώνης ανάδευσης ήταν οι εξής: γωνία κλίσης εργαλείου 3° , ταχύτητα περιστροφής 900 rpm, και ταχύτητα πρόωσης 40 mm/min.

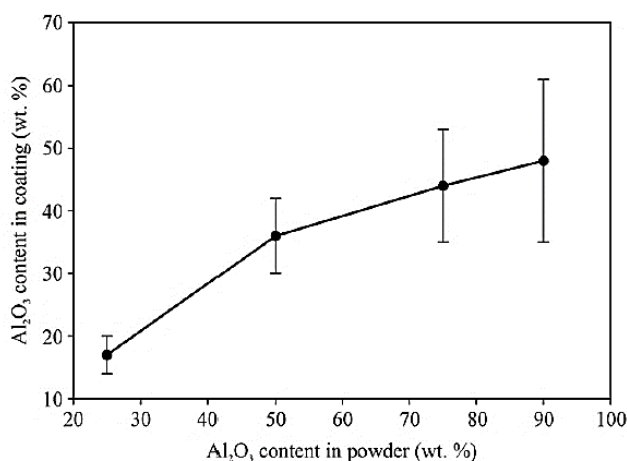
Το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στη σύνθετη δομή μετά την FSP με τις βέλτιστες συνθήκες που προαναφέραμε ήταν 5-10 μm , γεγονός το οποίο αποτελεί σημαντική εκλέπτυνση της μικροδομής σε σχέση με το υλικό πριν την FSP, το οποίο είχε μέγεθος κόκκων 150 μm . Πέραν αυτού, μελετήθηκε και η επίδραση της γεωμετρίας του πείρου στη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης. Χρησιμοποιώντας κυλινδρικής γεωμετρίας πείρο, με διάμετρο πείρου ίση με την διαγώνιο του τετραγωνικού πείρου, καθώς και για τις ίδιες βέλτιστες, παραμέτρους της FSP, παρατήρησαν σημαντική συσσωμάτωση των σωματιδίων στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης και αδυναμία επίτευξης ομοιόμορφης διασποράς των σωματιδίων ενίσχυσης σε αυτήν.

Οι K.J. Hodder et al. το 2012 (Hodder et al., 2012) χρησιμοποίησαν τεχνική ψυχρού ψεκασμού σε χαμηλή θερμοκρασία (cold gas dynamic spraying) και σε χαμηλή πίεση για την κατασκευή επικάλυψης μεταλλικής μήτρας Al–Al₂O₃ στην επιφάνεια κράματος αλουμινίου AA6061. Η σκόνη που χρησιμοποιήθηκε για την επικάλυψη περιείχε σκόνη αλουμινίου αναμεμιγμένη με νανοσκόνη αλούμινας Al₂O₃ σε κλάσματα έως και 90 wt.%. Οι επικαλύψεις μελετήθηκαν με χρήση SEM (Σχήμα 2.1-13), έγιναν μετρήσεις μικροσκληρότητας και ανάλυση οπτικής μικροσκοπίας για να προσδιοριστεί η μικροδομή, οι ιδιότητες και το κλάσμα όγκου των ενισχυμένων σωματιδίων στις επικαλύψεις. Οι επικαλύψεις στην συνέχεια υφίστανται επεξεργασία με FSP, με κυλινδρικό εργαλείο λείας επιφάνειας, σε ταχύτητες περιστροφής 900 RPM και 1700 RPM.



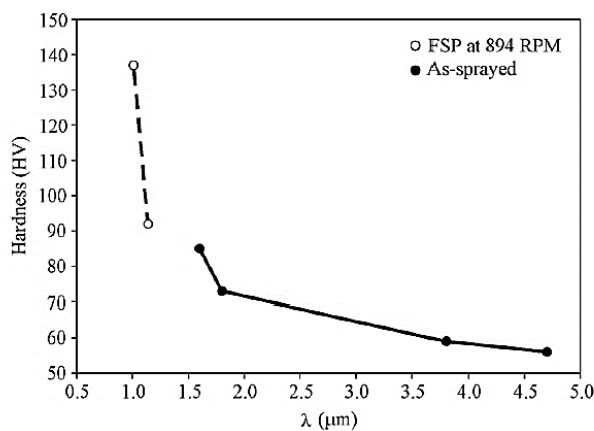
Σχήμα 2.1-13: Εικόνα SEM επικάλυψης μεταλλικής μήτρας Al–Al₂O₃ σε κράμα αλουμινίου AA6061 με νανοσκόνη αλούμινας Al₂O₃ κλάσματος 90 wt.% (Hodder et al., 2012).

Η μικροσκληρότητα της επικάλυψης του συνθέτου μεταλλικής μήτρας αυξήθηκε με την αύξηση του κλάσματος όγκου Al_2O_3 . Μετά την κατεργασία FSP, η μικροσκληρότητα του συνθέτου μεταλλικής μήτρας αυξήθηκε στα 137 HV (Σχήμα 2.1-14). Επίσης, η επικάλυψη μεταλλικής μήτρας περιείχε σωματίδια αλούμινας Al_2O_3 διαχωρισμένα από τα σωματίδια σκόνης αλουμινίου, στα οποία μετά την κατεργασία FSP πραγματοποιήθηκε η διασπορά τους και μειώθηκε η μέση ελεύθερη απόσταση μεταξύ τους.



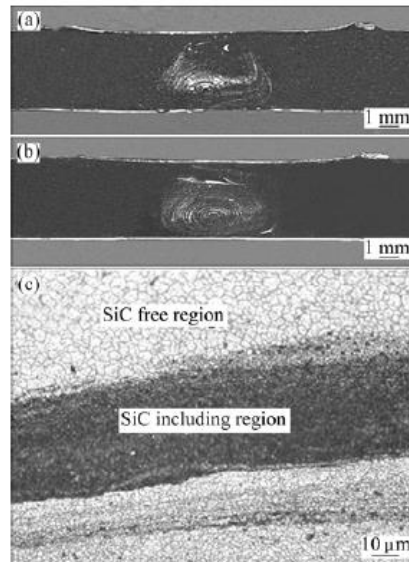
Σχήμα 2.1-14: Διάγραμμα μεταβολής κλάσματος αλούμινας Al_2O_3 στην επικάλυψη συναρτήσει του κλάσματος αλούμινας στην αρχική σκόνη (Hodder et al., 2012).

Τέλος, παρατηρήθηκε πως η αναδιανομή και η βελτίωση του μεγέθους σωματιδίων Al_2O_3 κατά τη διάρκεια της FSP αύξησε τη σκληρότητα των επικαλύψεων μεταλλικής μήτρας (Σχήμα 2.1-15).



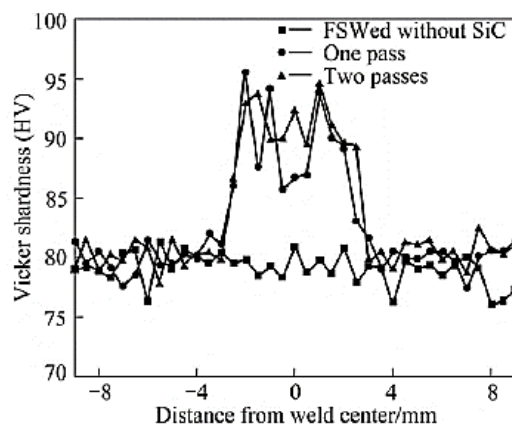
Σχήμα 2.1-15: Διάγραμμα μεταβολής μικροσκληρότητας συναρτήσει της μέσης ελεύθερης απόστασης μεταξύ των σωματιδίων (Hodder et al., 2012).

Οι Byung-Wook AHN et al. το 2012 (AHN et al., 2012) κατασκεύασαν σύνθετο υλικό σε μέταλλο βάσης αλουμινίου 5083, στο οποίο ενσωμάτωσαν κεραμικά σωματίδια ενίσχυσης SiC μεγέθους 4 μm (Σχήμα 2.1-16). Στα πειράματά τους χρησιμοποίησαν υψηλές τιμές θερμικής παροχής (μεγάλες ταχύτητες περιστροφής και μικρές ταχύτητες πρόωσης) και για την εισαγωγή των σωματιδίων ενίσχυσης κατασκευάστηκαν αύλακες διαστάσεων 1 mm βάθος x 2 mm πλάτος.



Σχήμα 2.1-16: Μακροσκοπική εικόνα ζώνης ανάδευσης για (a) ένα πέρασμα, (b) για δύο περάσματα και (c) εικόνα ζώνης ανάδευσης από μικροσκόπιο (AHN et al., 2012).

Από τα πειράματα κατέληξαν στο συμπέρασμα ότι με την αύξηση του αριθμού περασμάτων παρατηρείται καλύτερη ομοιογένεια στη ζώνη ανάδευσης, μειώνεται το μέγεθος των κόκκων και παρουσιάζεται πιο ομαλό προφίλ μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης. Επίσης, όπως φαίνεται και στο Σχήμα 2.1-17, με τη προσθήκη της σκόνης παρατηρήθηκε αύξηση στις τιμές μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης.



Σχήμα 2.1-17: Προφίλ μικροσκληρότητας σύνθετου δοκιμίου (AHN et al., 2012).

2.2 Βιβλιογραφική ανασκόπηση ανάπτυξης μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου FSP

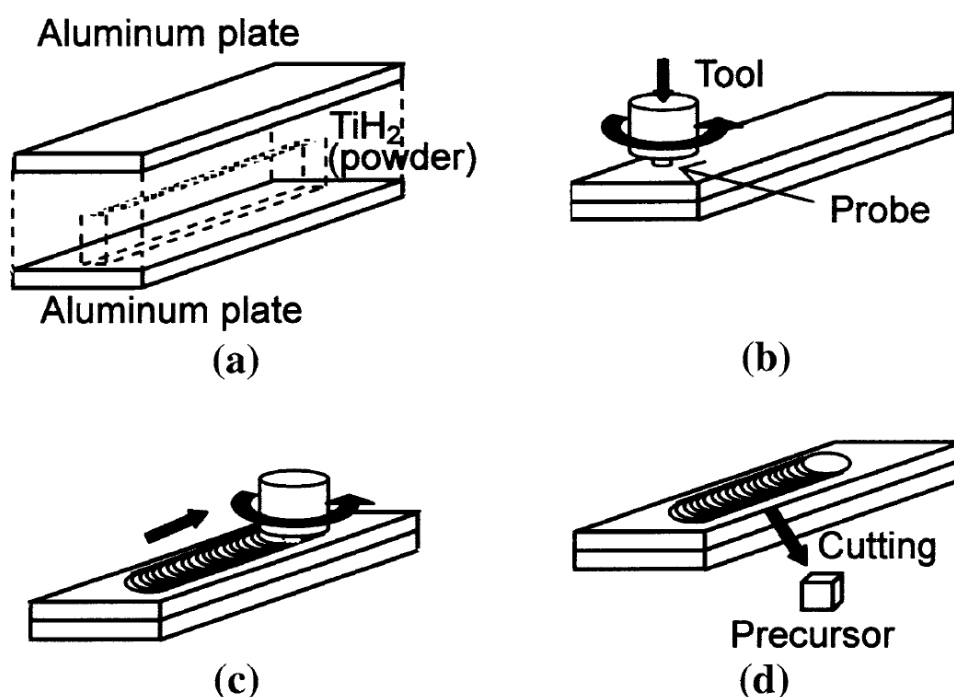
Η εφαρμογή της μεθόδου FSP για την παρασκευή μεταλλικών αφρών είναι ένα σύγχρονο ερευνητικό αντικείμενο με μικρό αριθμό δημοσιευμένων εργασιών, οι οποίες έχουν πραγματοποιηθεί κατ'έξοχην από συγκεκριμένες ερευνητικές ομάδες ινστιτούτων της Ιαπωνίας. Στο κεφάλαιο που ακολουθεί, πραγματοποιείται μια βιβλιογραφική ανασκόπηση κατά χρονολογική σειρά των σημαντικότερων σχετικών δημοσιεύσεων. Για κάθε δημοσίευση παρατίθεται και ένας συγκεντρωτικός πίνακας με τις παραμέτρους που χρησιμοποιήθηκαν στην αντίστοιχη έρευνα (μητρικό υλικό, είδος και ποσοστό αεροποιητικού παράγοντα, είδος και ποσοστό σταθεροποιητικού παράγοντα, αριθμός περασμάτων FSP, θερμοκρασία αεροποίησης, χρόνος αεροποίησης, γεωμετρία εργαλείου FSP, ταχύτητα πρόωσης, ταχύτητα περιστροφής, κλίση εργαλείου).

Η πρώτη απόπειρα παραγωγής μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου FSP έγινε από τους Yoshihiko Hangai and Takao Utsunomiya το 2008 (Hangai and Utsunomiya, 2009a). Εφόσον ο μεταλλικός αφρός είναι μεταλλικό σύνθετο υλικό με δεύτερη φάση τον αέρα, σκέφτηκαν πως θα μπορούσαν να φτιάξουν μεταλλικούς αφρούς χρησιμοποιώντας την μέθοδο FSP για την εισαγωγή αεροποιητικών κόνεων σε μεταλλικά υποστρώματα, με τον ίδιο τρόπο που χρησιμοποιείται η μέθοδος για την δημιουργία σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας. Έτσι, στην συγκεκριμένη έρευνα χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος FSP για την εισαγωγή και ενσωμάτωση του παράγοντα αεροποίησης TiH_2 . Για τη παρασκευή των προδρόμων δοκιμών (δοκίμια με ενσωματωμένο παράγοντα αεροποίησης πριν το στάδιο αεροποίησης) χρησιμοποιήθηκαν πλάκες κράματος αλουμινίου AA4045, πάχους 3 mm. Το ποσοστό συμμετοχής του παράγοντα αεροποίησης TiH_2 ορίστηκε στο 1% κ.β. συγκριτικά με την συνολική επιφανειακή κάλυψη της ζώνης ανάδευσης, χωρίς όμως να αναφέρεται πώς επετεύχθη το ακριβές ποσοστό. Η διάμετρος του περιαυχένιου ήταν 17 mm, ενώ συνοδευόταν από πείρο, ο οποίος έφερε δεξιόστροφο σπείρωμα, διαμέτρου 6 mm και μήκους 5 mm. Ως ταχύτητα περιστροφής επιλέχθηκαν τα 1000 rpm και η ταχύτητα πρόωσης ρυθμίστηκε στα 100 mm/min. Η γωνία κλίσης του εργαλείου ορίστηκε στις 3°. Πραγματοποιήθηκαν τρεις ομαδοποιήσεις δοκιμών με σταδιακή αύξηση των FSP περασμάτων της εργαλειομηχανής. Εφαρμόστηκαν διαδοχικά 2, 4 και 8 περάσματα.

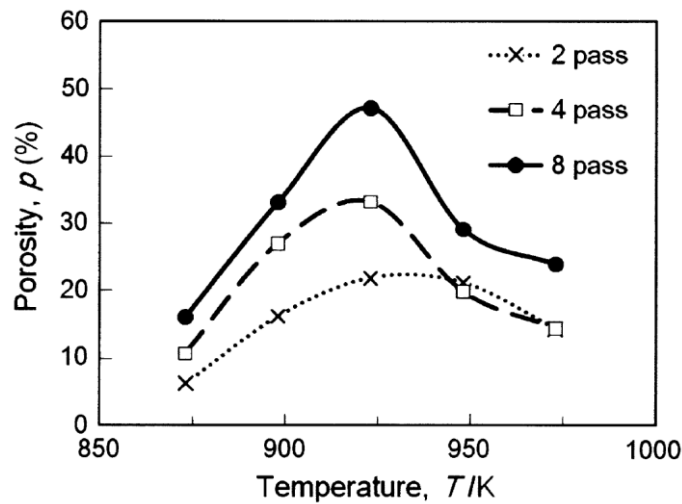
Στο Σχήμα 2.2-1 παρουσιάζεται σχηματικά η αναπτυχθείσα μέθοδος παρασκευής πρόδρομων δοκιμίων. Από τα τελικά πρόδρομα δοκίμια κόπηκαν μικρότερα δείγματα, τα οποία και τοποθετήθηκαν σε φούρνο σε θερμοκρασία αφροποίησης που κυμαινόταν από τους 600 °C ως τους 700 °C με βήμα αύξησης 25 °C. Τα πρόδρομα δοκίμια παρέμειναν εντός του φούρνου για 12 λεπτά. Οι συνθήκες και τα αποτελέσματα παρατίθενται στα ακόλουθα σχήματα.

Πίνακας 1: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai and Utsunomiya, 2009a).

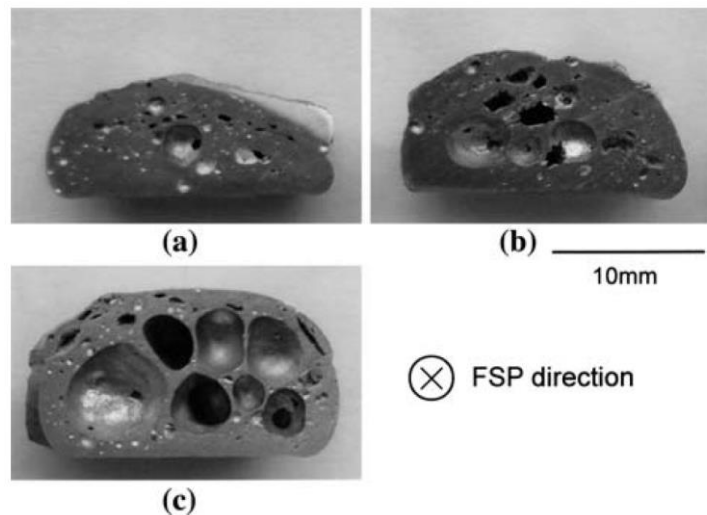
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
AA4045	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	-	-	600-700 °C, step 25 °C	12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	2,4,8



Σχήμα 2.2-1: Λειτουργία παρασκευής πρόδρομου δοκίμιου μέσω της τεχνικής FSP (Hangai and Utsunomiya, 2009a).



Σχήμα 2.2-2: Συσχέτιση μεταξύ θερμοκρασίας αφοροποίησης και πορώδους δομής για 2, 4, 8 περασμάτα FSP (Hangai and Utsunomiya, 2009a).

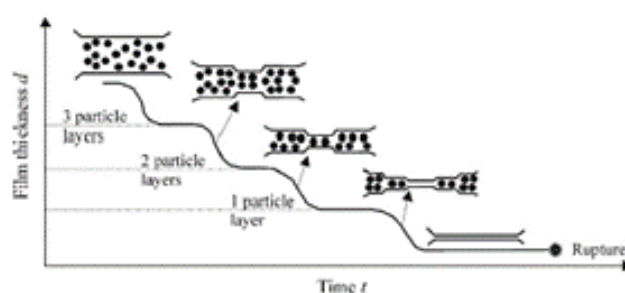


Σχήμα 2.2-3: Πορώδης δομή μεταλλικών αφρών έπειτα από θερμική κατεργασία αφοροποίησης στους 650°C διάρκειας 12 min, για (a) 2, (b) 4 και (c) 8 περασμάτα FSP (Hangai and Utsunomiya, 2009a).

Παρατηρήθηκε ότι η ποσοστιαία συμμετοχή του πορώδους αυξάνεται συναρτήσει του αριθμού των περασμάτων (Σχήμα 2.2-2). Ο παράγοντας αφοροποίησης ανακατανέμεται και διασπείρεται ομοιόμορφα και με ικανοποιητική ομοιογένεια καθώς ο αριθμός των περασμάτων αυξάνεται. Διαπιστώθηκε επίσης ότι ο μεταλλικός αφρός που προκύπτει από τη διαδικασία της μεθόδου FSP με μειωμένο αριθμό περασμάτων χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής πόρων σφαιροειδούς μορφολογίας. Για μεγαλύτερο αριθμό περασμάτων, ο αριθμός, το μέγεθος και η σφαιρικότητα των πόρων παρουσιάστηκαν αυξημένα. Η μορφολογία των πόρων, η ομοιογένεια της διασποράς τους και η ομοιομορφία της κατανομής του μέσου

μεγέθους ανάπτυξης αυτών, επιδρά ισχυρά σε ότι αφορά στην ανάπτυξη και τη διαμόρφωση των μηχανικών ιδιοτήτων του μεταλλικού αφρού. Συγκεκριμένα, μεταλλικοί αφροί κλειστού πορώδους της τάξης του 50% παρήχθησαν μέσω της εφαρμογής 8 περασμάτων και μέσω επιβολής θερμικής κατεργασίας αεροποίησης στους 650 °C για 12 min (Σχήμα 2.2-3).

Επιπρόσθετα, θα πρέπει να αναφερθεί ότι στη συγκεκριμένη έρευνα δεν έγινε χρήση κεραμικής σκόνης σταθεροποιητικού παράγοντα συνδυαστικά με το παράγοντα αεροποίησης TiH_2 . Η χρήση κεραμικής σκόνης ως σταθεροποιητικού παράγοντα οδηγεί στην αύξηση του ιξώδους και σε επιβράδυνση της κατάρρευσης των κελιών και διεύρυνση της σταθερότητας (stabilizing) αυτών κατά την διάρκεια της αεροποίησης (Σχήμα 2.2-4). Η απουσία σταθεροποιητικού παράγοντα στη συγκεκριμένη ερευνητική εργασία οδήγησε σε χαμηλή αεροποίηση και σε γρήγορη κατάρρευση των κελιών. Πιθανότατα, η εφαρμογή των 8 περασμάτων FSP να δημιουργήσει μεταλλουργικά φαινόμενα, τα οποία να συνέβαλαν στη σταθεροποίηση του αφρού κατά τη διάρκεια της αεροποίησης, γι' αυτό και παρουσίασε τα καλύτερα ποσοστά αεροποίησης.



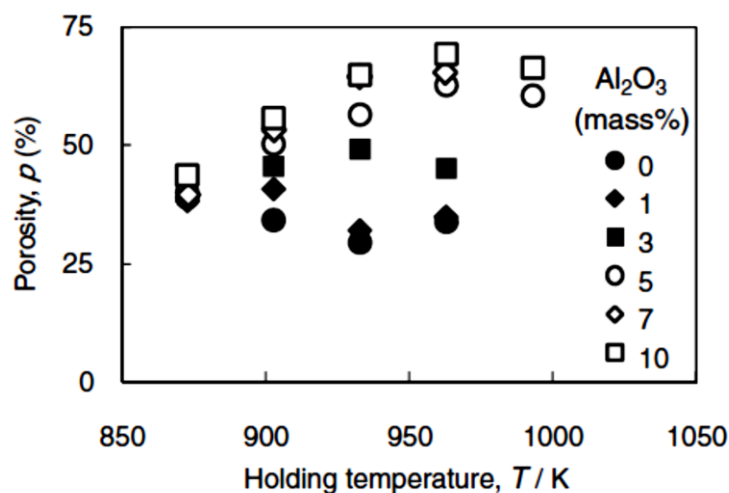
Σχήμα 2.2-4: Διαγραμματική απεικόνιση επίδρασης κεραμικών σωματιδίων σταθεροποίησης στην μείωση του πάχους κελιών κατά το στάδιο της αεροποίησης (Russell Goodall, 2014).

Το 2009 οι Yoshihiko Hangai, Yuichiro Ozeki and Takao Utsunomiya παρασκεύασαν μεταλλικούς αφρούς με χρήση της μεθόδου FSP με την επιπλέον χρήση κεραμικής σκόνης ως σταθεροποιητικού παράγοντα (Hangai et al., 2009). Χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12(A383) πάχους 3 mm. Αρχικά, σχεδιάστηκε η ανάπτυξη δύο διακριτών ομάδων πειραμάτων. Στο πρώτο πείραμα, κατασκευάστηκαν πρόδρομα δοκίμια με εύρος ποσοστού συμμετοχής σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 0-10% κ.β., τα οποία στη συνέχεια υπέστησαν θερμική κατεργασία αεροποίησης σε θερμοκρασίες 600 °C, 630 °C, 660 °C με σταθερό χρόνο παραμονής 12 min. Στη δεύτερη σειρά πειραμάτων, κατασκευάστηκαν

πρόδρομα δοκίμια με κλάσμα όγκου συμμετοχής Al_2O_3 5% , τα οποία αφροποιήθηκαν σε θερμοκρασίες 660 °C, 690 °C και με μεταβαλλόμενο χρόνο αφροποίησης από 4 έως 12 min.

Πίνακας 2: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2009).

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
ADC12 (A383)	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	0-10	600-690 (°C)	4-12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	1-4



Σχήμα 2.2-5: Συσχέτιση μεταξύ θερμοκρασίας αφροποίησης και αναπτυσσόμενου πορώδους για χρονική διάρκεια παραμονής 12 min και προσθήκη σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 από 0 ως 10 %κ.β. (Hangai et al., 2009).

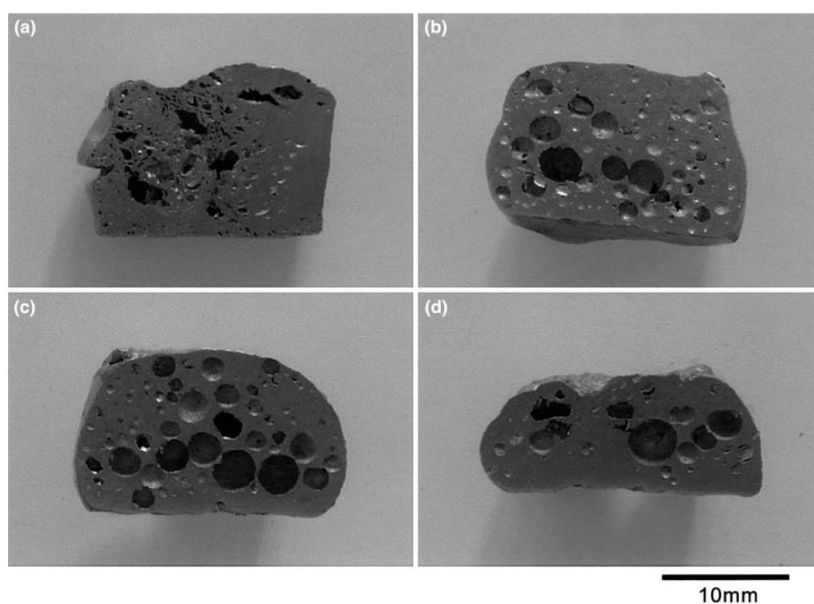
Η βέλτιστη ομοιογένεια διασποράς μεταξύ των πόρων, καθώς και της κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών, επιτεύχθηκε με την προσθήκη σταθεροποιητικού παράγοντα Al_2O_3 10% κ.β. και επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης τόσο στους 660 °C όσο και στους 690 °C (Σχήμα 2.2-5). Τέλος, παρατηρήθηκε ότι η βέλτιστη κατανομή των πόρων, με υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή και με ελεγχόμενο μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών, πραγματοποιήθηκε για χρονική διάρκεια παραμονής στη θερμοκρασιακή αυτή βαθμίδα 10 min.

Το 2009 οι Yoshihiko Hangai and Takao Utsunomiya παρασκεύασαν μεταλλικούς αφρούς με χρήση της μεθόδου (FSP) χωρίς προσθήκη αφροποιητικού

παράγοντα TiH₂ (Hangai and Utsunomiya, 2009b). Στην ερευνητική αυτή εργασία, χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12 (A383), στις οποίες είχε ήδη εισαχθεί μεγάλη ποσότητα συμπιεσμένου αερίου κατά τη διαδικασία της χύτευσης υψηλής πίεσης (high-pressure die casting). Στο συγκεκριμένο πείραμα, η μέθοδος FSP χρησιμοποιήθηκε για την επίτευξη ομοιόμορφης διασποράς των πόρων, αλλά και για τη μείωση του μέσου μεγέθους των ετερογενώς κατανεμημένων σωματιδίων Si και των διαμεταλλικών ενώσεων. Επίσης, η εφαρμογή της FSP συνέβαλε στην ομοιόμορφη αποτόνωση των συμπιεσμένων αερίων, καθώς και στην ελεγχόμενη επαναδιασπορά των σωματιδίων στα διάφορα στάδια κατακρήμνισης που λειτουργούν ως πυρήνες ανάπτυξης πόρων.

Πίνακας 3: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai and Utsunomiya, 2009b).

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature		Holding Time (min)	
ADC12 (A383)	-	-	-	-	600-725(°C), step 25		10 & 12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes	
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	2passes x1	



Σχήμα 2.2-6: Αφροί αλουμινίου χαμηλού πορώδους παρασκευασμένοι κάτω από διαφορετικές θερμοκρασίες αφροποίησης (Hangai and Utsunomiya, 2009b).

Μέσω της παραπάνω μεθόδου κατασκευάστηκαν επιτυχώς αφροί αλουμινίου χαμηλού πορώδους (μικρότερο του 50%) (Σχήμα 2.2-6). Τα ανωτέρω, όπως προαναφέρθηκε, επιτεύχθηκαν χωρίς τη χρήση παράγοντα αφροποίησης, αλλά ούτε και σταθεροποιητικού οξειδίου, με επιλεγμένες θερμοκρασιακές βαθμίδες αφροποίησης στους 650 °C και 675 °C και για χρονική διάρκεια αφροποίησης 10 min.

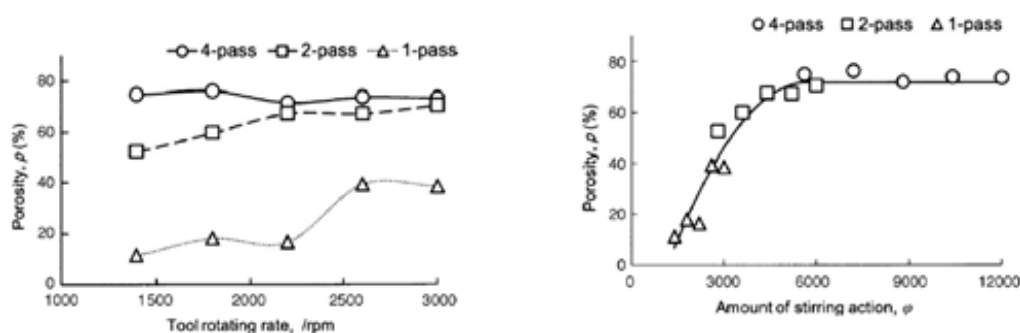
Το 2010, οι Yoshihiko Hangai, Takao Utsunomiya και Makoto Hasegawa παρασκεύασαν μεταλλικούς αφρούς σε κράμα αλουμινίου σειράς 1xxx με τη χρήση της μεθόδου FSP (Hangai et al., 2010b). Πιο συγκεκριμένα, χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου AA1050 πάχους 3 mm. Στην ερευνητική αυτή εργασία, μελετήθηκε η επίδραση της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου στο τελικό μέγεθος, τη μορφολογία και τη διασπορά του πορώδους. Τα βέλτιστα αποτελέσματα προέκυψαν με ταχύτητα περιστροφής 2200 rpm. Οι αφροί που παρήχθησαν δεν είχαν καλή ομοιογένεια ως προς την διασπορά των πόρων λόγω του πολύ μικρού ποσοστού συμμετοχής σταθεροποιητικού οξειδίου αλούμινας 3% (Al₂O₃) που είχε επιλεγθεί αρχικά. Για το λόγο αυτό, ανασχεδιάστηκε νέα σειρά πειραμάτων με προσθήκη 7% Al₂O₃, όπου και παρατηρήθηκαν ικανοποιητικότερα αποτελέσματα.

Πίνακας 4: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2010b).

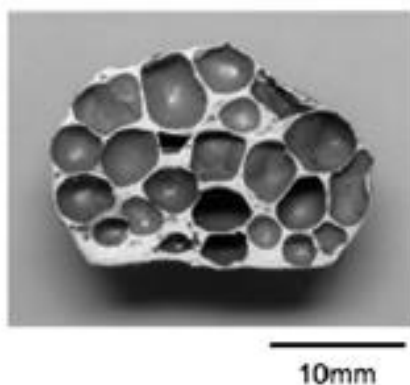
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	3&7	700-775(°C)	10	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt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

Το κλάσμα όγκου συμμετοχής του πορώδους εντός της μήτρας του μεταλλικού αφρού φάνηκε να εξαρτάται μονοσήμαντα από την ανάδευση του υλικού, η οποία καθορίζεται από το γινόμενο της γωνιακής ταχύτητας περιστροφής της εργαλειομηχανής επί τον αριθμό των περασμάτων της διεργασίας FSP (Σχήμα 2.2-7). Από τα αποτελέσματα προέκυψε ότι, για την παρασκευή μεταλλικού αφρού με ομοιογενή κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων και ομοιόμορφη διασπορά αυτών, χρειάζεται μελέτη παραμετροποίησης των συνθηκών ανάδευσης κατά την ανάπτυξη της διεργασίας FSP. Απαιτήση τίθεται ταυτόχρονα για ομοιόμορφη

διασπορά και ανάμειξη του παράγοντα αεροποίησης και του σταθεροποιητικού οξειδίου, η οποία φαίνεται να επιτυγχάνεται για δύο μόνο περάσματα του συστήματος εργαλείου FSP και για ρυθμούς περιστροφής της εργαλειομηχανής που υπερβαίνουν τις 2200 rpm. Πραγματοποιήθηκε με αυτό τον τρόπο ανάπτυξη μεταλλικών αφρών με συμμετοχή του πορώδους επί της συμπαγούς μάζας άνω του 70%, για θερμοκρασία αεροποίησης 725 °C και χρονική διάρκεια παραμονής σε αυτή 10 min (Σχήμα 2.2-8). Σε ό,τι αφορά στην ομοιομορφία της μορφολογίας των πόρων, αυτή φάνηκε να εξαρτάται κυρίως από την ποσοστιαία προσθήκη του σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 .



Σχήμα 2.2-7: Συσχέτιση μεταξύ ταχύτητας περιστροφής και έντασης ανάδευσης με το αναπτυσσόμενο πορώδες για θερμοκρασία αεροποίησης 725 °C και εφαρμογή 1, 2 και 4 περασμάτων FSP (Hangai et al., 2010b).



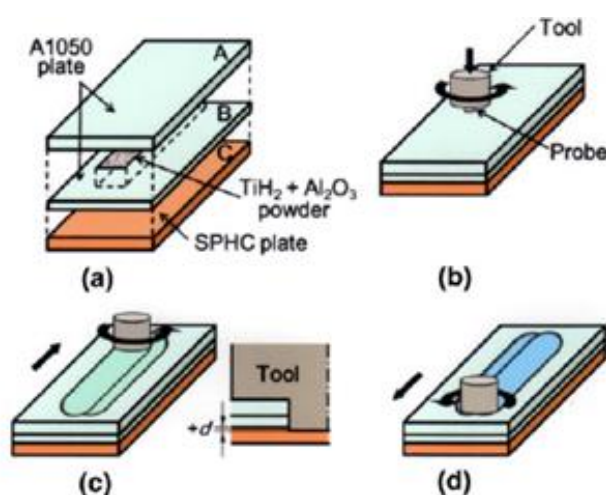
Σχήμα 2.2-8: Κατανομή και μέσο μέγεθος ανάπτυξης πορώδους για εφαρμογή 2 περασμάτων και επιβολή 2200 rpm ταχύτητα περιστροφής, θερμοκρασία αεροποίησης 725 °C και ποσοστιαία συμμετοχή σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 7% κ.β (Hangai et al., 2010b).

Από τους Yoshihiko Hangai, Shinji Koyama et al κατασκευάστηκε το 2010 σύνθετο σώμα μεταλλικού αφρού αλουμινίου κράματος AA1050 περικλειόμενο πλευρικά από την μία πλευρά με φύλλο κοινού ανθρακούχου χάλυβα (SPHC low-carbon steel) μέσω της μεθόδου FSP (Hangai et al., 2010a). Ως παράγοντας

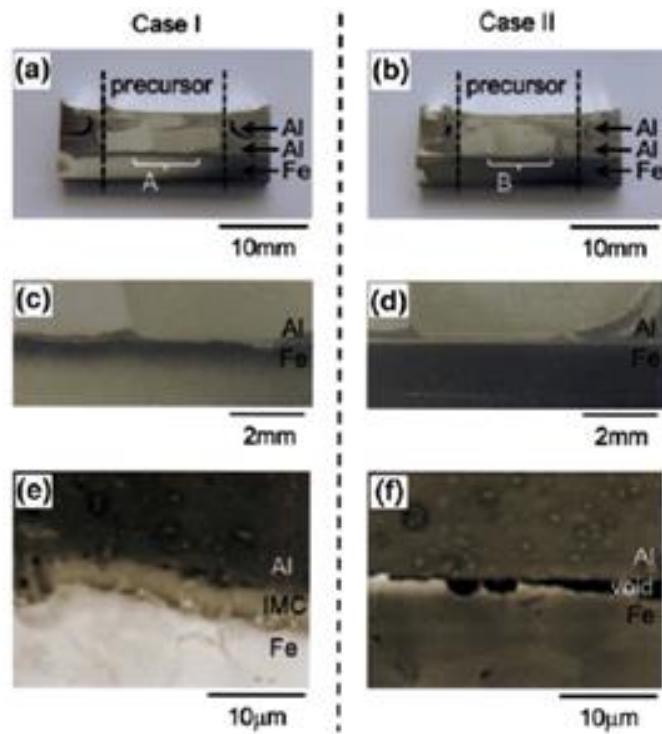
αφροποίησης προστέθηκε TiH_2 σε ποσοστιαία συμμετοχή 2% κ.ο. και ως παράγοντας σταθεροποίησης 10% κ.ο. $\alpha-Al_2O_3$ με μέσο μέγεθος σωματιδίων 1 μm . Πραγματοποιήθηκαν δύο σειρές πειραμάτων. Στην πρώτη σειρά πειραμάτων, ο πείρος εισερχόταν σε όλο το αλουμίνιο αλλά και στον χάλυβα κατά 0,2 mm, ενώ στη δεύτερη σειρά, ο πείρος εισερχόταν σε όλο το αλουμίνιο αλλά οριακά άγγιζε την επιφάνεια της πλάκας χάλυβα (Σχήμα 2.2-9). Μετά από μεταλλογραφικό έλεγχο, παρατηρήθηκε ότι στην πρώτη σειρά πειραμάτων δημιουργήθηκε στη διεπαφή μια διαμεταλλική ένωση (Fe_2Al_5) (Σχήμα 2.2-10 πρόδρομα δοκίμια, Σχήμα 2.2-11 αντίστοιχα αφροποιημένα δοκίμια). Στη δυναμική μηχανική δοκιμή κρούσεως (drop weight impact test) παρατηρήθηκε ότι αυτή η διαμεταλλική ψαθυρή ένωση είχε μεγαλύτερη αντοχή από τον ίδιο τον αφρό, αφού η θραύση κινήθηκε αποκλειστικά εντός του μεταλλικού αφρού. Αντίθετα, στη δεύτερη σειρά πειραμάτων η θραύση φάνηκε να πραγματοποιείται στη ζώνη μετάβασης (Σχήμα 2.2-12).

Πίνακας 5: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2010a).

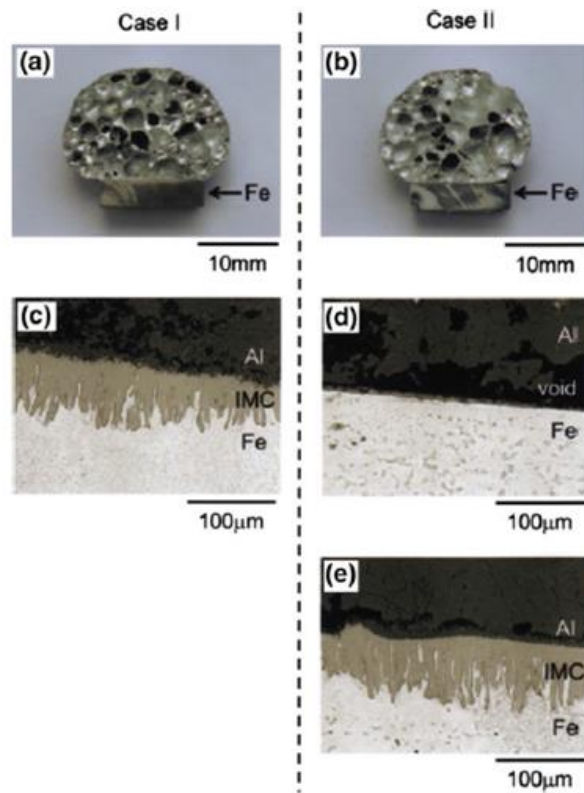
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)		
AA1050& SPHC	$TiH_2 < 45 \mu m$ (N.H.T.)	2	$\alpha-Al_2O_3$, 1 μm	10	730 ($^{\circ}C$)	6,4		
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle ($^{\circ}$)	Number of FSP passes	
Screw probe	6	5	17	100	2200	3	-	



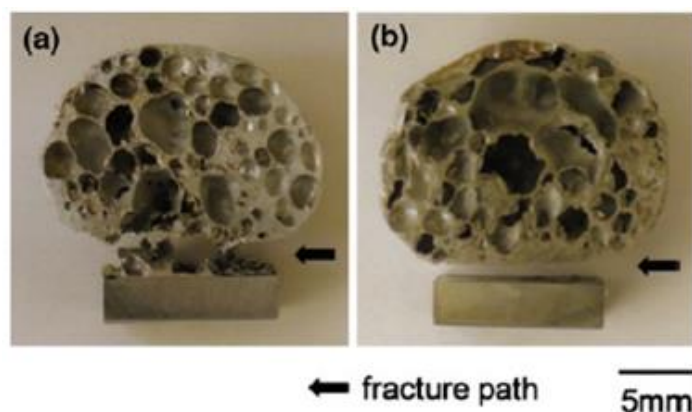
Σχήμα 2.2-9: Διαγραμματική απεικόνιση παρασκευής σύνθετου υλικού αποτελούμενου από πυρήνα κράματος αλουμινίου με πλευρική επικάλυψη από πλάκα χάλυβα (Hangai et al., 2010a).



Σχήμα 2.2-10: Κάθετη τομή από τη ζώνη ανάδευσης των δοκιμίων του πρόδρομου υλικού, όπου απεικονίζεται η μικροδομή των ετερογενών μετάλλων. Επιπρόσθετα, παρατηρείται η εμφάνιση μιας διαμεταλλικής συνδετικής φάσης ανάμεσα στα δύο υλικά (Hangai et al., 2010a).



Σχήμα 2.2-11: Κάθετη τομή σύνθετων μεταλλικών αφρών όπου απεικονίζεται η μικροδομή μεταξύ αφρού κράματος αλουμινίου και πλάκας χάλυβα, η οποία αναπτύχθηκε μέσω φαινομένων αλληλοδιάχυσης (Hangai et al., 2010a).



Σχήμα 2.2-12: Στερεοσκοπική ανάλυση θραυσιγενών επιφανειών όπου γίνεται διακριτός ο μηχανισμός της θραύσης (Hangai et al., 2010a).

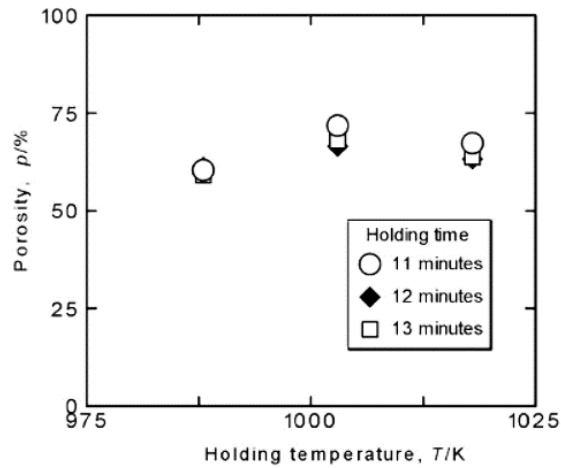
Από την ερευνητική ομάδα των Takao Utsunomiya, KI Tamura et al παρασκευάστηκε το 2010 μεταλλικός αφρός κράματος αλουμινίου 6061 με τη χρήση της μεθόδου FSP (Utsunomiya et al., 2010). Στο πειραματικό μέρος, χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου 6061 πάχους 3,5 mm και μελετήθηκε η επίδραση της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου και του αριθμού των περασμάτων στην τελική πορώδη δομή, καθώς και στη μορφολογία των πόρων. Επίσης, μελετήθηκαν διαφορετικές θερμοκρασίες αεροποίησης, καθώς και διαφορετικοί χρόνοι παραμονής στις θερμοκρασιακές αυτές βαθμίδες

Πίνακας 6: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Utsunomiya et al., 2010).

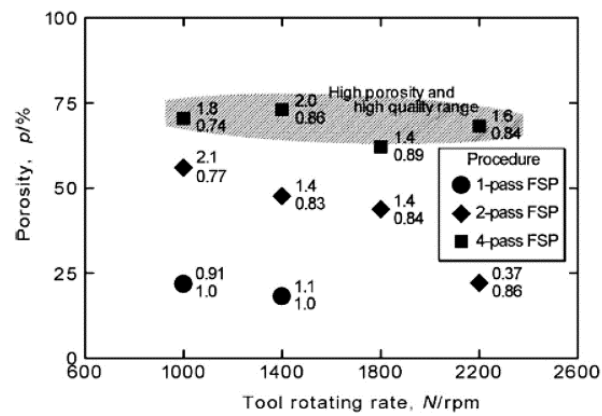
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
AA6061	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	10	715-745 (°C), step 15	11-13, step 1	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000-2200	3	1,2,4

Οι μεταλλικοί αφροί που αναπτύχθηκαν επιτυχώς με τη διαδικασία τριβής δια ανάδευσης και με την εφαρμογή 4 περασμάτων χαρακτηρίζονται από ομοιόμορφη διασπορά πορώδους της τάξης του 70% (Σχήμα 2.2-13 & Σχήμα 2.2-15). Για την επιτυχή και ελεγχόμενη παραγωγή των μεταλλικών αφρών με υψηλό πορώδες, η ταχύτητα περιστροφής της εργαλειομηχανής παρατηρήθηκε ότι πρέπει να κυμαίνεται μέσα στο διάστημα των 1000 και 2200 rpm (Σχήμα 2.2-14). Η μέση διάμετρος

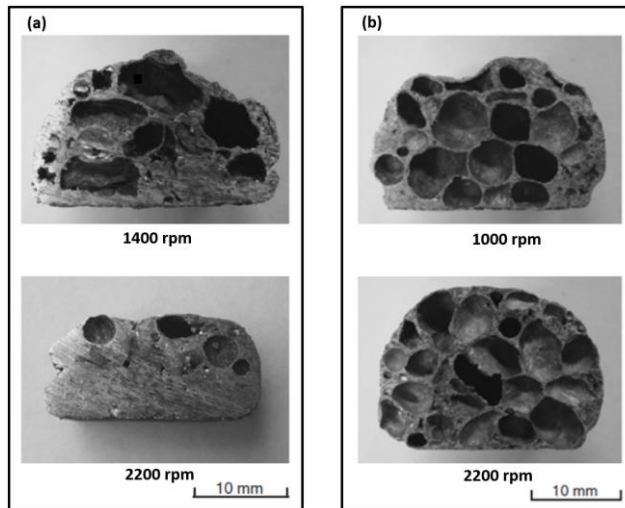
κατανομής των πόρων κυμάνθηκε μεταξύ 1,5 και 2 mm, ενώ υπολογιστικά η σφαιρικότητα αυτών βρέθηκε να προσεγγίζει τη τιμή του 0,8. Παρατηρήθηκε, τέλος, ότι η αυξημένη διάμετρος σχετίζεται μονοσήμαντα με την υψηλή σφαιρικότητα και, κατά συνέπεια, και με τη συνολική ποιοτική απόκριση του μεταλλικού αφρού σε μηχανικές φορτίσεις.



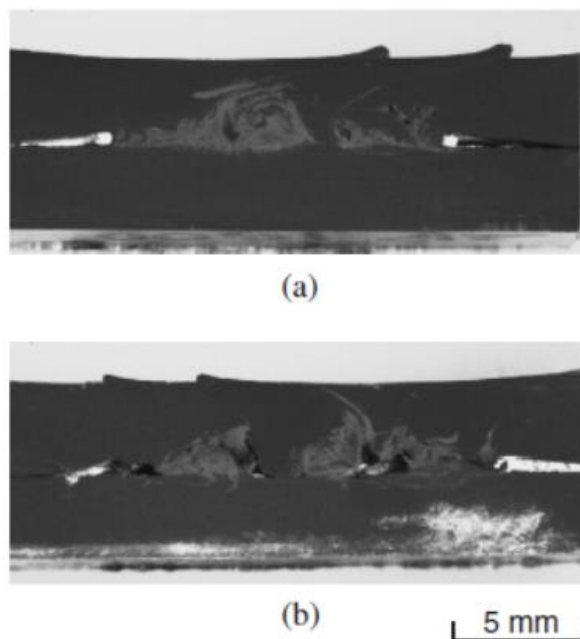
Σχήμα 2.2-13: Μεταβολή πορώδους συναρτήσει της επιβαλλόμενης θερμοκρασίας αφροποίησης (Utsunomiya et al., 2010).



Σχήμα 2.2-14: Μεταβολή πορώδους συναρτήσει της ταχύτητας περιστροφής και του αριθμού των περασμάτων FSP (Utsunomiya et al., 2010).



Σχήμα 2.2-15: (α) Μορφολογία πορώδους δομής διακριτών ταχυτήτων περιστροφής 1400 rpm και 2200 rpm κατά την εφαρμογή 2 περασμάτων FSP, (β) μορφολογία πορώδους δομής διακριτών ταχυτήτων περιστροφής 1000 rpm και 2200 rpm στην εφαρμογή 4 περασμάτων FSP.



Σχήμα 2.2-16: Κάθετη τομή ζώνης ανάδεσης προδρόμου δοκιμίου έπειτα από την εφαρμογή δύο περασμάτων FSP για ταχύτητα περιστροφής α) 1400 rpm και β) 2200 rpm (Utsunomiya et al., 2010).

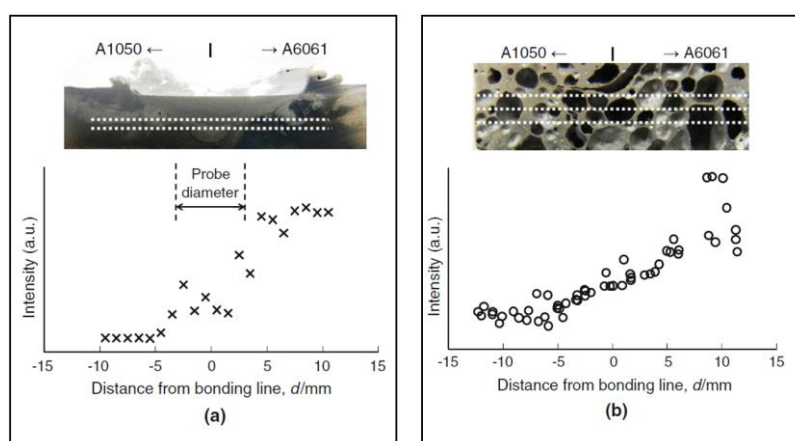
Στο σημείο αυτό, πρέπει να αναφερθεί ότι από την εικόνα στερεοσκοπίας της ζώνης ανάδεσης (Σχήμα 2.2-16) παρατηρούνται αρκετά ελαττώματα, τα οποία οφείλονται στη γενική προσέγγιση της χρήσης δύο πλακών για την ενσωμάτωση του αφροποιητικού και του σταθεροποιητικού παράγοντα. Πιο συγκεκριμένα, παρουσιάζονται κενά (voids) ανάμεσα στις δυο πλάκες εκτός των ζωνών συγκόλλησης

αλλά και εντός σε κάποια σημεία. Επίσης, η συγκεκριμένη προσέγγιση δεν φαίνεται να ευνοεί την καλή ανάδευση εντός των ζωνών συγκολλησεως.

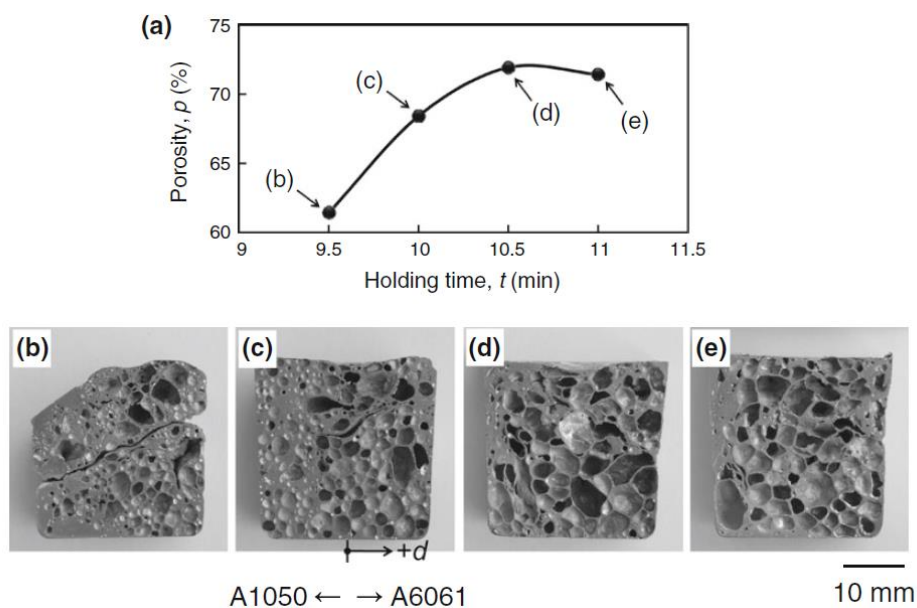
Στην ακόλουθη ερευνητική μελέτη δημιουργήθηκε από τους Yoshihiko Hangai, Yutaro Oba το 2011 σύνθετος αφρός αλουμινίου διαβαθμισμένου πορώδους (Functionally Graded), με χρήση ανομοιογενών κραμάτων A1050 & A6061 (Hangai et al., 2011). Η κατασκευή των πρόδρομων δοκιμίων, καθώς και η συγκόλληση μεταξύ αυτών, έγιναν με τη μέθοδο FSP. Σύμφωνα με τα αποτελέσματα της μεταλλογραφικής ανάλυσης, η ποσοστιαία κατανομή της συμμετοχής του μαγνησίου στην περιοχή της συγκόλλησης μεταβάλλεται σταδιακά και με σταθερή τάση από το κράμα A1050 στο A6061 (Σχήμα 2.2-17). Ο τελικός σύνθετος αφρός χαρακτηριζόταν από πολύ καλή μικρογραφική ομοιογένεια και ομαλότητα μετάβασης μεταξύ των δύο διακεκριμένων δικτύων κατανεμημένου πορώδους (Σχήμα 2.2-18(d)).

Πίνακας 7: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2011).

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050 & A6061	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	10	730(°C)	9,5-11 step 0,5	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	A1050:2200 A6061:1000	3	A1050:2 A6061:4



Σχήμα 2.2-17: Προσδιορισμός κατανομής του κραματικού στοιχείου Mg στο επίπεδο επαφής των δύο προδρόμων δοκιμίων έπειτα από την εφαρμογή της τεχνικής FSW και στη διεπιφάνεια συναρμογής των μεταλλικών αφρών έπειτα από τη θερμική κατεργασία αφροποίησης (Hangai et al., 2011).

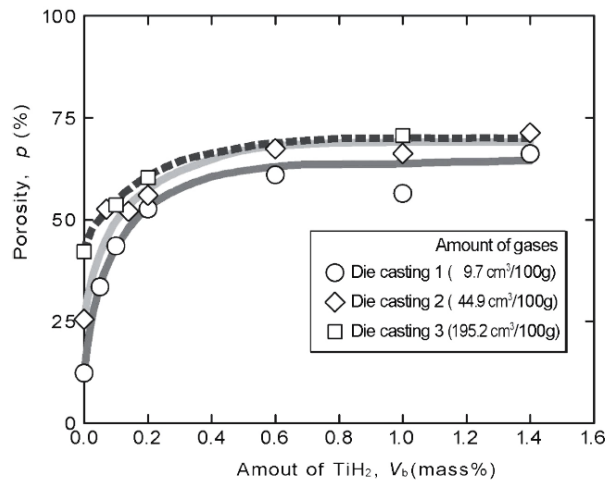


Σχήμα 2.2-18: Συγκριτική απεικόνιση ρυθμού ανάπτυξης του πορώδους συναρτήσει του χρόνου παραμονής στη θερμοκρασία αφροποίησης, για σύνθετο μεταλλικό αφρό κραμάτων αλουμινίου A1050-A6061 διαβαθμισμένου πορώδους (Hangai et al., 2011).

Όπως αναφέρθηκε στην αρχή την βιβλιογραφικής ανασκόπησης, οι Yoshihiko Hangai and Takao Utsunomiya κατασκεύασαν αφρό αλουμινίου χαμηλού πορώδους χωρίς την ενσωμάτωση αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 . Σε συνέχεια αυτής της έρευνας, το 2011, οι Takao Utsunomiya et al (Utsunomiya et al., 2011) παρασκεύασαν μεταλλικό αφρό συνδυαστικά με τη χρήση πλακών αλουμινίου ADC12, στις οποίες είχε ήδη εισαχθεί μεγάλη ποσότητα συμπιεσμένου αερίου κατά τη διαδικασία της χύτευσης υψηλής πίεσης (high-pressure die casting), αλλά και με επιπλέον χρήση αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 . Πιο συγκεκριμένα, στην πειραματική διαδικασία μελετήθηκε η επίδραση διαφορετικών ποσοστιαίων συμμετοχών του μέσου αφροποίησης TiH_2 σε συνδυασμό με την ήδη υπάρχουσα ποσότητα αερίου που έχει εισαχθεί και εγκλωβιστεί στο δοκίμιο κατά τη διαδικασία της χύτευσης.

Πίνακας 8: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Utsunomiya et al., 2011).

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



Σχήμα 2.2-19: Συσχέτιση μεταξύ ανάπτυξης πορώδους συγκριτικά με το κλάσμα όγκου προσθήκης του παράγοντα αεροποίησης για θερμική κατεργασία αεροποίησης στους 715 °C και χρονική διάρκεια παραμονής 7min (Utsunomiya et al., 2011).

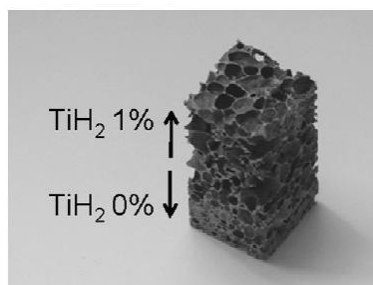
Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι η ομοιογένεια της κατανομής του μέσου μεγέθους, η ομοιομορφία της διασποράς και η σφαιρικότητα του πορώδους είναι ελεγχόμενα και ισχυρά εξαρτώμενα στοιχεία από τα κλάσμα όγκου συμμετοχής του αεροποιητικού παράγοντα. Παρατηρήθηκε επίσης ότι η συμβολή του ποσοστού συμμετοχής εγκλεισμένων αερίων γίνεται λιγότερο σημαντική με την αύξηση προσθήκης του παράγοντα αεροποίησης (Σχήμα 2.2-19). Ανεξάρτητα από τη βαθμίδα και την ένταση εγκλεισμού αερίων, παρατηρήθηκε ότι, για να παραχθούν μεταλλικοί αφροί αλουμινίου με πορώδες άνω του 70%, απαιτείται κατ' ελάχιστο η προσθήκη 0.6% κ.β. TiH₂. Κατά την απουσία παράγοντα αεροποίησης, παρουσιάστηκε ανάπτυξη μη ομοιογενώς κατανεμημένων πόρων εντός της μητρικής περιοχής. Με τη σταδιακά αυξανόμενη προσθήκη του παράγοντα αεροποίησης, τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά των πόρων, η μορφολογία τους καθώς και το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών εμφάνισαν σταθερότητα και επαναλήψιμη απόκριση, αποσβένοντας τις διακυμάνσεις που θα μπορούσαν να παρουσιαστούν λόγω διαφορετικής περιεκτικότητας εγκλεισμού αερίων κατά τη χύτευση.

Το 2012, παρασκευάστηκαν από την ερευνητική ομάδα των Yoshihiko Hangai, Kazuya Takahashi et al μεταλλικοί αφροί αλουμινίου χαρακτηριζόμενοι από διαβαθμισμένο πορώδες με τη χρήση της μεθόδου (FSP) (Hangai et al., 2012b). Χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12, στις οποίες είχε ήδη εισαχθεί μεγάλη ποσότητα αερίου κατά διαδικασία της χύτευσης υψηλής πίεσης (high-pressure die casting). Στην πάνω πλάκα εισήχθη επιπρόσθετα ποσοστό παράγοντα αεροποίησης

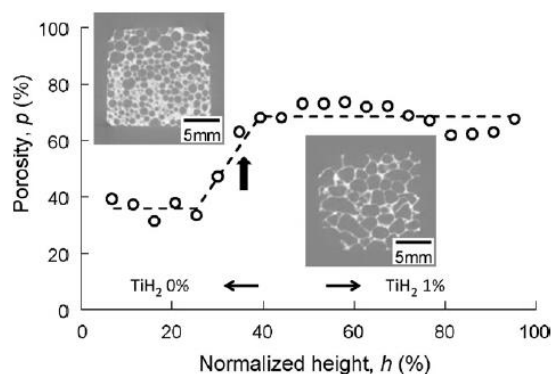
TiH₂ 1%, ενώ στην κάτω πλάκα δεν προστέθηκε μέσο αφροποίησης, δεδομένου ότι αφροποιήθηκαν μόνο τα αέρια που είχαν παγιδευτεί κατά τη χύτευση υψηλής πίεσης (Σχήμα 2.2-20). Οι παραχθέντες αφροί αλουμινίου διαβαθμισμένου πορώδους (Σχήμα 2.2-21) κατά τις δοκιμές μονοαξονικής συμπίεσης παρουσίασαν, όπως ήταν αναμενόμενο, δύο ξεχωριστά στάδια κατάρρευσης, καθώς και δύο διαφορετικές περιοχές πλατώ. Η κατώτερη βαθμίδα του μεταλλικού αφρού παρουσίασε πλήρη παραμόρφωση μέχρι το ανώτατο όριο του 50%, ενώ η ανώτερη βαθμίδα χαρακτηρίστηκε από το φαινόμενο της πυκνοποίησης κατά τα ποσοστά παραμόρφωσης μεταξύ 50-70% (Σχήμα 2.2-22).

Πίνακας 9: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2012b).

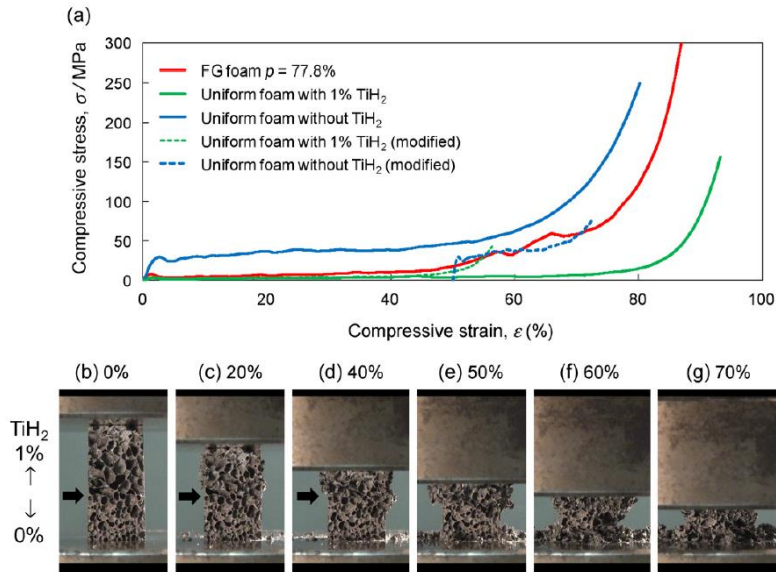
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
ADC12	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	0-1,4	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	5	700-730(°C), step 15	6-8, step 1	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating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



Σχήμα 2.2-20: Παραχθείς μεταλλικός αφρός διαβαθμισμένου πορώδους (Hangai et al., 2012b).



Σχήμα 2.2-21: Συσχέτιση μεταξύ υψομετρικής στάθμης δείγματος και κατανομής μέσου μεγέθους του πορώδους (Hangai et al., 2012b).

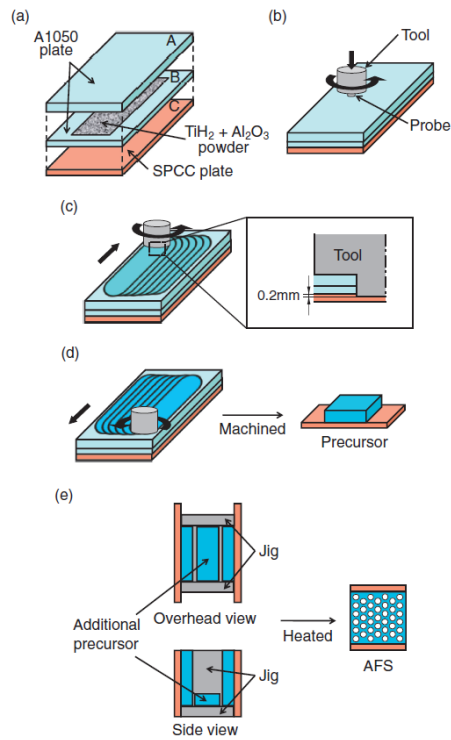


Σχήμα 2.2-22: Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης και δυναμική απεικόνιση παραμορφωσιμότητας μεταλλικών αφρών διαβαθμισμένου πορώδους (Hangai et al., 2012b).

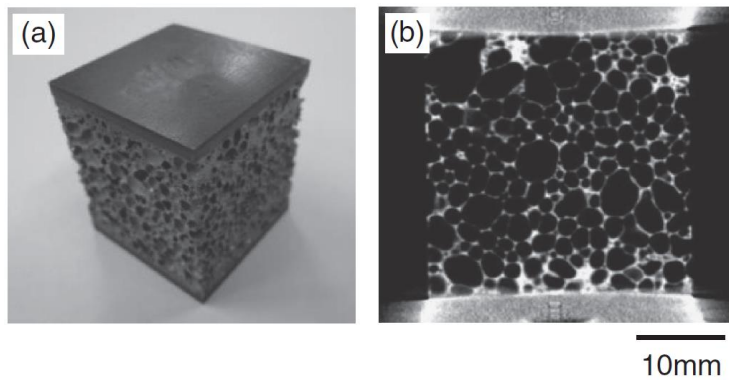
Από τους ερευνητές Yoshihiko Hangai, Nobuyuki Ishii et al (Hangai et al., 2012a) κατασκευάστηκαν το 2012, μέσω εφαρμογής της μεθόδου FSP, σύνθετα δοκίμια σε μορφή sandwich, τα οποία είχαν πυρήνα αφρού αλουμινίου (AA1050) και εξωτερικό περίβλημα κοινού ανθρακούχου χάλυβα (SPHC low-carbon steel) (Σχήμα 2.2-23 & Σχήμα 2.2-24). Κατά το στάδιο της θερμικής κατεργασίας αεροποίησης, δημιουργήθηκαν διαμεταλλικές ενώσεις στην διεπαφή των δύο υλικών, οι οποίες μελετήθηκαν μέσω της τεχνικής προσδιορισμού του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης EBSD (Σχήμα 2.2-25). Επίσης, στα δοκίμια τύπου sandwich πραγματοποιήθηκαν πειράματα εφελκυσμού, όπου και παρατηρήθηκε θραύση όχι στην ψαθυρή διαμεταλλική ένωση, αλλά στη μητρική φάση του μεταλλικού αφρού (Σχήμα 2.2-26).

Πίνακας 10: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2012a).

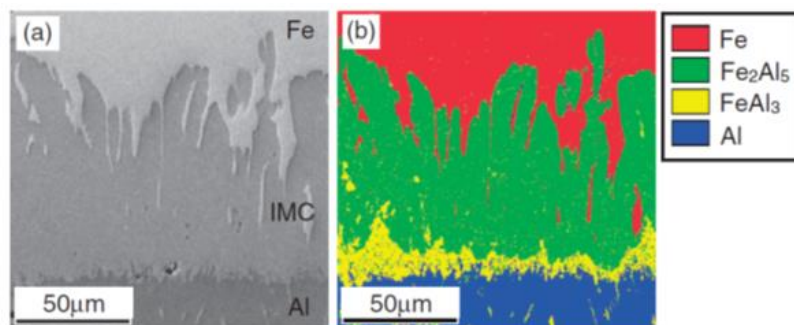
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
AA1050 & SPCC	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	2	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	10	730(°C)	9,5	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	2200	3	7 lines x 2pass



Σχήμα 2.2-23: Μέθοδος παρασκευής δοκιμίων τύπου sandwich (Hangai et al., 2012a).

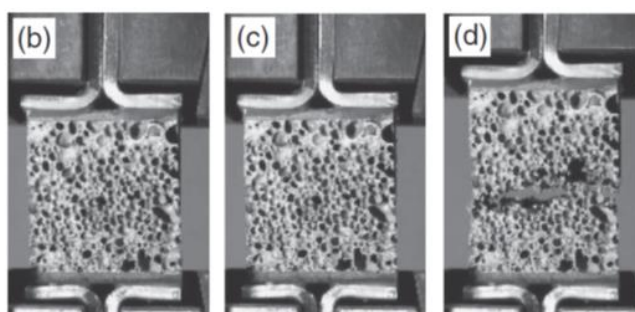


Σχήμα 2.2-24: Δομή σύνθετων δοκιμίων τύπου sandwich (Hangai et al., 2012a).



Σχήμα 2.2-25: Μικρογραφικός ιστός ανάπτυξης και χάρτης κατανομής των φάσεων στη διεπιφάνεια των δύο υλικών (Hangai et al., 2012a).

Η διεπιφάνεια των δύο υλικών παρουσίασε πολύ καλή διασυνδεσιμότητα, καθώς κατά τη θερμική κατεργασία της αεροποίησης αναπτύσσεται, λόγω αλληλοδιάχυσης (interdiffusion), μια λεπτή διαστρωματική περιοχή, η οποία αποτελείται από τις ενδομεταλλικές φάσεις $FeAl_3$ και Fe_2Al_5 (Σχήμα 2.2-25). Τα πειράματα εφελκυσμού έδειξαν ότι αυτή η διαστρωματική ενδομεταλλική ένωση, το μήκος της οποίας εκτείνεται περί τα 65 μm , παρουσιάζει μεγαλύτερη αντοχή σε εφελκυσμό σε σχέση με το μεταλλικό αφρό, στον οποίο ξεκίνησε και διαδόθηκε η αστοχία.

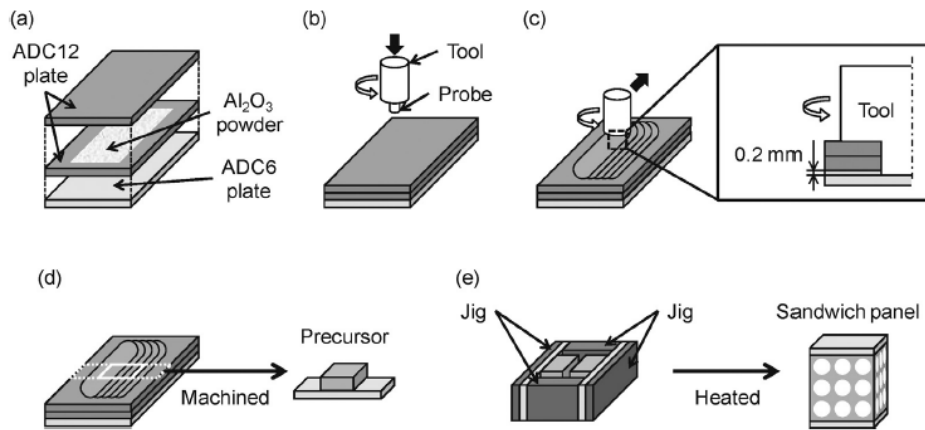


Σχήμα 2.2-26: Μονοαξονικός εφελκυσμός σε δοκίμιο τύπου sandwich αποτελούμενο από πυρήνα αφρού αλουμινίου και πλευρική επικάλυψη φύλλα χάλυβα (Hangai et al., 2012a).

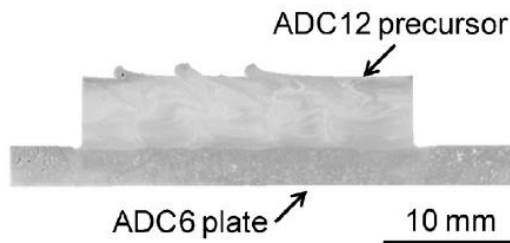
Το 2014, οι Yoshihiko Hangai, Hiroto Kamada et al (Hangai et al., 2014a) κατασκεύασαν αντίστοιχα δομές τύπου sandwich με χρήση της μεθόδου FSP, οι οποίες αποτελούνταν από πυρήνα αφρού αλουμινίου (ADC12) και κέλυφος αλουμινίου κράματος ADC6 (Σχήμα 2.2-27 & Σχήμα 2.2-28). Κατά το στάδιο θερμικής κατεργασίας αεροποίησης, οι πλάκες αλουμινίου ADC6 δεν παρουσίασαν καθόλου στρεβλώσεις, ενώ τα τελικά δοκίμια παρουσίασαν πολύ καλή εσωτερική δομή με βέλτιστη κατανομή πόρων (Σχήμα 2.2-29). Στα δοκίμια τύπου sandwich πραγματοποιήθηκαν πειράματα εφελκυσμού, όπου παρατηρήθηκε θραύση όχι στην διεπιφάνεια των δύο κραμάτων αλουμινίου, αλλά στη μητρική φάση του μεταλλικού αφρού.

Πίνακας 11: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2014a).

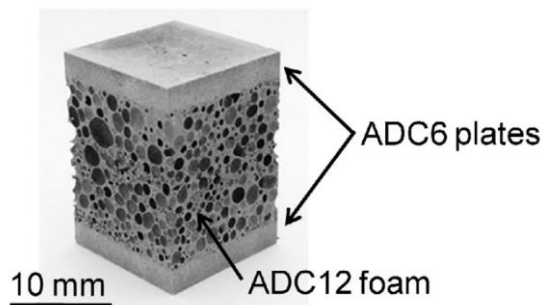
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
AA1050 & SPCC	TiH ₂ <45 μm (N.H.T.)	2	α -Al ₂ O ₃ , 1 μm	10	730(°C)	9,5	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	2200	3	7 lines x 2pass



Σχήμα 2.2-27: Μέθοδος παρασκευής δοκιμίων τύπου “σάντουιτς” (Hangai et al., 2014a).



Σχήμα 2.2-28: Δομή πρόδρομου δοκιμίου (precursor – Σχήμα 2.2-27) κάθετα στον άξονα της κατεργασίας FSP (Hangai et al., 2014a).

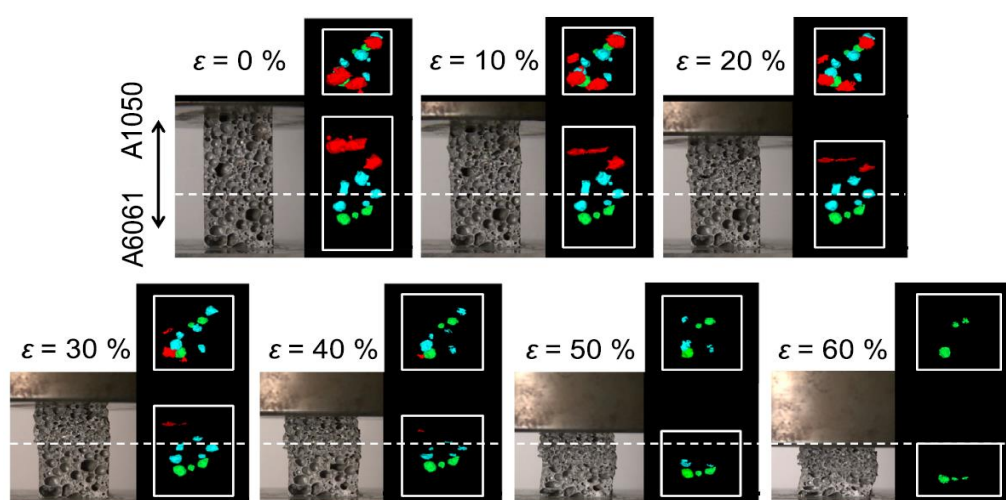


Σχήμα 2.2-29: Δομή τελικού δοκιμίου τύπου sandwich (Hangai et al., 2014a).

Το 2014, δημιουργήθηκε από τους Yoshihiko Hangai, Kousuke Saito et al σύνθετος αφρός αλουμινίου διαβαθμισμένης πορώδους δομής με συμμετοχή των κραμάτων AA1050 και AA6061 (Hangai et al., 2014b). Η κατασκευή των προδρόμων δοκιμίων, καθώς και η συγκόλληση μεταξύ τους, πραγματοποιήθηκαν με τη μέθοδο FSP. Στην παρούσα εργασία, εφαρμόστηκαν επιπλέον πειράματα δυναμικής μηχανικής δοκιμής μονοαξονικής συμπίεσης.

Πίνακας 12: Συγκεντρωτικός πίνακας παραμέτρων πειραμάτων δημοσίευσης (Hangai et al., 2014b).

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
AA1050 & AA6061	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	0,4	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	5	730(°C)	12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	8 to 4	9,3	19,5	A1050:100	A1050:2200	3	A1050:3
				A6061:50	A6061:1000		A6061:4



Σχήμα 2.2-30: Σταδιακή απεικόνιση της δυναμικής θλιπτικής παραμόρφωσης σύνθετου μεταλλικού αφρού διαβαθμισμένου πορώδους (Hangai et al., 2014b).

Τα αποτελέσματα των μηχανικών δοκιμών συμπίεσης στους αφρούς διαβαθμισμένης πορώδους δομής έδειξαν ότι η παραμόρφωση ξεκίνησε από το τμήμα του αφρού αλουμινίου AA1050 και, στη συνέχεια, επεκτάθηκε στο τμήμα του αφρού αλουμινίου AA6061 (Σχήμα 2.2-30). Με αυτό τον τρόπο, επετεύχθη εντοπισμένη παραμόρφωση σε επιθυμητό σημείο στο διαβαθμισμένης δομής αφρό. Επιπλέον, στα διαγράμματα τάσης-παραμόρφωσης παρατηρήθηκαν δύο διακριτά σημεία πλατώ, τα οποία αντιστοιχούσαν στην ξεχωριστή παραμόρφωση των δύο κραμάτων. Η τάση πλατώ του αφρού αλουμινίου AA1050 ήταν χαμηλότερη σε σχέση με του AA6061. Από αυτό προκύπτει ότι σύνθετοι αφροί με διαφορετικές και ιδιαίτερες μηχανικές ιδιότητες μπορούν να παραχθούν μέσω της μεθόδου FSP.

2.3 Σχολιασμός αποτελεσμάτων βιβλιογραφικής ανασκόπησης

Τις τελευταίες δεκαετίες έχει παρουσιαστεί ιδιαίτερο ενδιαφέρον, τόσο στον επιστημονικό όσο και στο βιομηχανικό χώρο, για την παραγωγή διαφόρων σύνθετων επιφανειακά υλικών, τα οποία συνήθως εμφανίζουν σημαντικά βελτιωμένες ιδιότητες σε σχέση με το μέταλλο βάσης. Οι υπάρχουσες τεχνικές για το σχηματισμό επιφανειακών συνθέτων βασίζονται κυρίως σε κατεργασίες υγρής φάσης σε υψηλές θερμοκρασίες. Σε αυτή την περίπτωση, καθίσταται δύσκολη η αποφυγή της διεπιφανειακής αντίδρασης μεταξύ της φάσης ενίσχυσης και της μεταλλικής μήτρας, καθώς και του σχηματισμού μη επιθυμητών φάσεων, με κίνδυνο να υποβαθμιστούν οι τελικές ιδιότητες του συνθέτου. Στο πρώτο κομμάτι της βιβλιογραφικής έρευνας που πραγματοποιήθηκε (Κεφάλαιο 2.1), κατέστη εμφανές πως η μέθοδος της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης αποτελεί μία μέθοδο που έχει προκαλέσει το ενδιαφέρον της ερευνητικής κοινότητας παγκοσμίως, λόγω του ότι είναι μια τεχνική δημιουργίας σύνθετου υλικού στερεάς φάσης. Η μέθοδος της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης έχει χρησιμοποιηθεί για την παραγωγή σύνθετων υλικών με διαφορετικούς συνδυασμούς ενισχυτικών φάσεων, αλλά και μητρικών υλικών, με τα αποτελέσματα να παρουσιάζουν εμφανείς μεταβολές των μηχανικών, αλλά και φυσικών ιδιοτήτων των συνθέτων υλικών συγκριτικά με τα αρχικά μέταλλα βάσης. Για την επίτευξη των επιθυμητών αποτελεσμάτων έχουν χρησιμοποιηθεί διαφορετικές προσεγγίσεις, τόσο στο κομμάτι του τρόπου εισαγωγής της ενισχυτικής φάσης, όσο στις παραμέτρους εφαρμογής της μεθόδου της κατεργασίας. Για την εισαγωγή των ενισχυτικών σωματιδίων στο μέταλλο βάσης οι βασικότερες μέθοδοι που εφαρμόστηκαν είναι: α) η δημιουργία αυλάκων, β) η δημιουργία οπών και γ) η χρήση πλάκας επικάλυψης.

Η εφαρμογή της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης για την παρασκευή μεταλλικών αφρών μελετήθηκε για πρώτη φορά το 2008 από τους Yoshihiko Hangai and Takao Utsunomiya και μέχρι σήμερα η ίδια ερευνητική ομάδα έχει δημοσιεύσει ένα μικρό αριθμό σημαντικών ερευνητικών εργασιών σε διεθνή περιοδικά υψηλού κύρους. Σε όλες αυτές τις ερευνητικές εργασίες ο βασικός κορμός της μεθόδου παρασκευής των αφρών έχει παραμείνει σταθερός. Η μέθοδος στηρίζεται αρχικά στην εισαγωγή των αεροποιητικών και σταθεροποιητικών σωματιδίων, με τοποθέτηση της σκόνης ακανόνιστα ανάμεσα σε δύο πλάκες αλουμινίου (χωρίς τη χρήση οπών ή αυλάκων) και στη συνέχεια την πραγματοποίηση περασμάτων FSP για την

ενσωμάτωση των σωματιδίων στις δυο πλάκες. Η προσέγγιση αυτή παρουσιάζει αρκετά μειονεκτήματα:

- i. Αρχικά, δεν είναι δυνατός ο υπολογισμός της ακριβούς ποσότητας των κόνεων που έχουν ενσωματωθεί σε κάθε πέρασμα FSP (γι' αυτό και η μέθοδος υπολογισμού των ποσοστών που αναγράφονται δεν αναφέρονται σε καμία δημοσίευση).
- ii. Τα αλληπάλληλα περάσματα τύπου lap-joint είναι δυνατόν να δημιουργήσουν ατέλειες και κενά, όπως φαίνονται χαρακτηριστικά και στο Σχήμα 2.2-16. Τέτοιου είδους ατέλειες είναι γνωστές και παρουσιάζονται σε συγκολλήσεις FSW τύπου lap-joint (εδώ να αναφέρουμε πως η μέθοδος που εφαρμόζεται είναι παρόμοια με συγκόλληση FSW τύπου lap-joint, με τη διαφορά πως ανάμεσα στις δύο πλάκες παρεμβάλλεται σκόνη).
- iii. Ο παραγόμενος μεταλλικός αφρός πρέπει να δημιουργηθεί αναγκαστικά σε όλο το μήκος και πλάτος των δύο πλακών και δεν είναι δυνατό να δημιουργηθούν τοπικές περιοχές ενισχυμένων μεταλλικών αφρών.
- iv. Η απαίτηση δύο πλακών εμποδίζει την δημιουργία τοπικών μεταλλικών αφρών σε ήδη υπάρχοντα μεταλλικά δοκίμια/εξαρτήματα.

Παράλληλα, θα πρέπει να τονίσουμε δύο βασικές παραμέτρους:

- i. Στο σύνολο των δημοσιεύσεων που παρουσιάστηκαν στο Κεφάλαιο 2.2, ως σταθεροποιητικός παράγοντας χρησιμοποιήθηκε μόνο οξειδίο του αλουμινίου (Al_2O_3) σε μικρο-κλίμακα, αν και η διεθνής βιβλιογραφία που αφορά στην ενίσχυση μεταλλικών αφρών αναφέρει ότι η ενίσχυση με κεραμικές σκόνες σε νανο-κλίμακα βελτιώνει σημαντικά τις μηχανικές ιδιότητες, αλλά και την τελική πορώδη δομή. (Duarte and Ferreira, 2016b)
- ii. Δεν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης για την παρασκευή μεταλλικών αφρών σε εργοσκληρυνόμενο κράμα αλουμινίου σειράς 5xxx.

2.4 Σκοπός και αντικείμενο διατριβής

Η προσέγγιση της χρήσης δύο πλακών για την εισαγωγή των αεροποιητικών και ενισχυτικών κόνεων που έχει ακολουθηθεί από τους προηγούμενους ερευνητές, δημιουργεί διάφορα προβλήματα και περιορισμούς εφαρμογής της μεθόδου.

Σκοπός λοιπόν της παρούσας ερευνητικής εργασίας ήταν η δημιουργία και ο χαρακτηρισμός σύνθετων τοπικών μεταλλικών αφρών σε μήτρα κράματος αλουμινίου σειράς 5xxx, ενισχυμένων με νανοσωματίδια, με την χρήση της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP). Για την επίτευξη τοπικών ενισχυμένων αεροποιημένων περιοχών, ακολουθήθηκε προσέγγιση εισαγωγής αεροποιητικών και ενισχυτικών κόνεων μέσω της διάνοιξης αύλακας ορθογωνικής διατομής κατά μήκος πλάκας αλουμινίου.

Αυτή η προσέγγιση δεν αναφέρεται πουθενά στη βιβλιογραφία δημιουργίας μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου FSP και παρουσιάζει αρκετά πλεονεκτήματα, με σημαντικότερο την ικανότητα δημιουργίας ενισχυμένων αεροποιημένων περιοχών σε μεταλλικά δοκίμια/πλάκες/εξαρτήματα, κάτι το οποίο δεν είναι εφικτό με καμία άλλη κατασκευαστική μέθοδο δημιουργίας μεταλλικών αφρών.

Επίσης, πρόκειται για την πρώτη απόπειρα ενίσχυσης με νανοσωματίδια μεταλλικών αφρών κατασκευασμένων με την μέθοδο FSP, καθώς και η πρώτη φορά χρησιμοποίησης κράματος αλουμινίου σειράς 5xxx.

2.5 Βιβλιογραφία κεφαλαίου

- AHN, B.-W., CHOI, D.-H., KIM, Y.-H., JUNG, S.-B., 2012. Fabrication of SiCp/AA5083 composite via friction stir welding. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 22, s634–s638. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(12\)61777-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(12)61777-4)
- Barmouz, M., Asadi, P., Besharati Givi, M.K., Taherishargh, M., 2011. Investigation of mechanical properties of Cu/SiC composite fabricated by FSP: Effect of SiC particles' size and volume fraction. *Mater. Sci. Eng. A* 528, 1740–1749. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2010.11.006>
- Duarte, I., Ferreira, J.M.F., 2016. Composite and nanocomposite metal foams, *Materials*. <https://doi.org/10.3390/ma9020079>
- Faraji, G., Asadi, P., 2011. Characterization of AZ91/alumina nanocomposite produced by FSP. *Mater. Sci. Eng. A* 528, 2431–2440.

<https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2010.11.065>

- Hangai, Y., Ishii, N., Koyama, S., Utsunomiya, T., Kuwazuru, O., Yoshikawa, N., 2012a. Fabrication and Tensile Tests of Aluminum Foam Sandwich with Dense Steel Face Sheets by Friction Stir Processing Route. *Mater. Trans.* 53, 584–587. <https://doi.org/10.2320/matertrans.ME201107>
- Hangai, Y., Kamada, H., Utsunomiya, T., Kitahara, S., Kuwazuru, O., Yoshikawa, N., 2014a. Aluminum alloy foam core sandwich panels fabricated from die casting aluminum alloy by friction stir welding route. *J. Mater. Process. Technol.* 214, 1928–1934. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.04.010>
- Hangai, Y., Koyama, S., Hasegawa, M., Utsunomiya, T., 2010a. Fabrication of aluminum foam/dense steel composite by friction stir welding. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 41, 2184–2186. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0353-9>
- Hangai, Y., Oba, Y., Koyama, S., Utsunomiya, T., 2011. Fabrication of A1050-A6061 functionally graded aluminum foam by friction stir processing route. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 42, 3585–3589. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0944-0>
- Hangai, Y., Ozeki, Y., Utsunomiya, T., 2009. Foaming conditions of porous aluminum in fabrication of ADC12 aluminum alloy die castings by friction stir processing. *Mater. Trans.* 50, 2154–2159. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MAW200904>
- Hangai, Y., Saito, K., Utsunomiya, T., Kuwazuru, O., Yoshikawa, N., 2014b. Fabrication and compression properties of functionally graded foam with uniform pore structures consisting of dissimilar A1050 and A6061 aluminum alloys. *Mater. Sci. Eng. A* 613, 163–170. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2014.06.039>
- Hangai, Y., Takahashi, K., Utsunomiya, T., Kitahara, S., Kuwazuru, O., Yoshikawa, N., 2012b. Fabrication of functionally graded aluminum foam using aluminum alloy die castings by friction stir processing. *Mater. Sci. Eng. A* 534, 716–719. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.11.100>
- Hangai, Y., Utsunomiya, T., 2009a. Fabrication of porous aluminum by friction stir processing. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 40, 275–277. <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9733-9>
- Hangai, Y., Utsunomiya, T., 2009b. Fabrication of porous aluminum using gases intrinsically contained in aluminum alloy die castings. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 40, 1284–1287. <https://doi.org/10.1007/s11661-009-9835-z>
- Hangai, Y., Utsunomiya, T., Hasegawa, M., 2010b. Effect of tool rotating rate on foaming properties of porous aluminum fabricated by using friction stir processing. *J. Mater. Process. Technol.* 210, 288–292. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.09.012>
- Hodder, K.J., Izadi, H., McDonald, A.G., Gerlich, A.P., 2012. Fabrication of aluminum–alumina metal matrix composites via cold gas dynamic spraying at low

- pressure followed by friction stir processing. *Mater. Sci. Eng. A* 556, 114–121.
<https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2012.06.066>
- Lee, C.J., Huang, J.C., Hsieh, P.J., 2006. Mg based nano-composites fabricated by friction stir processing. *Scr. Mater.* 54, 1415–1420.
<https://doi.org/10.1016/J.SCRIPTAMAT.2005.11.056>
- Mishra, R.S., Ma, Z.Y., Charit, I., 2003. Friction stir processing: A novel technique for fabrication of surface composite. *Mater. Sci. Eng. A*.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00199-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00199-5)
- Russell Goodall, A.M., 2014. Porous Metals, in: *Physical Metallurgy (Fifth Edition)*. pp. 2399–2595.
- Sharifitabar, M., Sarani, A., Khorshahian, S., Shafiee Afarani, M., 2011. Fabrication of 5052Al/Al₂O₃ nanoceramic particle reinforced composite via friction stir processing route. *Mater. Des.* 32, 4164–4172.
<https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2011.04.048>
- Utsunomiya, T., Takahashi, K., Hangai, Y., Kitahara, S., 2011. Effects of amounts of blowing agent and contained gases on porosity and pore structure of porous aluminum fabricated from aluminum alloy die casting by friction stir processing route. *Mater. Trans.* 52, 1263–1268.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.MBW201016>
- Utsunomiya, T., Tamura, K.I., Hangai, Y., Kuwazuru, O., Yoshikawa, N., 2010. Effects of tool rotating rate and pass number on pore structure of A6061 porous aluminum fabricated by using friction stir processing. *Mater. Trans.*
<https://doi.org/10.2320/matertrans.MBW200916>
- Yang, M., Xu, C., Wu, C., Lin, K., Chao, Y.J., An, L., 2010. Fabrication of AA6061/Al₂O₃ nano ceramic particle reinforced composite coating by using friction stir processing. *J. Mater. Sci.* 45, 4431–4438.
<https://doi.org/10.1007/s10853-010-4525-1>

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: Ανάπτυξη μεθόδου παραγωγής τοπικών μεταλλικών αφρών με χρήση σταθεροποιητικού/ενισχυτικού παράγοντα nano γ - Al_2O_3

3.1 Εισαγωγή

Τα πειράματα παραγωγής ενισχυμένων μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP), παρατήρηση/χαρακτηρισμός αυτών με χρήση οπτικής μικροσκοπίας και AFM, καθώς και οι μετρήσεις μικροσκληρότητας πραγματοποιήθηκαν στα εργαστήρια του Τομέα Τεχνολογίας των Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών και στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου. Παρατήρηση/χαρακτηρισμός των δοκιμίων μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας SEM και περίθλασης ακτίνων-X (XRD) πραγματοποιήθηκαν στο Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων-Μεταλλουργών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου. Παρατήρηση/χαρακτηρισμός των δοκιμίων μέσω της τεχνικής EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) πραγματοποιήθηκε στο Ελληνικό Κέντρο Έρευνας Μετάλλων Α.Ε. (ΕΛΚΕΜΕ).

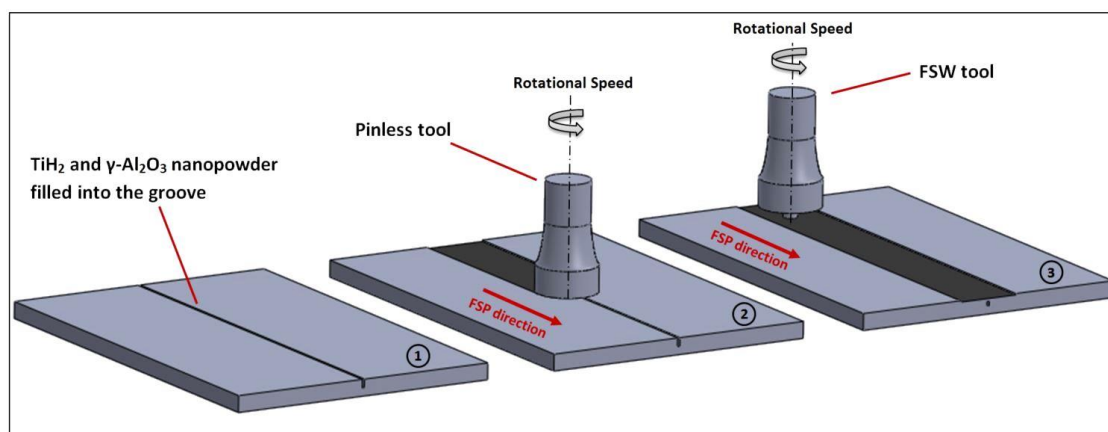
Στην συνέχεια του κεφαλαίου περιγράφονται όλες οι πειραματικές διαδικασίες, που πραγματοποιήθηκαν κατά τη διάρκεια εκπόνησης της παρούσας διδακτορικής διατριβής. Γίνεται εκτενής αναφορά στις παραμέτρους που επιλέχθηκαν για την κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης των δοκιμίων, καθώς και για την ακολουθούσα θερμική κατεργασία αφροποίησης, τα στάδια προετοιμασίας των δειγμάτων και στο σύνολο των εργαστηριακών διατάξεων που χρησιμοποιήθηκαν για το σκοπό αυτό.

3.2 Μεθοδολογία, υλικά και εξοπλισμός

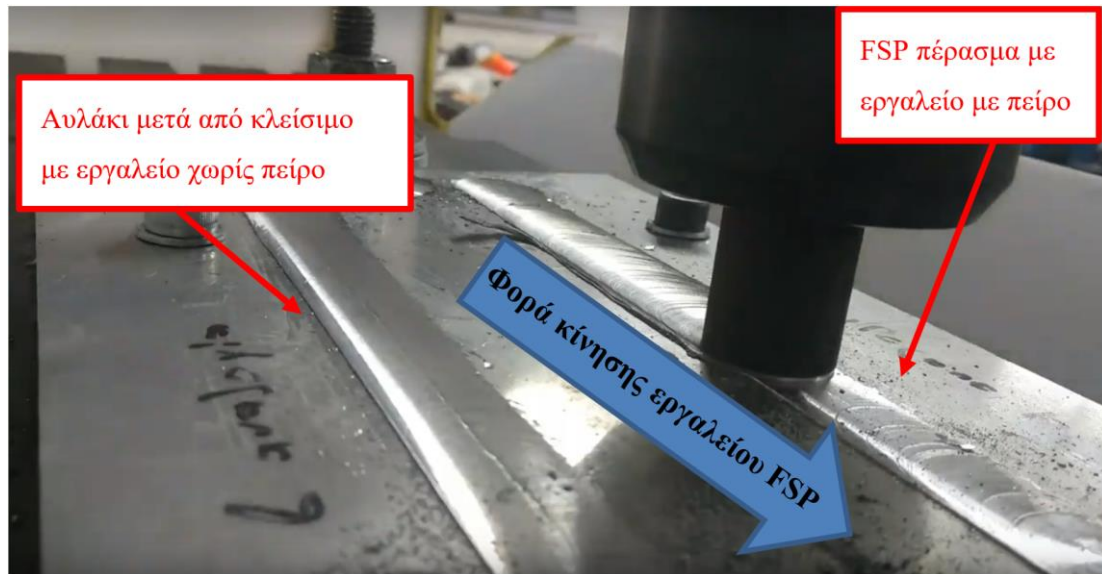
3.2.1 Ανάπτυξη μεθόδου παραγωγής τοπικών ενισχυμένων μεταλλικών αφρών

Η παραγωγή τοπικών ενισχυμένων μεταλλικών αφρών αποτελούμενων από μεταλλική μήτρα ενισχυμένη με κεραμικά νανοσωματίδια πραγματοποιήθηκε μέσω χρήσης της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (FSP) και επιβολή θερμικής κατεργασίας αεροποίησης.

Στάδιο παραγωγής πρόδρομου δοκιμίου μεταλλικού αφρού μέσω FSP: Το πρώτο στάδιο ξεκινά με τη δημιουργία αυλακιών σε πλάκες αλουμινίου, τα οποία πληρούνται με μίγμα σταθερής αναλογίας σταθεροποιητικών και αεροποιητικών παραγόντων (σε μορφή κόνεων) (Σχήμα 3.2-1 (1)). Στη συνέχεια, οι αύλακες με τις κόνεις κλείνουν επιφανειακά με την χρήση ενός εργαλείου FSP χωρίς πείρο (Σχήμα 3.2-1 (2)). Με αυτόν τον τρόπο, εξασφαλίζεται η παραμονή των κόνεων εντός της αύλακας. Το μίγμα αεροποιητικών και σταθεροποιητικών παραγόντων ενσωματώνεται μαζί με την μεταλλική μήτρα στην ζώνη ανάδευσης μέσω αλληπάλληλων περασμάτων FSP (Σχήμα 3.2-1 (3)). Στο Σχήμα 3.2-2 στο αριστερό μέρος φαίνεται μια κλεισμένη αύλακα με την χρήση εργαλείου FSP χωρίς πείρο, ενώ στο δεξιό μέρος φαίνεται μια κλεισμένη αύλακα κατά την διάρκεια δευτέρου επάλληλου περάσματος FSP.



Σχήμα 3.2-1: Στάδιο πειραματικής ανάπτυξης πρόδρομων δοκιμίων (Papantoniou et al., 2018a).



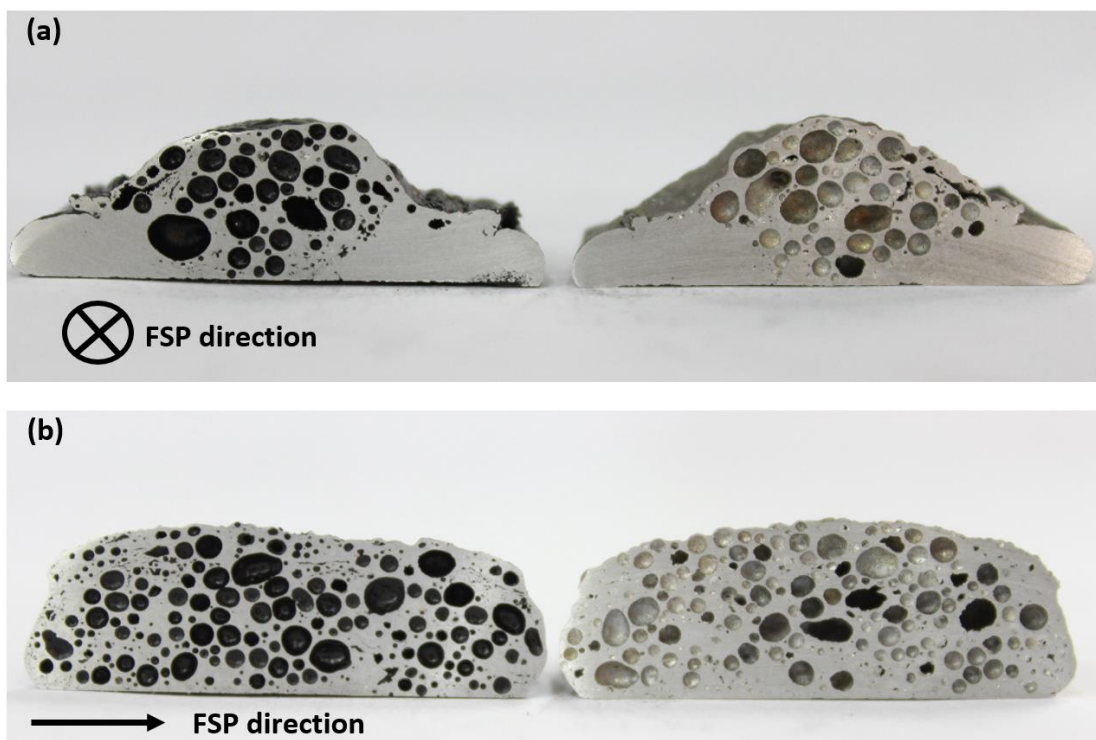
Σχήμα 3.2-2: Αριστερά κλεισμένη αύλακα με την χρήση εργαλείου FSP χωρίς πείρο, ενώ στα δεξιά δεύτερο επάλληλο πέρασμα FSP (εργαλείο με πείρο).

Στάδιο θερμικής κατεργασίας: Μετά την ενσωμάτωση των αεροποιητικών και σταθεροποιητικών κόνεων στη ζώνη ανάδευσης, ακολουθεί η κοπή δοκιμίων σταθερής γεωμετρίας, τα οποία τοποθετούνται σε επαγωγικό φούρνο σε θερμοκρασίες υψηλότερες από την θερμοκρασία τήξεως του αλουμινίου και για συγκεκριμένα χρονικά διαστήματα. Κατά την θερμική διαδικασία, ο ενσωματωμένος στην ζώνη ανάδευσης αεροποιητικός παράγοντας διασπάται και παράγει φυσαλίδες εντός του μητρικού υλικού, το οποίο, λόγω των υψηλών θερμοκρασιών, μετατρέπεται σε μαλακτό υλικό. Ο ενσωματωμένος σταθεροποιητικός παράγοντας, πέρα από την τελική ενίσχυση του αφρού, συμβάλλει στην αύξηση του ιξώδους στο τήγμα, με αποτέλεσμα οι φυσαλίδες του αεροποιητικού παράγοντα να παραμένουν εγκλωβισμένες μέσα στην τηγμένη μεταλλική μήτρα και να μην ελευθερώνονται στο περιβάλλον.

Τα πρόδρομα δοκίμια (δοκίμια πριν την θερμική κατεργασία αεροποίησης – Σχήμα 3.2-3) καθώς και τα τελικά αεροποιημένα δοκίμια (Σχήμα 3.2-4) αποτέμονταν εγκάρσια ως προς την φορά της κατεργασίας FSP για περαιτέρω μελέτη της μικροδομής τους και το συσχετισμό της τελικής πορώδους δομής (ποσοστό αεροποίησης, σφαιρικότητα πόρων) με την μικροδομή της ζώνης ανάδευσης στα πρόδρομα δοκίμια.



Σχήμα 3.2-3: Πρόδρομα δοκίμια.



Σχήμα 3.2-4: Τελικά αφροποιημένα δοκίμια.

Στα επόμενα κεφάλαια, παρουσιάζονται αναλυτικά το σύνολο των εργαστηριακών διατάξεων που χρησιμοποιήθηκαν, τα στάδια προετοιμασίας των δειγμάτων, οι μέθοδοι χαρακτηρισμού που ακολουθήθηκαν και τα υλικά που επιλέχθηκαν και χρησιμοποιήθηκαν.

3.2.2 Μηχανή κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης (FSP)

Για την εκτέλεση των πειραμάτων με τη μέθοδο FSP, χρησιμοποιήθηκε η κατάλληλα τροποποιημένη φρεζομηχανή του Εργαστηρίου Τεχνολογίας των Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών Ε.Μ.Π. (Σχήμα 3.2-5) της κατασκευάστριας βρετανικής εταιρίας C.V.A. Jigs Moulds & Tools LTD. Οι δυνατές ταχύτητες περιστροφής του εργαλείου συγκόλλησης και οι δυνατές ταχύτητες συγκόλλησης της μηχανής (ταχύτητες πρόωσης), παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα.

Πίνακας 13: Ταχύτητες περιστροφής και πρόωσης της μηχανής συγκόλλησης της μηχανής κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης (FSP).

Ταχύτητα Περιστροφής ω (RPM)	25	42	72	121	206	348	590	1000
Ταχύτητα Πρόωσης V (mm/min)	13	21	32	51	83	127	203	318



Σχήμα 3.2-5: Μηχανή συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση.

Όσον αφορά στη συγκράτηση των ελασμάτων, κατασκευάστηκε ειδικά διαμορφωμένη βάση, πάνω στην οποία μπορούσαν να πακτωθούν οι πλάκες του μητρικού υλικού μέσω τεσσάρων κοχλιών τύπου «allen». Με τον τρόπο αυτό

εξασφαλίστηκε αφενός η σταθερή συγκράτηση των πλακών κατά την διάρκεια των περασμάτων FSP και αφετέρου η απαιτούμενη κάθετη δύναμη για την αποφυγή τυχόν παραμορφώσεων (λυγισμός) λόγω των θερμοκρασιών και των δυνάμεων που αναπτύσσονται.

3.2.3 Εργαλείο FSP

Η γεωμετρία του εργαλείου FSP αποτελεί μια από τις σημαντικότερες παραμέτρους της FSP. Έπειτα από βιβλιογραφική ανασκόπηση, τα περιστροφικά εργαλεία FSP που κατασκευάστηκαν είχαν κυκλικής διατομής πείρο με σπείρωμα (M5x1) και μήκος 4 mm. Το περιανχένιο, το οποίο αποτελεί βασικό μέσο θέρμανσης του δοκιμίου, καθώς και μέσο συγκράτησης του αναδευόμενου υλικού, ήταν επίπεδο και είχε διάμετρο 22 mm. Τα εργαλεία κατασκευάστηκαν από εργαλειοχάλυβα SVERKER 21 και με κατάλληλη θερμική κατεργασία απόκτησαν σκληρότητα 61 HRC. Ως κλίση του εργαλείου, έπειτα από προηγούμενες μελέτες του εργαστηρίου και βιβλιογραφική ανασκόπηση, επιλέχθηκαν οι 3°. Η βέλτιστη επιλογή της κλίσης του εργαλείου συμβάλλει στη συγκράτηση του αναδευόμενου υλικού, καθώς και στη μεταφορά του από το εμπρόσθιο προς το οπίσθιο μέρος του πείρου.



Σχήμα 3.2-6: Εργαλείο FSP που χρησιμοποιήθηκε στην πειραματική διαδικασία.

3.2.4 Μέθοδος προσθήκης σωματιδίων στις πλάκες αλουμινίου

Η εισαγωγή των σωματιδίων ενίσχυσης/σταθεροποίησης και των σωματιδίων αεροποίησης στο δοκίμιο έγινε με την κατασκευή αυλάκων κατά μήκος του δοκιμίου και κατά τη διεύθυνση της κατεργασίας. Με αυτόν τον τρόπο, εξασφαλίστηκε η

συνεχής παροχή σωματιδίων αφροποίησης και ενίσχυσης. Έπειτα από βιβλιογραφική έρευνα (Κεφάλαιο 2.1) και προηγούμενα πειράματα του εργαστηρίου, καταλήξαμε στη χρησιμοποίηση ενός αυλακιού ορθογωνικής διατομής στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης. Η χρήση ορθογωνικής αύλακας με μεγάλη αναλογία βάθος/πλάτος συμβάλλει: α) στην καλύτερη κατανομή των κόνων στην ζώνη ανάδευσης, β) στη μείωση της δημιουργίας συσσωματωμάτων και γ) στη διευκόλυνση του σταδίου κλεισίματος με το FSP εργαλείο χωρίς πείρο.

Η ποσότητα των σωματιδίων αφροποίησης/ενίσχυσης που τοποθετείται στις αύλακες με σκοπό τη διασπορά τους στη ζώνη ανάδευσης προκύπτει από τον όγκο των αυλάκων ($V_{grooves}$) προς τον όγκο της ζώνης ανάδευσης (V_{SZ}). Ο λόγος του πρώτου προς το δεύτερο αποτελεί το κλάσμα όγκου της φάσης ενίσχυσης (V_f).

$$V_f = \frac{V_{grooves}}{V_{SZ}} = \frac{A_{grooves}}{A_{SZ}}$$

Όπου,

$A_{grooves}$: Το εμβαδόν των αυλακίων

A_{SZ} : Το εμβαδόν της ζώνης ανάδευσης

Η δημιουργία των αυλάκων πραγματοποιήθηκε με τη χρήση μηχανουργικής οριζόντιας φρέζας Kearny & Trecker 3CE (Σχήμα 3.2-7).

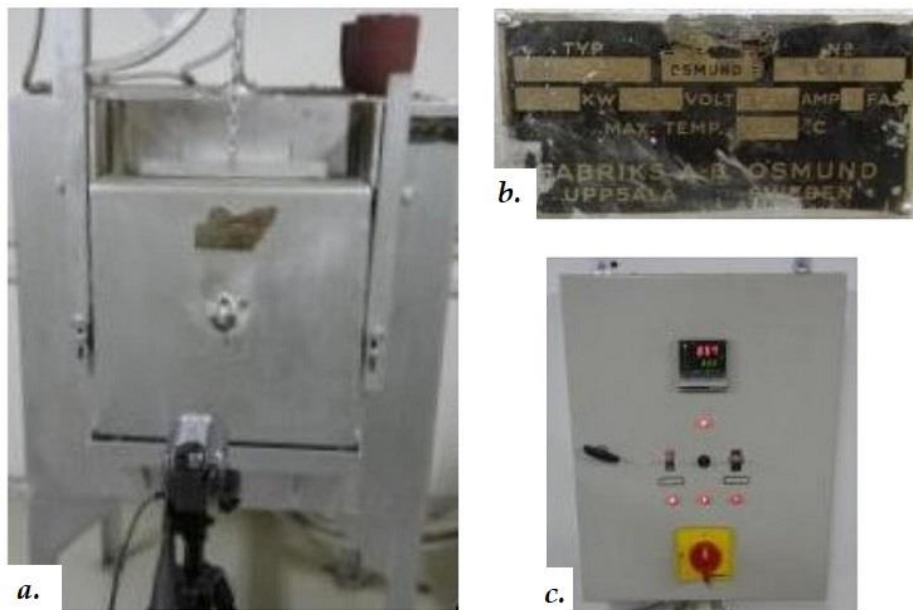


Σχήμα 3.2-7: Εργαλειομηχανή φρέζας Kearny & Trecker 3CE.

3.2.5 Εξοπλισμός θερμικής κατεργασίας

Η θερμική κατεργασία των πρόδρομων δοκιμών πραγματοποιήθηκε σε επαγωγικό φούρνο Osmund με δυνατότητα επίτευξης θερμοκρασιών έως 1200 °C (Σχήμα 3.2-8). Κατά την πειραματική διαδικασία χρησιμοποιήθηκαν θερμοκρασιακές βαθμίδες των 700°C, 750°C και 800°C . Ακολούθησε αυτή η επιλογή, δεδομένου ότι η διεθνής βιβλιογραφία αποδίδει μεταξύ αυτών των πεδίων θερμοκρασιών (για αφρούς αλουμινίου) τη βέλτιστη κατανομή μέσου μεγέθους ανάπτυξης πόρων, σε συνδυασμό με μορφολογική ισοτροπία αυτών.

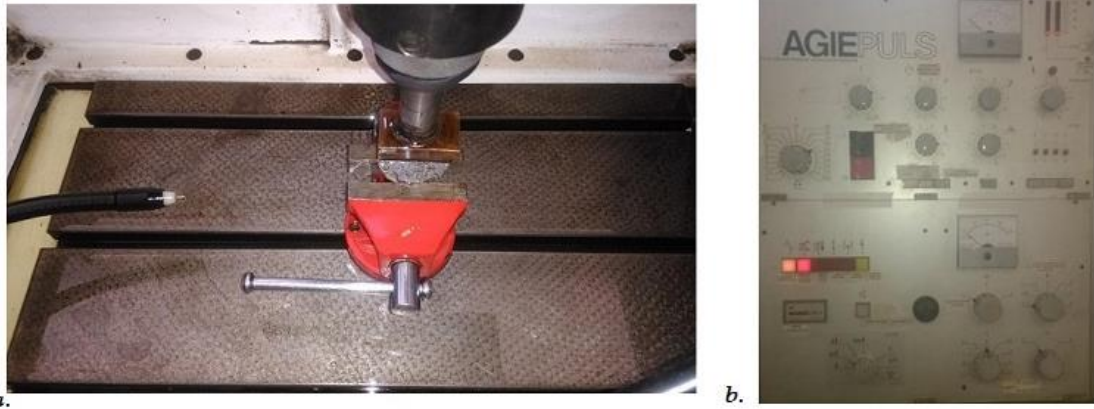
Η παρατήρηση της κινητικής του φαινομένου της αφροποίησης έλαβε χώρα με κατάλληλα προσαρμοσμένη κάμερα. Για την στήριξή της κατασκευάστηκε ειδική διάταξη μπροστά από τη κεντρική οπή του φούρνου. Η οπή του φούρνου καλύφθηκε με πυρίμαχο γυαλί, έτσι ώστε να περιορίζονται οι απώλειες θερμότητας και για την εξασφάλιση της προστασίας της κάμερας.



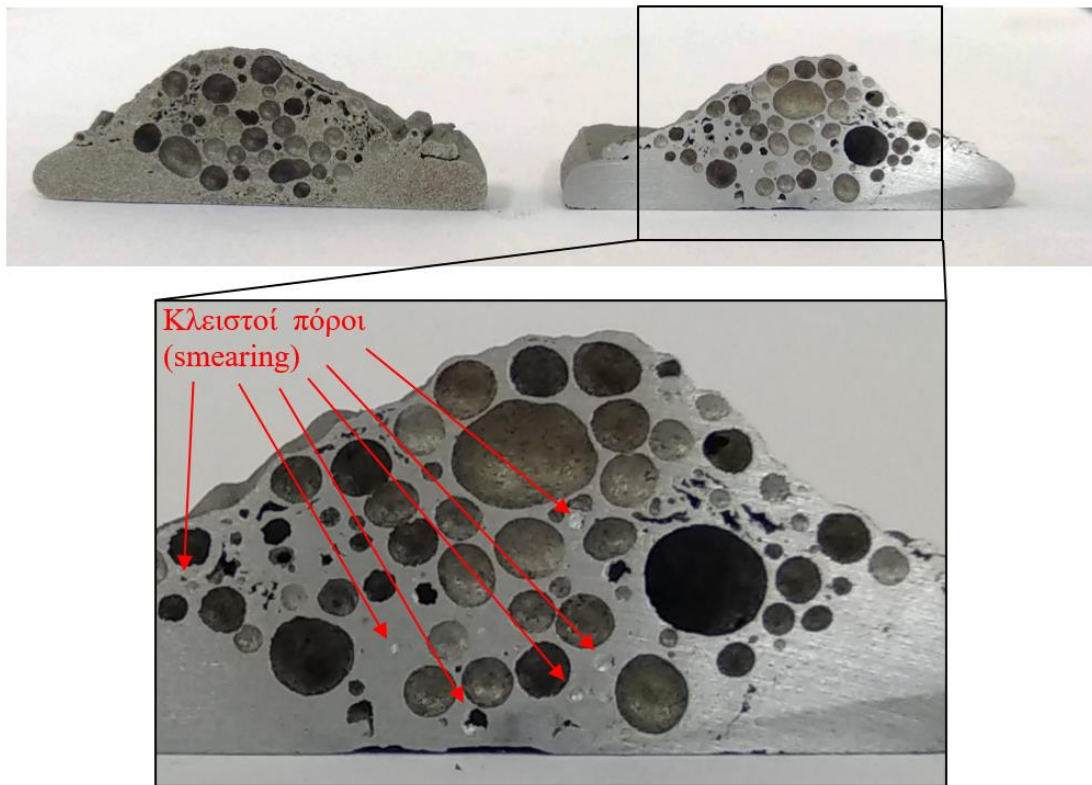
Σχήμα 3.2-8: (a) Επαγωγικός φούρνος Osmund, (b) τεχνικά χαρακτηριστικά του φούρνου, (c) ρυθμιστής θερμοκρασίας επαγωγικού φούρνου.

3.2.6 Κοπή αφροποιημένων δοκιμίων

Τα αφροποιημένα δοκίμια (για κάθε σετ παραμέτρων) κόπηκαν με ειδική διαδικασία για το σωστό χαρακτηρισμό και υπολογισμό της πορώδους δομής. Η διαδικασία κοπής των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε σε δύο στάδια. Στο πρώτο στάδιο, με την χρήση δισκοτόμου αποτέμονταν τα αφροποιημένα δοκίμια στην μέση, είτε εγκάρσια είτε παράλληλα ως προς διεύθυνση της FSP. Επειδή η διαδικασία κοπής με το δισκοτόμο είχε ως αποτέλεσμα τη δημιουργία τραχείας επιφάνειας, με έντονες διακυμάνσεις, αποφασίστηκε η περαιτέρω κατεργασία των επιφανειών που προέκυψαν με ηλεκτροδιάβρωση (EDM, Electrical Discharge Machining), με την οποία είναι δυνατό να παραχθεί ομοιόμορφη επιφάνεια. Τα κομμένα δοκίμια τοποθετήθηκαν στη μηχανή ηλεκτροδιάβρωσης EDM του εργαστηρίου που απεικονίζεται στο Σχήμα 3.2-9, όπου αφαιρέθηκε στρώση υλικού πάχους μισού χιλιοστού. Έτσι, αποκαλύφθηκαν οι πόροι (κυρίως οι μικροί σε μέγεθος) που είχαν καλυφθεί από μετακίνηση υλικού κατά τη διαδικασία της κοπής στο δισκοτόμο (smearing) (Hunt, 2009).



Σχήμα 3.2-9: (α) Διάταξη για την κατεργασία ηλεκτροδιάβρωσης EDM, (β) πίνακας ελέγχου μηχανής με τις ρυθμίσεις που χρησιμοποιήθηκαν.



Σχήμα 3.2-10: Δοκίμια πριν και μετά την κατεργασία ηλεκτροδιάβρωσης EDM.

3.2.7 Μετρητικός εξοπλισμός

Πειραματική διάταξη μέτρησης πορώδους

Η μελέτη και ο χαρακτηρισμός της πορώδους δομής των τελικών αφροποιημένων δοκιμίων πραγματοποιήθηκε με τη χρήση του προγράμματος ImageJ

Fiji. Το ImageJ Fiji αποτελεί ένα επιστημονικό πρόγραμμα (ανοιχτού κώδικα) επεξεργασίας εικόνων σε ηλεκτρονικό υπολογιστή, γραμμένο σε γλώσσα Java. Διαθέτει ενσωματωμένα εργαλεία και επεκτάσεις, με τη χρήση των οποίων δύναται να επεξεργασθεί κατάλληλα μια εικόνα. Επιπλέον, με τη χρήση των ενσωματωμένων αλγορίθμων του, μπορεί να πραγματοποιηθεί ανάλυση διαφορών, γεωμετρικών κυρίως, χαρακτηριστικών του αντικειμένου της εικόνας και να εξαχθούν συγκεντρωτικά αποτελέσματα. Με τη χρήση του προγράμματος αυτού μετρήθηκαν τα χαρακτηριστικά του πορώδους, όπως το εμβαδό των πόρων και η κυκλικότητα.

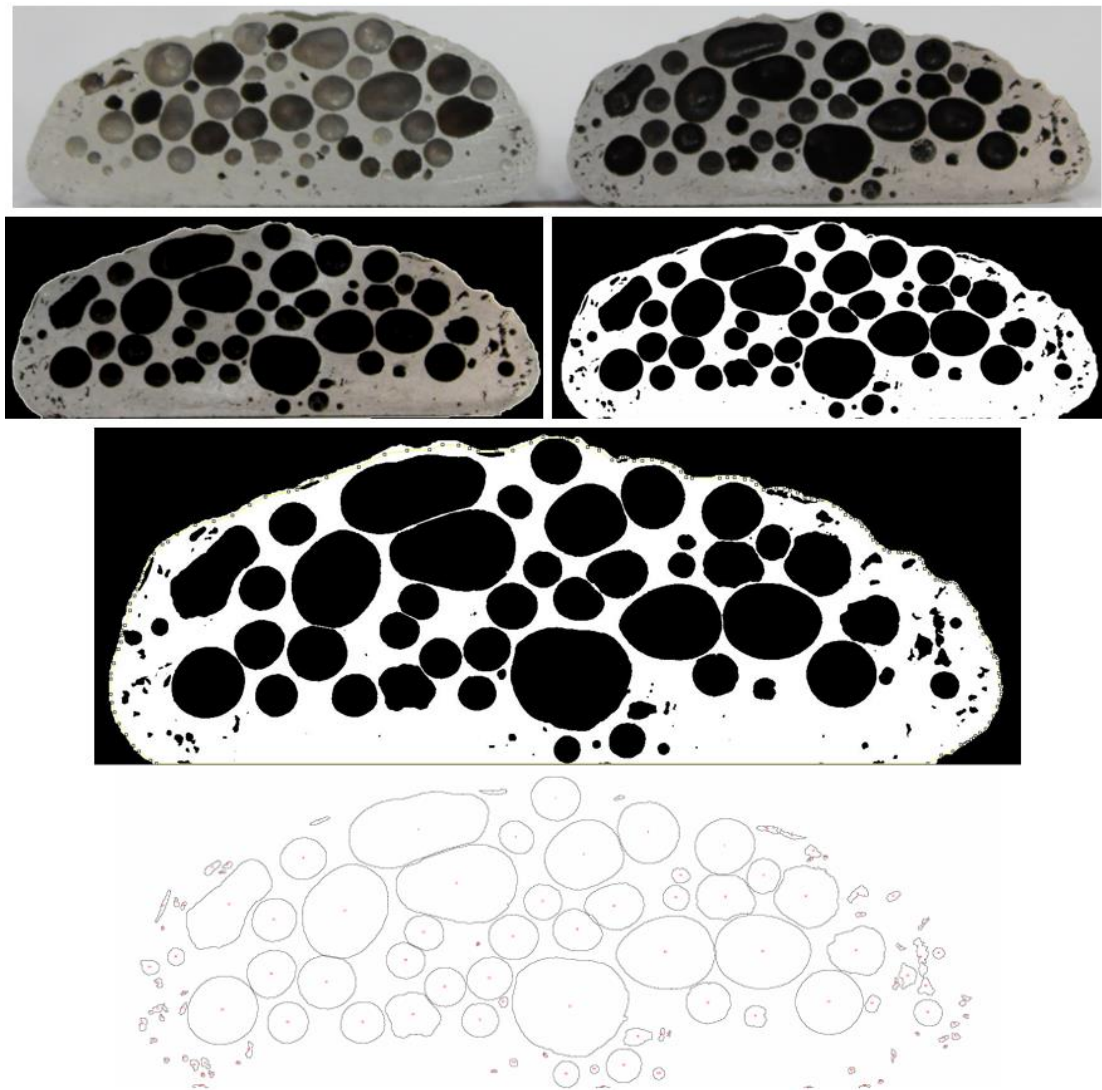
Στο Σχήμα 3.2-11 παρουσιάζονται τα στάδια επεξεργασίας των εικόνων. Αρχικά, η κομμένη/επεξεργασμένη (Κεφάλαιο 3.2.6) επιφάνεια των δοκιμίων βαφόταν με μαύρο ματ σπρέι και, στην συνέχεια, η επιφάνειά τους λειανόταν σε συσκευή λείανσης με λειαντικό χαρτί μικρής κόκκωσης. Με αυτό τον τρόπο, δημιουργούσαμε επαρκή χρωματική αντίθεση ανάμεσα στους πόρους και το μέταλλο βάσης. Έτσι, στη συνέχεια, με τη λήψη των φωτογραφιών και την επεξεργασία τους με την χρήση διάφορων φίλτρων στο ImageJ Fiji ενισχύσαμε τη χρωματική αντίθεση (Σχήμα 3.2-11), με τελικό αποτέλεσμα να παίρνουμε εικόνες binary. Από τις binary εικόνες και με τη χρήση αλγορίθμων του προγράμματος μπορούσαμε να κάνουμε χαρακτηρισμό της πορώδους δομής (πορώδες, σφαιρικότητα πόρων, κατανομή) (Σχήμα 3.2-11 & Σχήμα 3.2-12).

Στο σημείο αυτό, θα πρέπει να αναφέρουμε πως η σφαιρικότητα των πόρων έχει εύρος τιμών από 0 έως 1, με 1 να αντιπροσωπεύει τον απόλυτο κύκλο. Ο πιο σωστός όρος θα ήταν κυκλικότητα, δεδομένου ότι μελετάμε τον πόρο σε δύο διαστάσεις, αλλά, λόγω στοχαστικότητας της πορώδους δομής, θεωρούμε ότι η κυκλικότητα συμπίπτει με τη σφαιρικότητα. Ο υπολογισμός της σφαιρικότητας δίνεται από τον τύπο (Aligizaki, 2006):

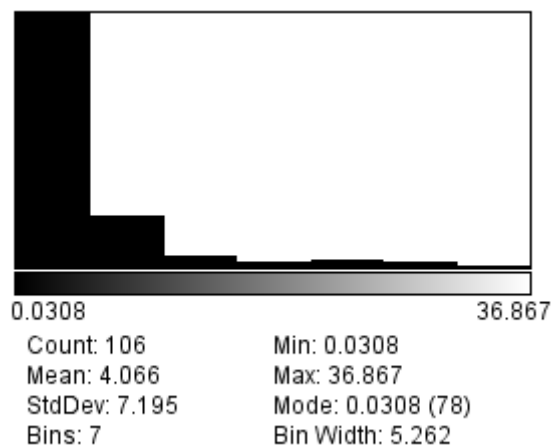
$$C = \frac{4\pi A_p}{P_p^2}, 0 \leq C \leq 1$$

όπου A_p η επιφάνεια του πόρου και P_p η περίμετρος του πόρου.

Στο πρόγραμμα ImageJ Fiji η τιμή σφαιρικότητας για κάθε πόρο δίνεται αυτόματα με χρήση της εξίσωσης, ενώ παράλληλα δίνεται και η μέση τιμή σφαιρικότητας πόρων για την εκάστοτε περιοχή μελέτης.



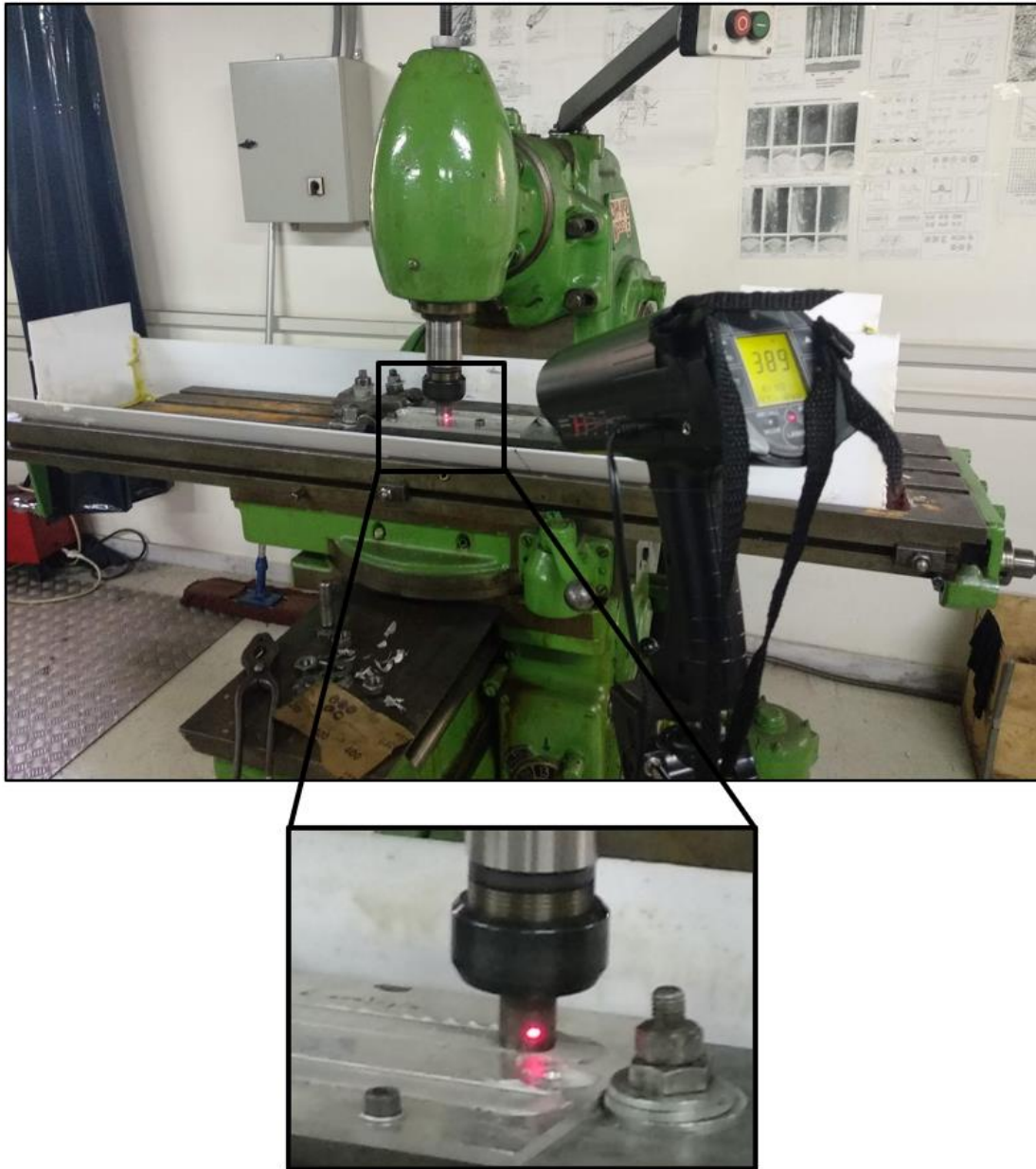
Σχήμα 3.2-11: Χαρακτηρισμός πορώδους με χρήση του προγράμματος ImageJ Fiji



Σχήμα 3.2-12: Υπολογισμός κατανομής μεγέθους πόρων με χρήση του προγράμματος ImageJ Fiji.

Πειραματική διάταξη μέτρησης θερμοκρασίας FSP

Η μέτρηση της θερμοκρασίας κατά τη διάρκεια των πειραμάτων FSP πραγματοποιήθηκε με τη χρήση γερμανικού πυρομέτρου υπέρυθρων AHLBORN D-83602. Το υπέρυθρο πυρόμετρο μετρά τη θερμοκρασία της επιφάνειας ενός αδιαφανούς αντικειμένου. Ο ανιχνευτής που περιέχει συγκεντρώνει την υπέρυθρη ενέργεια του αντικειμένου και τα ηλεκτρονικά συστήματα του πυρομέτρου μεταφράζουν τις πληροφορίες σε μια επιδειχθείσα ανάγνωση θερμοκρασίας που εμφανίζεται στην οθόνη. Το όργανο αυτό ολοκληρώνει τις θερμοκρασίες που λαμβάνει σε μια κυκλική περιοχή, η οποία εξαρτάται από την απόσταση στόχευσης. Η διάμετρος της περιοχής ως προς την μέγιστη απόσταση στόχευσης έχουν σταθερή αναλογία 1 προς 12. Το λέιζερ του οργάνου χρησιμοποιείται μόνο για την ένδειξη του σημείου μέτρησης των εξεταζόμενων αντικειμένων. Για την σωστή ρύθμιση των παραμέτρων του και την επαλήθευση της εγκυρότητας των μετρήσεων του υπέρυθρου πυρομέτρου προχωρήσαμε στη βαθμονόμησή του με χρήση βαθμονομημένου επαγωγικού φούρνου. Για την στόχευση του λέιζερ, μετά από αρκετά αρχικά πειράματα, επιλέχθηκε το χαλύβδινο εργαλείο FSP (κοντά στο τελείωμα του περιαιχένιου) αντί της περιοχής του αλουμινίου (Σχήμα 3.2-13).



Σχήμα 3.2-13: Πειραματική διάταξη μέτρησης θερμοκρασίας FSP.

3.2.8 Υλικά

3.2.8.1 Μητρικό Υλικό

Το μέταλλο βάσης που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα έρευνα, είναι κράμα αλουμινίου AA5083-H111. Τα δοκίμια ήταν σε μορφή πλακών με διαστάσεις $200 \times 200 \times 6 \text{ mm}^3$. Το κράμα αλουμίνιο AA5083 είναι ένα από τα σημαντικότερα και πλέον χρησιμοποιούμενα κράματα αλουμινίου, τόσο στον τομέα της θαλάσσιας ναυπηγικής, όσο και των μεταφορών γενικότερα, π.χ. κατασκευή βυτίων για την μεταφορά καυσίμων. Επιπλέον, χρησιμοποιείται για την κατασκευή άφλεκτων δοχείων

που περιέχουν αέρια υπό πίεση, σε συσκευές κρυογενικής, καθώς και στην αυτοκινητοβιομηχανία. Η άψογη αντιδιαβρωτική του συμπεριφορά, οι ικανοποιητικές σε μεγάλο βαθμό μηχανικές ιδιότητες, καθώς και η άψογη συγκολλησιμότητά του είναι μερικές μόνο από τις ιδιότητες που το χαρακτηρίζουν και που οδήγησαν στην ευρεία χρήση του στις προαναφερθείσες εφαρμογές.

Δύο από τους σημαντικότερους λόγους που επιλέχθηκε το κράμα αλουμινίου 5083 στην παρούσα διδακτορική διατριβή, πέρα από την πολύ σημαντική εφαρμογή που παρουσιάζει στην σύγχρονη βιομηχανία, είναι οι παρακάτω:

1. Το κράμα αλουμινίου 5083 ανήκει στην κατηγορία κραμάτων αλουμινίου, τα οποία δεν υφίστανται σκλήρυνση δομής με θερμική κατεργασία. Έτσι, αναμένεται να μην παρουσιαστεί σημαντική μεταβολή των μηχανικών ιδιοτήτων του κράματος μέσω της διαδικασίας FSP (κατά την διάρκεια της FSP αναπτύσσονται θερμοκρασίες έως 450 °C).
2. Ένας δεύτερος και εξίσου σημαντικός παράγοντας της επιλογής του συγκεκριμένου κράματος είναι η υψηλή του περιεκτικότητα σε μαγνήσιο. Η υψηλή περιεκτικότητα σε μαγνήσιο δρα ενισχυτικά στην διαβροχή (wetting) των ενισχυτικών σωματιδίων κατά το στάδιο της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης. Αυτό επιτυγχάνεται μέσω της μείωσης της διεπιφανειακής ενέργειας στερεάς κι υγρής φάσης, με τη δημιουργία αντιδράσεων στην επιφάνεια των ενισχυτικών σωματιδίων και εν τέλει τη δημιουργία νέων διεπιφανειακών ενώσεων (Hashim et al., 2001).

Για τον ακριβή προσδιορισμό της χημικής σύστασης του κράματος που χρησιμοποιήθηκε, πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις με τη χρήση φασματογράφου μάζας της εταιρείας ElvalHalcor A.E.. Τα αποτελέσματα των μετρήσεων παρουσιάζονται στο Σχήμα 3.2-14 και βρίσκονται εντός ορίων των προδιαγραφών του κράματος AA5083.

	Si [%]	Fe [%]	Cu [%]	Mn [%]	Mg [%]	Zn [%]	Ti [%]	Cr [%]
1	0.11376	0.26577	0.00821	0.64120	4.39302	0.00189	0.01189	0.09050
2	0.11397	0.26196	0.00896	0.57037	4.53017	0.00262	0.01199	0.08981
3	0.11355	0.25857	0.00814	0.63928	4.42485	0.00181	0.01167	0.09006
LG								
AVG	0.11376	0.26210	0.00844	0.61695	4.44935	0.00210	0.01185	0.09012
UG								
	Ni [%]	Pb [%]	Sn [%]	Na [%]	Ca [%]	B [%]	Zr [%]	V [%]
1	0.00419	0.00000	0.00047	0.00203	0.00081	0.00020	0.00056	0.01077
2	0.00408	0.00000	0.00042	0.01819	0.00190	0.00025	0.00054	0.01016
3	0.00419	0.00000	0.00045	0.00118	0.00079	0.00021	0.00055	0.01063
LG								
AVG	0.00415	0.00000	0.00044	0.00713	0.00117	0.00022	0.00055	0.01052
UG								
	Be [%]	Co [%]	Cd [%]	Sb [%]	Li [%]	As [%]	Hg [%]	AL% [%]
1	0.00002	0.00032	0.00007	0.00000	0.00003	0.00113	0.00040	94.4577
2	0.00002	0.00031	0.00007	0.00000	0.00009	0.00124	0.00033	94.3771
3	0.00002	0.00033	0.00007	0.00000	0.00003	0.00122	0.00037	94.4367
LG								
AVG	0.00002	0.00032	0.00007	0.00000	0.00005	0.00120	0.00037	94.4238
UG								
	HeavyMet [%]	FeMn [%]	FeSi [%]	MgMn [%]	CrMn [%]	FedivSi [%]		
1	0.00000	0.907	0.380	5.034	0.732	2.336		
2	0.00000	0.832	0.376	5.101	0.660	2.298		
3	0.00000	0.898	0.372	5.064	0.729	2.277		
LG								
AVG	0.00000	0.879	0.376	5.066	0.707	2.304		
UG								

Σχήμα 3.2-14: Αποτελέσματα μετρήσεων φασματογράφου μάζας.

3.2.8.2 Σωματίδια ενίσχυσης-σταθεροποίησης

Τα σωματίδια που επιλέχθηκαν ως μέσο ενίσχυσης-σταθεροποίησης ήταν σωματίδια αλούμινας γάμμα φάσης ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) με ονομαστικό μέσο μέγεθος APS = 20 nm της εταιρίας Alfa Aesar τα οποία έχουν πολύ καλές μηχανικές ιδιότητες, υψηλή δυστηκτότητα και πολύ καλή πρόσφυση σε μεταλλικά επιστρώματα. Επιλέχθηκε μέγεθος σωματιδίων σε επίπεδα νάνο για δύο λόγους:

1. Από τη βιβλιογραφική ανασκόπηση στο κομμάτι δημιουργίας επιφανειακών συνθέτων μέσω της FSP έχει παρατηρηθεί ότι μικρότερο μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης συμβάλλει στην καλύτερη διασπορά τους στη ζώνη ανάδευσης και στη μεγαλύτερη εκλέπτυνση των κόκκων. Επίσης, λόγω του μικρότερου μεγέθους των σωματιδίων, έχουμε μεγαλύτερη ποσότητα σωματιδίων στον ίδιο όγκο και αντίστοιχα μικρότερη ποσότητα κενού, με αποτέλεσμα τη μείωση της ποσότητας αέρα που εισέρχεται στο σύνθετο πρόδρομο δοκίμιο, αν και πάλι δημιουργούνται συσσωματώματα λόγω της μεγαλύτερης κινητικής ενέργειας που απαιτείται από το εργαλείο, τα οποία όμως μπορούν να εξαλειφθούν με την επιλογή βέλτιστων συνθηκών στην μηχανή FSP. (Arora et al., 2012; Gangil et al., 2017; Navazani and Dehghani, 2016; Sharma et al., 2015)

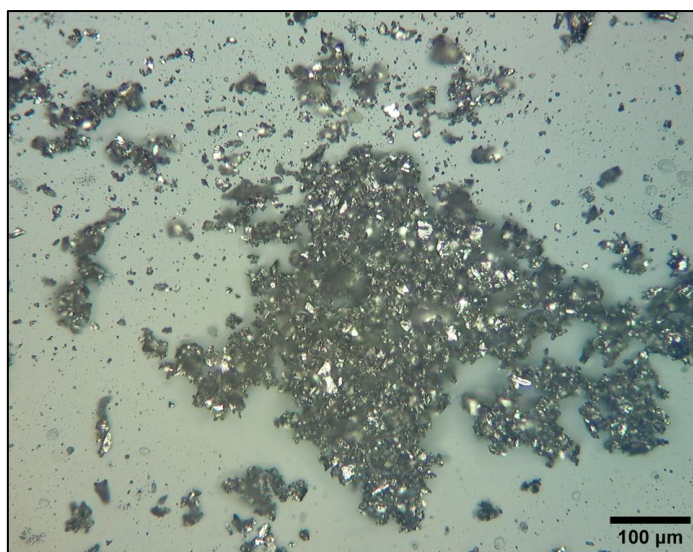
2. Η χρήση κεραμικών σωματιδίων σε μεθόδους παραγωγής μεταλλικών αφρών είναι ιδιαίτερα σημαντική διότι αφενός συμβάλλουν στην αύξηση του ιξώδους του τηγμένου μετάλλου κατά το στάδιο της αφροποίησης (σταθεροποίηση/stabilizing), με αποτέλεσμα το αφροποιητικό αέριο να εγκλωβίζεται στο τηγμένο μέταλλο, και αφετέρου συμβάλλουν στην ενίσχυση της πορώδους δομή των τελικών μεταλλικών αφρών. Τα τελευταία χρόνια, μια από τις σημαντικότερες μεθόδους ενίσχυσης μηχανικών ιδιοτήτων των μεταλλικών αφρών είναι η χρήση σωματιδίων ενίσχυσης μεγέθους νανομέτρων (π.χ. νανοσκόνες, νανοσωλήνες, νανοϊνες) αντί για σωματίδια μεγέθους μικρομέτρων. Τα νανοσωματίδια είναι πολύ πιο αποτελεσματικά στη βελτίωση των τελικών επιθυμητών μηχανικών ιδιοτήτων, λόγω της μεγάλης ενεργής τους επιφάνειας (για δεδομένο όγκο) σε σχέση με αντίστοιχα σωματίδια μεγέθους μικρομέτρων. (Duarte and Ferreira, 2016b; Rabiei and Vendra, 2009; Yang et al., 2017; Zhang et al., 2015)

3.2.8.3 Σωματίδια αφροποίησης

Προκειμένου να παρασκευαστούν με χρήση της μεθόδου FSP πρόδρομα αφροποιησίμα δοκίμια, δηλαδή δοκίμια με δυνατότητα αφροποίησης ύστερα από την θερμική τους κατεργασία, είναι αναγκαία η προσθήκη του αφροποιητικού παράγοντα στο μίγμα εισαγωγής. Με βάση τις διεθνείς αναφορές, το υδρίδιο του τιτανίου (TiH_2) σε ποσοστό 0,6% κατά βάρος αποτελεί τον συνηθέστερο αφροποιητικό παράγοντα για μεταλλικούς αφρούς που έχουν προκύψει με αντίστοιχες μεθόδους αφροποίησης (Banhart, 2013b; Miyoshi et al., 2000). Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην ικανότητα διάσπασης του TiH_2 στους 400 °C υπό συνθήκες ατμοσφαιρικής πίεσης και την παραγωγή αερίου υδρογόνου, το οποίο εμφανίζεται εντός της μεταλλικής μήτρας με την μορφή φυσαλίδων. Η πορώδης δομή του μετάλλου προκύπτει από τις φυσαλίδες που δεν καταφέρνουν να απεγκλωβιστούν από τη μεταλλική μήτρα κατά την διάρκεια της θερμικής κατεργασίας. Σημαντικός παράγοντας που συμβάλλει στη συγκράτηση των φυσαλίδων είναι τα σωματίδια σταθεροποίησης/ενίσχυσης, των οποίων η παρουσία προκαλεί αύξηση του ιξώδους του τηγμένου μετάλλου (Banhart, 2000).

Στην παρούσα εργασία, ως αφροποιητικός παράγοντας επιλέχθηκε σκόνη υδριδίου του τιτανίου (TiH_2). Η σκόνη TiH_2 αγοράστηκε από την εταιρεία Alfa Aesar

και έχει μέγεθος σωματιδίων 325 MESH. Στο Σχήμα 3.2-15 παρουσιάζεται η εικόνα μικροσκοπίου των κόνεων του αφοροποιητικού παράγοντα TiH₂.



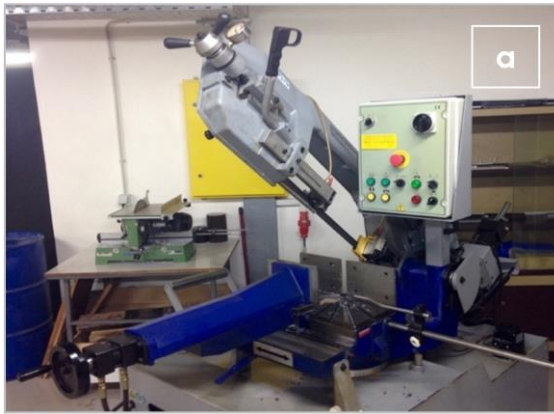
Σχήμα 3.2-15: Εικόνα μικροσκοπίου κόνεων αφοροποιητικού παράγοντα TiH₂ (Multiple images rendered with Helicon Focus 6).

3.2.9 Μεταλλογραφική προετοιμασία και χαρακτηρισμός δομής

3.2.9.1 Μεταλλογραφική προετοιμασία δοκιμίων

Κοπή δοκιμίων

Μετά την ολοκλήρωση κάθε πειράματος ακολουθούσε η επεξεργασία των δοκιμίων για το μεταλλογραφικό χαρακτηρισμό της μικροδομής. Ο χαρακτηρισμός πραγματοποιήθηκε στα τελικά αφοροποιημένα δοκίμια, αλλά και στα πρόδρομα δοκίμια, με σκοπό την συσχέτιση της μορφής της ζώνης ανάδευσης (των προδρόμων δοκιμίων) με την τελική μικροδομή του μεταλλικού αφρού. Η κοπή των δοκιμίων γινόταν αρχικά με χρήση του αυτόματου πριονιού CY350 της Rich Young (Σχήμα 3.2-16a) και, στη συνέχεια, με χρήση δισκοτόμου Struers Discotom-2 (Σχήμα 3.2-16b). Και οι δύο μηχανές κοπής ήταν εξοπλισμένες με κατάλληλο σύστημα ψύξης, ώστε να μην αλλοιωθεί η μικροδομή των δοκιμίων. Τα δοκίμια (είτε πρόδρομα είτε αφοροποιημένα) κόβονταν εγκάρσια στη ραφή του FSP και πάνω σε αυτή γινόταν όλη η επεξεργασία και ο χαρακτηρισμός. Στα αφοροποιημένα δοκίμια πραγματοποιήθηκε μια επιπλέον επιφανειακή κατεργασία με χρήση της μηχανής ηλεκτροδιάβρωσης EDM του εργαστηρίου, όπως προαναφέρθηκε στο Κεφάλαιο 3.2.6.



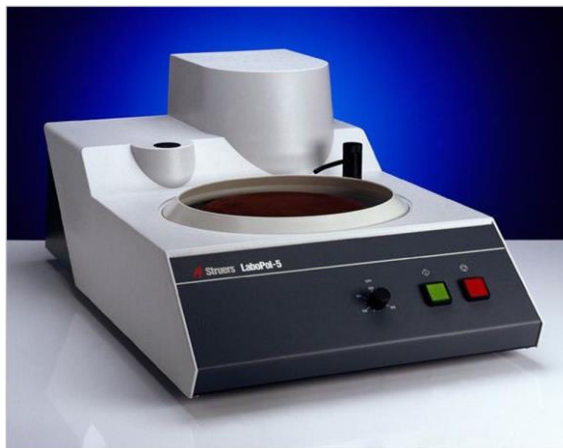
Σχήμα 3.2-16: (a) Αυτόματο πρίονι Rich Young CY350, (b) δισκοτόμος Struers Discotom-2.

Λείανση – Στίλβωση

Μετά από την κοπή των δοκιμίων, πραγματοποιήθηκε λείανση και, στη συνέχεια, στίλβωση της ζητούμενης επιφάνειας. Κατά τη διαδικασία της λείανσης, μειώνεται η τραχύτητα της επιφάνειας του δοκιμίου και εξαφανίζονται τυχόν ατέλειες που έχουν δημιουργηθεί κατά την κοπή. Για τη λείανση χρησιμοποιήθηκαν λειαντικά χαρτιά καρβιδίου του πυριτίου από 500 έως 4000 grit. Το καρβίδιο του πυριτίου είναι ένα πολύ καλό λειαντικό μέσο, διότι είναι αδρανές, πολύ σκληρό και με ιδιαίτερα υψηλή μηχανική αντοχή. Κατά τη διάρκεια της λείανσης στον περιστροφικό δίσκο, υπήρχε κατάλληλη τροφοδοσία νερού, ώστε να αποφευχθούν φαινόμενα αύξησης της θερμοκρασίας λόγω της αναπτυσσόμενης τριβής. Επίσης, η τροφοδοσία νερού συνέβαλλε στην ψύξη των δοκιμίων και στην απομάκρυνση των υπολειμμάτων της τριβής (υπολείμματα υλικού και κόκκων καρβιδίου του πυριτίου), που θα μπορούσαν να προκαλέσουν εγχαράξεις στην επιφάνεια των δοκιμίων. Επιπρόσθετα, για την απομάκρυνση των υπολειμμάτων της τριβής μετά το τελείωμα κάθε σταδίου λείανσης (κάθε λειαντικό χαρτί), τα δοκίμια εμβαπτίζονταν σε λουτρό υπερήχων για ένα λεπτό.

Στη συνέχεια, πραγματοποιήθηκε η στίλβωση. Η στίλβωση είναι μια επεξεργασία βελτίωσης της ποιότητας της επιφάνειας ενός υλικού. Μετά τη λείανση το δοκίμιο είναι αρκετά λείο με αρκετά χαμηλή τραχύτητα, όμως παραμένουν σε αυτό μικρές γραμμές που προήλθαν με την απόξεση του υλικού από τους κόκκους του λειαντικού χαρτιού. Με τη στίλβωση, αυτές οι χαραγές απομακρύνονται και το δοκίμιο φαίνεται στιλπνό και λαμπερό, ενώ ταυτόχρονα παρουσιάζει μεγάλη ανακλαστικότητα. Για τη στίλβωση των εγκάρσιων διατομών των κατεργασμένων δοκιμίων

χρησιμοποιήθηκε δίσκος στίλβωσης από ειδικό βελούδο DPNA με τη βοήθεια κολλοειδούς αιωρήματος αλούμινας (Al_2O_3) μεγέθους κόκκων 1 μm και 0,1 μm . Μετά από κάθε στάδιο στίλβωσης τα δοκίμια ξεπλένονταν με νερό και ακετόνη για να αποφευχθεί η οξείδωση και στεγνώνονταν με ζεστό αέρα. Το μηχάνημα λείανσης-στίλβωσης που χρησιμοποιήθηκε ήταν η συσκευή λείανσης-στίλβωσης Struers LaboPol-5.



Σχήμα 3.2-17: Συσκευή λείανσης-στίλβωσης Struers LaboPol-5.

Χημική προσβολή

Μετά τη στίλβωση ακολουθεί η χημική προσβολή των δοκιμίων με χημικά αντιδραστήρια. Η χημική προσβολή χρησιμοποιείται στη μεταλλογραφία για την αποκάλυψη της μικροδομής ενός δοκιμίου και την παρατήρηση του στο οπτικό μικροσκόπιο. Τα χημικά διαλύματα προσβολής παράγουν μεταλλογραφική αντίθεση είτε μέσα από τις κρυσταλλικές έδρες (δηλαδή τα όρια προσβάλλονται με μεγαλύτερη ταχύτητα λόγω των διαφοροποιήσεων στον κρυσταλλογραφικό τους προσανατολισμό), η οποία παράγει βαθμίδες στα όρια των κόκκων και διαφορές ανακλαστικότητας είτε με την προσβολή ορίων κόκκων ή ορίων φάσεων.

Στα παρόντα πειράματα για τη χημική προσβολή των δοκιμίων χρησιμοποιήσαμε το παρακάτω τροποποιημένο διάλυμα Poulton's:

20 ml Διάλυμα Poulton

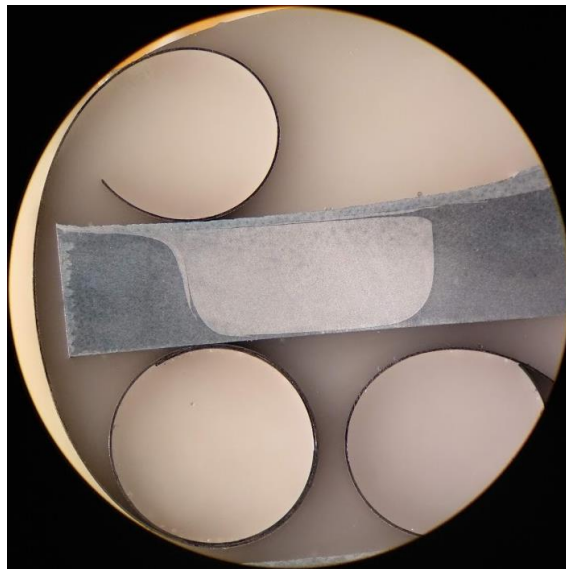
10 ml HNO_3

Διάλυμα 4,8 g Cr_2O_3 σε 16 ml H_2O

Διάλυμα Poulton

12ml HCl
1ml HF
6ml HNO₃
1ml H₂O

Τα δοκίμια εμβάπτιστηκαν για περίπου 5 δευτερόλεπτα και μετά από κάθε εμβάπτιση τα δοκίμια εκπλένονταν άμεσα με νερό και ακολούθως με ακετόνη, για να σταματήσει η δράση του αντιδραστηρίου. Στη συνέχεια, στεγνώνονταν με ζεστό αέρα.



Σχήμα 3.2-18: Εγκιβωτισμένο πρόδρομο δοκίμιο μετά από χημική προσβολή.

3.2.9.2 Παρατήρηση δοκιμίων με τη χρήση στερεοσκοπίου

Σε κάθε μελέτη υλικών, η πιο σωστή διαδικασία είναι η αρχή της εξέτασης να γίνεται πρώτα σε μακροσκοπικό επίπεδο, πριν προχωρήσει σε μικροσκοπικές λεπτομέρειες. Το στερεοσκόπιο βρίσκει εφαρμογές εκεί που χρειάζεται να παρατηρηθεί σε μεγέθυνση η εξωτερική μορφολογία ενός αντικείμενου, όταν χρησιμοποιείται κάθετα προσπίπτων ή πλάγιος φωτισμός, ή η εσωτερική μορφολογία διαφανών ή διαφανοποιημένων παρασκευασμάτων, όταν αυτά φωτίζονται από κάτω.

Στην παρούσα μελέτη, αρχικά τα δοκίμια (πρόδρομα και αφροποιημένα) παρατηρήθηκαν και φωτογραφήθηκαν μακροσκοπικά σε στερεοσκόπιο LEICA MZ6. Το στερεοσκόπιο διαθέτει διάφορες μεγεθύνσεις, κάτι που συμβάλλει στη βέλτιστη μακροσκοπική εξέταση των δειγμάτων.

3.2.9.3 Παρατήρηση δοκιμίων με τη χρήση οπτικού μικροσκοπίου

Η οπτική μικροσκοπία αποτελεί το πιο σημαντικό εργαλείο για τη μελέτη της μεταλλογραφίας. Στην οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιείται το μικροσκόπιο προσπίπτουσας δέσμης φωτός. Τα βασικά του στοιχεία περιλαμβάνουν τα διάφορα οπτικά μέρη και τα συστήματα φωτισμού. Σε υλικά που είναι αδιαφανή στο ορατό φως (όλα τα μέταλλα και πολλά κεραμικά και πολυμερή) μόνο η επιφάνεια μπορεί να είναι αντικείμενο παρατήρησης και το μικροσκόπιο προσπίπτουσας δέσμης φωτός πρέπει να χρησιμοποιείται στη θέση ανάκλασης (reflecting mode). Οι αντιθέσεις στην παραγόμενη εικόνα προκύπτουν από διαφορές στην ανακλαστικότητα διάφορων περιοχών της μικροδομής.

Για την μικροσκοπική μελέτη των δοκιμίων, χρησιμοποιήθηκε οπτικό μικροσκόπιο LEICA DMILM, όπου μελετήθηκε και φωτογραφήθηκε η μικροδομή των δοκιμίων.



Σχήμα 3.2-19: Οπτικό στερεοσκόπιο LEICA MZ6 & οπτικό μικροσκόπιο LEICA DMILM.

3.2.9.4 Παρατήρηση δοκιμίων με τη χρήση Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (Scanning Electron Microscope – SEM)

Η σημαντικότερη ίσως τεχνική προσδιορισμού των δομικών χαρακτηριστικών των μετάλλων και της μορφολογίας της επιφάνειάς τους είναι η ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης. Η εικόνα που λαμβάνεται από ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης σχηματίζεται από μία ηλεκτρονική δέσμη μικρού μήκους κύματος, η οποία αλληλεπιδρά με τα άτομα του προς μελέτη δοκιμίου, σαρώνοντας την επιφάνειά του. Έπειτα, η δέσμη συλλέγεται και, στη συνέχεια, εμφανίζεται με τον ίδιο ρυθμό σάρωσης στην ψηφιακή οθόνη ενός Η/Υ. Η εικόνα αυτή αναπαριστά τα επιφανειακά

χαρακτηριστικά του δοκιμίου και μπορεί να μελετηθεί σε βάθος, καθώς υπάρχει η δυνατότητα φωτογράφισής της. Η συγκεκριμένη μέθοδος μικροσκοπίας είναι μη καταστροφική και η μοναδική προϋπόθεση είναι το υλικό να είναι ή να καταστεί αγωγίμο.

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

3.2.9.5 Δομικός χαρακτηρισμός μέσω τεχνικής EBSD (Electron backscatter diffraction)

Η τεχνική της περίθλασης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων ή electron backscattered diffraction (EBSD), αφορά τον προσδιορισμό των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης για οποιοδήποτε μονοκρυσταλλικό και πολυκρυσταλλικό υλικό. Χρησιμοποιείται εν γένει για τον προσδιορισμό ιστού από μεταλλοτεχνική κατεργασία, για τη μελέτη ελαττωμάτων της μικροδομής, την ταυτοποίηση φάσεων και το δομικό χαρακτηρισμό σε επίπεδο μικροκλίμακας, τον προσδιορισμό της μορφολογίας των ορίων των κόκκων, της παραμέτρου αναντιστοιχίας πλέγματος μεταξύ μητρικών και δευτερευουσών φάσεων και την ποσοτικοποίηση της ανάπτυξης μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης και υπολειπόμενων τάσεων.

Η περίθλαση οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (EBSD) πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο του ΕΛΚΕΜΕ, με τα όργανο EDAX Hitari XP EBSD και ενσωματωμένη κάμερα υψηλής ταχύτητας.

3.2.9.6 Μικροσκοπία Ατομικών Δυνάμεων (AFM)

Το μικροσκόπιο ατομικών δυνάμεων (Atomic Force Microscope-AFM) εφευρέθηκε από τους G. Binnig et al. το 1986 για τη μελέτη επιφανειών σε ατομική κλίμακα. Το AFM στηρίζεται σε μια τεχνική σάρωσης για να παράγει τρισδιάστατες εικόνες των επιφανειών πολύ υψηλής ανάλυσης. Μετρά πολύ μικρές δυνάμεις (<1 nN) μεταξύ της επιφάνειας της ακίδας του AFM που βρίσκεται τοποθετημένη σε ένα

εύκαμπτο βραχίονα και της μελετούμενης επιφάνειας δείγματος. Οι μικρές αυτές δυνάμεις καθορίζονται με τη μέτρηση της κίνησης ενός πολύ εύκαμπτου βραχίονα με εξαιρετικά μικρή μάζα, με διάφορες τεχνικές μέτρησης, όπως οπτική εκτροπή και φαινόμενο σήραγγας. Στη διαδικασία μέτρησης με AFM, το δείγμα μελετάται με τέτοιο τρόπο, ώστε οποιαδήποτε μετακίνηση του βραχίονα να μην προκαλεί δονήσεις.

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας, χρησιμοποιήθηκε η τεχνική μικροσκοπίας ατομικών δυνάμεων για τη μελέτη της διασποράς των νανοσωματιδίων στην ζώνη ανάδευσης. Το μικροσκόπιο ατομικής δύναμης που χρησιμοποιήθηκε είναι το Igloo with DS 95 SPM Head και είναι προϊόν της εταιρείας DME (Danish Micro Engineering). Τα κυριότερα μέρη της διάταξης παρουσιάζονται στο Σχήμα 3.2-20 που ακολουθεί.



Σχήμα 3.2-20: Μικροσκόπιο Ατομικής Δύναμης DME Igloo DS 95 with SPM Head.

3.2.9.7 Περιθλασιμετρία Ακτίνων X (XRD)

Η περιθλασιμετρία ακτίνων X (X-Ray Diffraction, XRD) είναι η μια από τις βασικότερες τεχνικές ανάλυσης της κρυσταλλικής δομής των υλικών. Εφαρμόζεται για την ποιοτική και ποσοτική ταυτοποίηση των φάσεων, τον προσδιορισμό της έντασης κρυστάλλωσης, καθώς και για τη μελέτη των κρυσταλλογραφικών παραμορφώσεων λόγω εσωτερικών υπολειπόμενων τάσεων. Βασίζεται στην περίθλαση μονοχρωματικής δέσμης ακτίνων X, γνωστού μήκους κύματος (λ), πάνω στα επίπεδα του κρυσταλλικού πλέγματος του εξεταζόμενου υλικού. Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας, χρησιμοποιήθηκε το περιθλασίμετρο ακτίνων X D8 FOCUS της Bruker, με άνοδο Cu-K α και φίλτρο Ni, το οποίο δημιούργησε μονοχρωματική ακτινοβολία μήκους κύματος $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Η διαφορά δυναμικού που εφαρμόστηκε ήταν 40 kV, το βήμα σάρωσης της δέσμης επιλέχθηκε 0,02°/s και το γωνιακό εύρος εξέτασης των δοκιμίων, μετρούμενο σε γωνία 2 θ κυμάνθηκε μεταξύ 10° και 100°. Σημειώνεται ότι περιορισμοί αναφορικά με το κλάσμα όγκου, τη λεπτοκρυσταλλικότητα και τη διασπορά των συμμετεχουσών φάσεων ενδέχεται να επηρεάσουν τα αποτελέσματα και να μην καταστήσουν δυνατή την ταυτοποίηση όλων των φάσεων του υλικού, οι οποίες παρατηρούνται και αναλύονται μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.

3.2.9.8 Μικροσκληρομετρήσεις

Ο όρος μικροσκληρομέτρηση αναφέρεται στη μέτρηση της σκληρότητας με χρήση πολύ μικρών φορτίων δηλαδή 1 g έως 1 kg. Οι συνήθεις χρησιμοποιούμενοι εντυπωτές είναι η αδαμαντοπυραμίδα της μεθόδου Vickers ή ο εντυπωτής KNOOP. Οι διαστάσεις του αποτυπώματος που δημιουργείται, επειδή το μέγεθός του είναι πολύ μικρό, μετρούνται με μικροσκόπιο. Η μέθοδος χρησιμοποιείται όταν απαιτείται πολύ μικρό μέγεθος εντύπωσης, π.χ. σε επιφανειακά στρώματα, λεπτά υλικά, σκληρότητα μεταλλουργικών φάσεων, σκληρότητα κοντά στο άκρο κοπτικών εργαλείων. Έτσι, κρίθηκε κατάλληλη για τα λεπτά τοιχώματα των αφροποιημένων δοκιμίων.

Στην κλίμακα Vickers η σκληρότητα υπολογίζεται από τον τύπο :

$$HV=1.8544 P/L^2 \quad (\text{όπου } P \text{ το φορτίο \& } L \text{ ο μέσος όρος των δύο διαγωνίων})$$

Για τη σκληρομέτρηση των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε το μικροσκληρόμετρο Wolpert Wilson Instruments Model 402MVD. Στα πρόδρομα δοκίμια, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές μικροσκληρομέτρησης παράλληλα προς τη χημικά

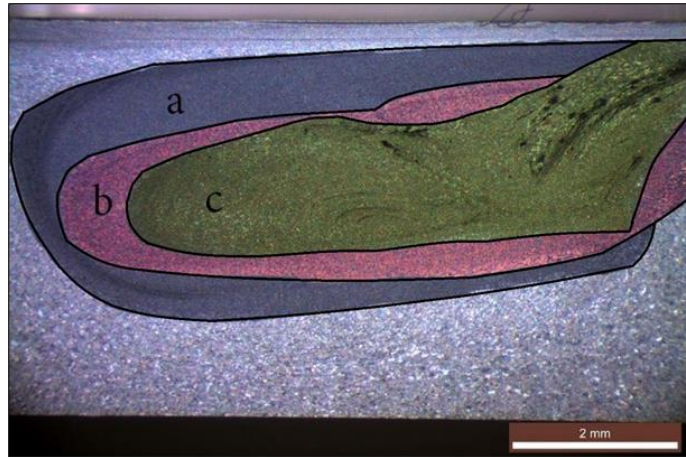
προσβεβλημένη επιφάνεια των δοκιμίων, εντός και εκτός της ζώνης ανάδευσης. Στα αφροποιημένα δοκίμια, οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε σημεία εντός και εκτός της αφροποιημένης περιοχής περιοχής. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν στα βέλτιστα δοκίμια. Το φορτίο ήταν 300 g και ο χρόνος διείδυσης ήταν 15 s.

3.3 Αποτελέσματα και συζήτηση

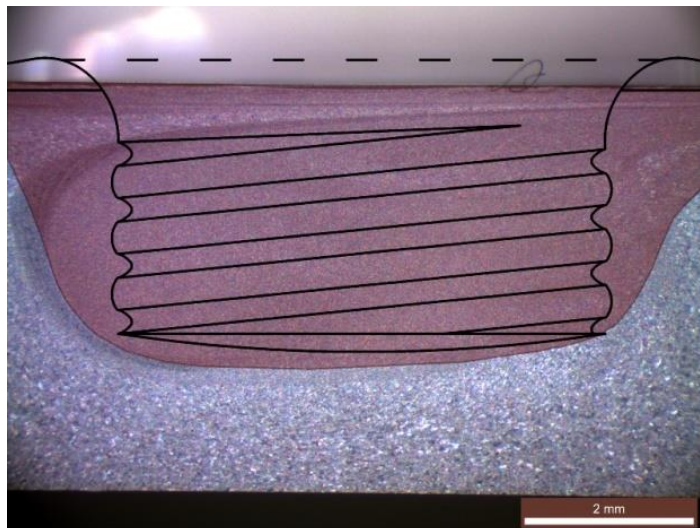
3.3.1 Πειράματα εύρεσης βέλτιστων παραμέτρων διαδικασίας

Στο σημείο αυτό, θα πρέπει να αναφέρουμε πως οι βασικές παράμετροι λειτουργίας της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση (FSP) που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα διατριβή, επιλέχθηκαν με βάση την μεταπτυχιακή εργασία «Βελτιστοποίηση και παραγωγή συνθέτων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμίνιου 5083, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση (FSP)» (Παπαντωνίου Ιωάννης, 2013, ΕΜΠ) και της αντίστοιχης δημοσίευσης (Pantelis et al., 2014). Στην αναφερόμενη εργασία, μελετήθηκε η παραγωγή επιφανειακού σύνθετου υλικού με διασπορά σωματιδίων αλούμινας (Al_2O_3) νανοδιαμέτρου σε μήτρα κράματος αλουμινίου AA5083, με τη χρήση της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης.

Από τη συγκεκριμένη εργασία παρατηρήθηκε πως (για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου) η χαμηλή ταχύτητα πρόωσης και η μεγάλη ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου FSP (μεγάλη θερμική παροχή) προκάλεσε την δημιουργία μεγάλης ζώνης ανάδευσης (Σχήμα 3.3-1 & Σχήμα 3.3-2), με αποτέλεσμα τη βέλτιστη διασπορά των νανοσωματιδίων ενίσχυσης, χωρίς την εμφάνιση συσσωματωμένων σωματιδίων. Επίσης, μελετήθηκαν παράμετροι για τη μείωση του «flow arm» και προέκυψε πως ο μοναδικός παράγοντας που συμβάλλει στη μείωση είναι η θερμική παροχή, η οποία εξασφαλίζεται κυρίως με χαμηλή ταχύτητα πρόωσης σε συνδυασμό με μεγάλες ταχύτητες περιστροφής του εργαλείου FSP. Αξίζει να σημειωθεί ότι ο σχηματισμός «flow arm» αποτελεί σχηματισμό δομής εντός της ζώνης ανάδευσης εξαιτίας του στροβιλισμού του υλικού. Αφορά στο μητρικό υλικό που μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά στη ζώνη ανάδευσης και εκχέεται στην προωθούμενη πλευρά. Η ανάπτυξή του οφείλεται στη χρήση σπειρώματος ομόρροπου με τη περιστροφή, διαδικασία που οδηγεί σε καθοδική ροή του υλικού (Berbon et al., 2001; Z. Y. Ma et al., 2003).



Σχήμα 3.3-1: Μεταβολή μεγέθους ζώνης ανάδευσης (γραφική ένωση με πρόγραμμα επεξεργασίας εικόνων, των ζωνών ανάδευσης τριών δοκιμίων με διαφορετικές ταχύτητες πρόωσης), (a) Δοκίμιο με ταχύτητα πρόωσης $v=19\text{mm/min}$, (b) Δοκίμιο με ταχύτητα πρόωσης $v=30\text{mm/min}$, (c) Δοκίμιο με ταχύτητα πρόωσης $v=60\text{mm/min}$.



Σχήμα 3.3-2: Δοκίμιο με βέλτιστη διασπορά των νανοσωματιδίων ενίσχυσης με γραφική επισήμανση της ζώνης ανάδευσης και την γεωμετρία εργαλείου FSP.

Τα πειράματα της αναφερομένης μεταπτυχιακής εργασίας είχαν πραγματοποιηθεί στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας (ENT) της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου σε μια τροποποιημένη φρέζα Milling Machine (Cugir) FU-32, η οποία έχει δυνατότητα ανάπτυξης ταχύτητας περιστροφής από 32 rpm έως 1500 rpm και ταχύτητα πρόωσης από 19 mm/min έως 950 mm/min. Έτσι, στην παρούσα διατριβή, για την επίτευξη της βέλτιστης διασποράς σωματιδίων, χρησιμοποιήθηκε στη μηχανή συγκόλλησης διατριβής με ανάδευση του εργαστηρίου η ελάχιστη ταχύτητα πρόωσης (13 mm/min) σε συνδυασμό με τις δύο επιλογές μεγαλύτερης ταχύτητας περιστροφής (750 rpm & 1000 rpm).

Κατά συνέπεια, στο πρώτο στάδιο της πειραματικής διαδικασίας, με την εφαρμογή των παραμέτρων που αναφέρονται στον Πίνακα 14, πραγματοποιήθηκε σειρά πειραμάτων προς εύρεση των βέλτιστων συνθηκών της αναπτυχθείσας μεθόδου. Η διατομή της αύλακας που δημιουργήθηκε για την εισαγωγή του μίγματος αφοροποιητικών και σταθεροποιητικών/ενισχυτικών κόνεων είχε πλάτος 1 mm και βάθος 3 mm. Το κλάσμα όγκου της φάσης ενίσχυσης (V_f) υπολογίστηκε στο 5,6%. Η αναλογία του μίγματος των κόνεων υπολογίστηκε με βάση την διεθνή βιβλιογραφία και παρέμεινε σταθερή για όλα τα πειράματα. Πιο συγκεκριμένα, χρησιμοποιήθηκε 0,6% w/w αφοροποιητικός παράγοντας TiH_2 και 2% w/w παράγοντας σταθεροποίησης/ενίσχυσης.

Οι παράμετροι που άλλαζαν κατά την διάρκεια του FSP ήταν η ταχύτητα περιστροφής και ο αριθμός των περασμάτων FSP, ενώ κατά τη θερμική κατεργασία η παράμετρος που άλλαζε ήταν η θερμοκρασία αφοροποίησης.

Πίνακας 14: Πειράματα εύρεσης βέλτιστων παραμέτρων διαδικασίας.

Set of parameters	FSP parameters			Foaming parameters		Porous structure characterization	
	Rotational speed V_{rot} (rpm)	Weld Pitch (V_{rot}/V_{tr})	Number of passes	Temperature of foaming process (°C)	Holding time of maximum porosity (min)	Max. Porosity (%) [95% CI=2%]	Circularity of pores [95% CI=0.04]
1	750	57.69	2	700	4	49%	0.66
2	750	57.69	3	700	4	53%	0.75
3	1000	76.92	2	700	4	51%	0.69
4	1000	76.92	3	700	4	54%	0.81
5	750	57.69	2	750	3.50	50%	0.77
6	750	57.69	3	750	3.50	52%	0.82
7	1000	76.92	2	750	3.50	55%	0.81
8	1000	76.92	3	750	3.50	60%	0.88
9	750	57.69	2	800	3	55%	0.80
10	750	57.69	3	800	3	57%	0.85
11	1000	76.92	2	800	3	59%	0.84
12	1000	76.92	3	800	3	60%	0.87

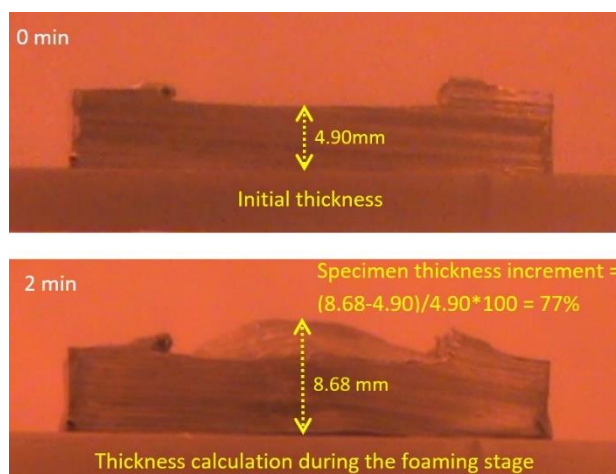
Η παράμετρος χρόνου παραμονής των δοκιμίων εντός φούρνου επιλέχθηκε η χρονική στιγμή που τα δοκίμια είχαν τη μέγιστη αφοροποίηση, πριν ξεκινήσει το στάδιο της κατάρρευσης. Αυτός ο χρόνος για κάθε θερμοκρασία αφοροποίησης είναι

διαφορετικός. Για χαμηλότερη θερμοκρασία αφροποίησης είναι μεγαλύτερος ο χρόνος μέχρι την μέγιστη αφροποίηση, ενώ για υψηλότερες θερμοκρασίες αφροποίησης ο χρόνος αυτός μειώνεται αισθητά.

Για να υπολογίσουμε τον βέλτιστο χρόνο αφροποίησης, πριν από κάθε ομάδα πειραμάτων, πραγματοποιούσαμε ένα πείραμα, όπου αφήναμε το δοκίμιο να φτάσει το στάδιο της κατάρρευσης εντός του φούρνου. Με χρήση της διάταξη της ενσωματωμένης κάμερας που περιγράφεται στο Κεφάλαιο 3.2.5, καταγράψαμε και παρατηρούσαμε όλα τα στάδια της αφροποίησης (Σχήμα 3.3-3) του δοκιμίου. Τα παραγόμενα βίντεο μετατρέπονταν σε αλληλουχίες φωτογραφιών, από τις οποίες υπολογίζοντας την μεταβολή του ύψους, όπως παρουσιάζεται στο Σχήμα 3.3-4, μπορούσαμε να βρούμε τον χρόνο που αντιστοιχεί στο μέγιστο σημείο αφροποίησης.



Σχήμα 3.3-3: Τυπικά στάδια αφροποίησης (στάδιο έναρξης αφροποίησης και πυρηνοποίησης, στάδιο μέγιστης αφροποίησης, στάδιο κατάρρευσης)



Σχήμα 3.3-4: Διαδικασία εύρεσης της μέγιστης μεταβολής ύψους.

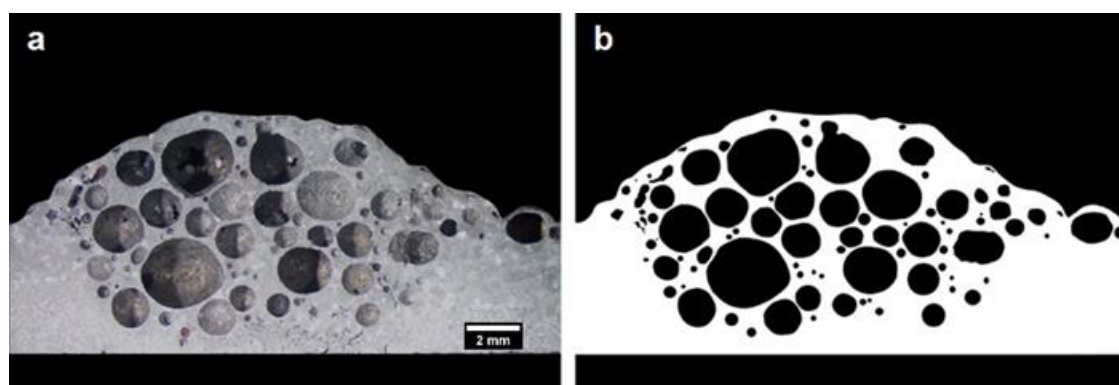
Με χρήση της πειραματικής διάταξης μέτρησης πορώδους (Κεφάλαιο 3.2.7), υπολογίστηκε για κάθε σετ παραμέτρων ο βαθμός αφροποίησης (Porosity) και για κάθε σετ συνθηκών η σφαιρικότητα των πόρων. Τα αποτελέσματα παρατίθενται στον Πίνακα 14.

Συμπεράσματα μετρήσεων πορώδους δομής

Αρχικά, αυτό που μπορούμε να παρατηρήσουμε είναι ότι οι τιμές ποσοστού αφροποίησης δεν έχουν πολύ μεγάλες αποκλίσεις και δεν εντοπίζονται πολύ χαμηλά ποσοστά αφροποίησης. Το εύρος αφροποίησης που παρατηρήθηκε λαμβάνει τιμές από 49% έως 60%, ενώ η σφαιρικότητα των πόρων κυμαίνεται από 0,66 έως 0,88. Έτσι, θα μπορούσαμε να χαρακτηρίσουμε τους αφρούς μέτριου πορώδους, με υψηλές τιμές σφαιρικότητας πόρων. Ιεραρχικά, οι παράμετροι που φαίνεται να συμβάλλουν στη βελτίωση της αφροποίησης είναι, αρχικά, οι υψηλές θερμοκρασίες αφροποίησης (750 °C & 800 °C), στην συνέχεια, ο αυξημένος αριθμός των περασμάτων FSP (που συνδέεται με την καλύτερη κατανομή των κόνεων στη ζώνη ανάδευσης), και, τέλος, η υψηλή ταχύτητα περιστροφής (που επίσης συνδέεται με την καλύτερη κατανομή των κόνεων στη ζώνη ανάδευσης μέσω της μεγαλύτερης θερμικής παροχής).

Ο μέγιστος βαθμός αφροποίησης, καθώς και η μέγιστη σφαιρικότητα των πόρων, παρατηρήθηκαν για τα δοκίμια με παραμέτρους: ταχύτητα περιστροφής 1000 rpm, 3 περάσματα FSP, 750 °C θερμοκρασία αφροποίησης και 3,5 λεπτά χρόνο αφροποίησης (Set of parameters 8) (Σχήμα 3.3-5).

Τα δοκίμια με παραμέτρους Set of parameters 8, Set of parameters 12, Set of parameters 11 (Πίνακας 14), παρουσίασαν παραπλήσιες τιμές βαθμού αφροποίησης και σφαιρικότητας πόρων (εντός ορίου σφάλματος). Παρά ταύτα, οι συνθήκες Set of parameters 8 επιλέγηκαν ως βέλτιστες, λόγω της χαμηλότερης θερμοκρασίας αφροποίησης στους 750 °C (τοπικά βέλτιστα – local optimization, στα πλαίσια του συνόλου των παραμέτρων που μελετήθηκαν και των περιορισμών της μηχανής FSW). Η χαμηλότερη θερμοκρασία αφροποίησης καθιστά τη διαδικασία ενεργειακά λιγότερο κοστοβόρα. Επιπλέον, οι μεταλλικοί αφροί, κατά τη διάρκεια της αφροποίησης σε υψηλότερες θερμοκρασίες, τείνουν να καταρρέουν πιο απότομα, κάτι το οποίο δεν είναι επιθυμητό μιας και είναι πιο δύσκολα ελεγχόμενο το φαινόμενο.



Σχήμα 3.3-5: a) Εικόνα τομής δοκιμίου με συνθήκες (Set of parameters 8) που παρουσίασαν την βέλτιστη αφροποίηση, b) Αντίστοιχη εικόνα binary για καλύτερη παρατήρηση της πορώδους δομής.

Πρέπει να σημειωθεί ότι η μεγάλη σφαιρικότητα των πόρων, λόγω γεωμετρικών περιορισμών, δεν μπορεί να δώσει μεγάλα ποσοστά αφροποίησης. Από την άλλη πλευρά, όμως, σε μέτριου πορώδους αφρούς (έως 70%) είναι επιθυμητή η σφαιρικότητα των πόρων, γιατί, σύμφωνα με πειράματα από τη διεθνή βιβλιογραφία, η υψηλή σφαιρικότητα και ομοιογένεια των πόρων βελτιώνει αισθητά τις μηχανικές ιδιότητες του παραγόμενου μεταλλικού αφρού (Goodall et al., 2007; Jiang et al., 2005; Wang et al., 2015a; Yang et al., 2017). Άρα, τελικά, μπορούμε να πούμε ότι η επιλογή ανάμεσα σε πολύ υψηλό πορώδες με χαμηλή σφαιρικότητα πόρων ή χαμηλότερο πορώδες με υψηλή σφαιρικότητα πόρων έχει να κάνει καθαρά με τις απαιτήσεις της κατασκευής, για την οποία προορίζεται ο μεταλλικός αφρός.

3.3.2 Μέτρηση θερμοκρασίας FSP

Με χρήση της πειραματικής διάταξης μέτρησης της θερμοκρασίας FSP (Κεφάλαιο 3.2.7) μελετήθηκε η διακύμανση των θερμοκρασιών κατά τη διάρκεια των περασμάτων FSP (Πίνακας 15). Η γνώση των αναπτυσσόμενων θερμοκρασιών κατά την διάρκεια του FSP είναι πολύ σημαντική, γιατί μπορεί να μας δώσει χρήσιμες ερμηνείες σε παρατηρήσεις κατά το μεταλλογραφικό έλεγχο. Παρατηρήθηκε πως για το σετ παραμέτρων FSP 1000 rpm και 13 mm/min οι θερμοκρασίες κυμαίνονταν σε ένα εύρος 400-410 °C, ενώ για το σετ παραμέτρων FSP 750 rpm και 13 mm/min οι θερμοκρασίες κυμαίνονταν σε ένα εύρος 370-380 °C (Σχήμα 3.3-6). Το εύρος αυτό των θερμοκρασιών βρίσκεται στο όριο θερμοκρασίας έναρξης διάσπασης του υδριδίου του τιτανίου που ξεκινάει στους 390 °C (Matijasevic-Lux et al., 2006). Παρά το υψηλό εύρος θερμοκρασιών, κατά το στάδιο του μεταλλογραφικού ελέγχου των προδρόμων δοκιμίων δεν παρατηρήθηκε κάποια έναρξη δημιουργίας φυσαλίδων (Κεφάλαιο 3.3.3). Αυτό οφείλεται κυρίως στο γεγονός ότι το εύρος των θερμοκρασιών που αναπτύχθηκαν βρίσκεται πολύ πιο χαμηλά από την θερμοκρασία τήξεως του AA5083, καθώς και στο σχετικά μικρό χρόνο που ήταν εκτεθειμένη η κάθε περιοχή στις υψηλές θερμοκρασίες.

Ο αριθμός των περασμάτων FSP φάνηκε να μην επηρεάζει τη θερμοκρασία της κατεργασίας. Πρέπει να αναφέρουμε πως τα περάσματα FSP γίνονταν διαδοχικά και ομόρροπα, χωρίς να αφήνουμε την πλάκα να ψυχθεί μεταξύ των περασμάτων. Επίσης, στα πρώτα περάσματα η διαδικασία απαιτούσε ένα πολύ σύντομο χρονικό διάστημα

(περίπου είκοσι δευτερόλεπτα) μέχρι η θερμοκρασία να φθάσει στη μέγιστη τιμή, πέραν δε της οποίας παρέμενε σταθερή μέχρι το τέλος του περάσματος FSP.

Πίνακας 15: Διακύμανση των θερμοκρασιών κατά την διάρκεια των περασμάτων FSP.

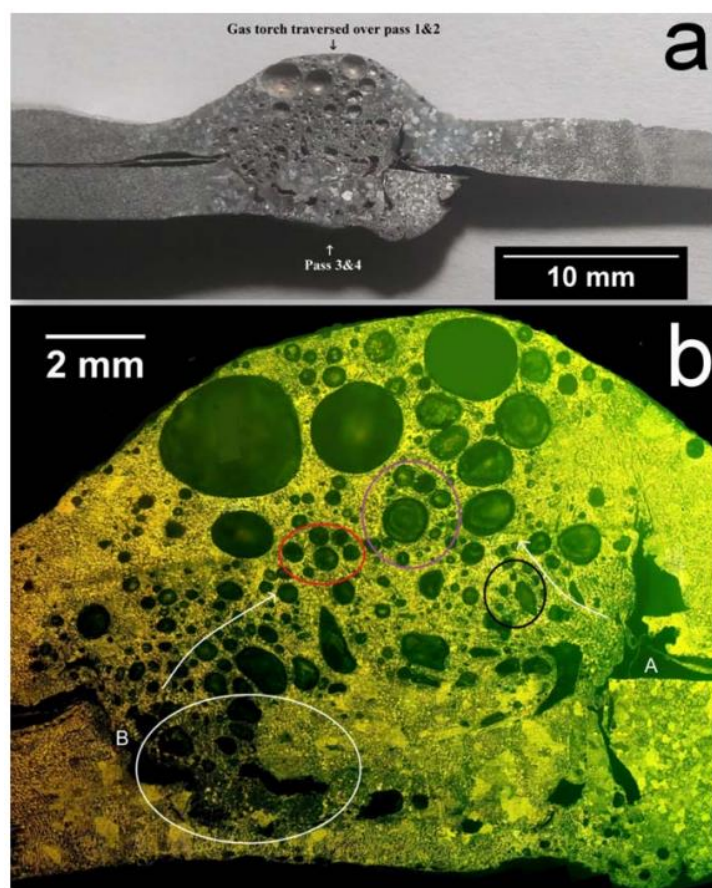
Set of parameters	Rotational speed V_{rot} (rpm)	Weld Pitch (V_{rot}/V_{tr})	Number of passes	Temperature of FSP ($^{\circ}C$)
1	750	57.69	2	370-380
2	750	57.69	3	370-380
3	1000	76.92	2	400-410
4	1000	76.92	3	400-410
5	750	57.69	2	370-380
6	750	57.69	3	370-380
7	1000	76.92	2	400-410
8	1000	76.92	3	400-410
9	750	57.69	2	370-380
10	750	57.69	3	370-380
11	1000	76.92	2	400-410
12	1000	76.92	3	400-410



Σχήμα 3.3-6: Μέτρηση θερμοκρασίας FSP, αριστερά σετ παραμέτρων FSP 750 rpm, δεξιά σετ παραμέτρων FSP 1000 rpm.

Ένας εξίσου σημαντικός λόγος, για τον οποίο μας ενδιαφέρει η γνώση των αναπτυσσόμενων θερμοκρασιών, έχει να κάνει με την τεχνολογική εξέλιξη της αναπτυχθείσας μεθόδου παραγωγής ενισχυμένων μεταλλικών αφρών. Στην παρούσα μελέτη, επιλέχθηκε η χρήση επαγωγικού φούρνου για το στάδιο της θερμικής κατεργασίας. Αυτή η επιλογή έγινε για λόγους βέλτιστου ελέγχου της αεροποίησης των δοκιμίων και για τη σωστή εύρεση/ανάπτυξη των παραμέτρων. Αυτό όμως δημιουργεί προβλήματα πρακτικότητας της μεθόδου, όσον αφορά στην παραγωγή τοπικών περιοχών ενισχυμένων μεταλλικών αφρών. Η αρχική ιδέα ήταν σε επόμενο

ερευνητικό στάδιο να ενσωματωθεί στην μηχανή FSP διάταξη, η οποία κατά την εκτέλεση της FSP να παρέχει την επιπλέον θερμότητα που απαιτείται (π.χ. με φλόγα αερίου), έτσι ώστε στο τελευταίο πέρασμα FSP να γίνεται επί τόπου και τοπικά η αφροποίηση. Συνεπώς, η γνώση των αναπτυσσόμενων θερμοκρασιών κατά το στάδιο της FSP είναι απαραίτητη για την περαιτέρω εξέλιξη της μεθόδου. Αξίζει να αναφερθεί ότι οι δύο πρώτες δημοσιεύσεις της αναπτυχθείσας μεθόδου της παρούσας διατριβής έγιναν το 2018 στο Journal of Material Science (Papantoniou et al., 2018b), και στο International Journal of Advanced Manufacturing Technology (Papantoniou et al., 2018c). Το 2020 μια ερευνητική ομάδα από Ινδία και Καναδά, στηριζόμενη στα δημοσιευμένα αποτελέσματα της παρούσας διατριβής, ανέπτυξαν διάταξη για επίτοπου αφροποίηση των δοκιμίων κατά το στάδιο του FSP (Shandley et al., 2020).



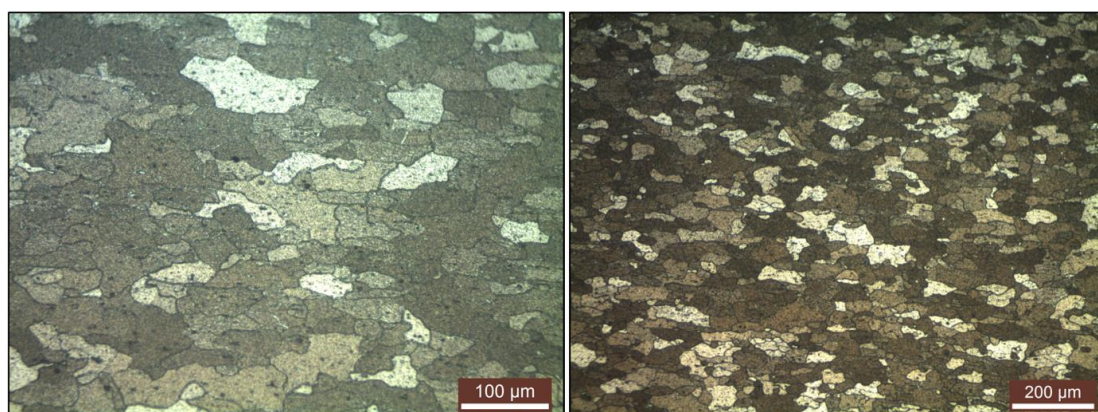
Σχήμα 3.3-7: Δοκίμια με επίτοπου αφροποίηση με χρήση φλόγας από τους (Shandley et al., 2020).

3.3.3 Μεταλλογραφικός σχολιασμός βέλτιστων προδρόμων δοκιμίων

3.3.3.1 Μεταλλογραφική μελέτη με χρήση οπτικής μικροσκοπίας

Στο κεφάλαιο που ακολουθεί, παρουσιάζεται η μεταλλογραφική μελέτη που πραγματοποιήθηκε στα πρόδρομα και αφροποιημένα δοκίμια που εμφάνισαν την βέλτιστη πορώδη δομή (Set of parameters 8) (δοκίμια με συνθήκες: 1000 rpm ταχύτητα περιστροφής, 13 mm/min ταχύτητα πρόωσης, 3 επάλληλα περάσματα FSP, 750 °C θερμοκρασία αφροποίησης).

Αρχικά, μελετήθηκε η μικροδομή του μετάλλου βάσης (Σχήμα 3.3-8). Όπως έχουμε προαναφέρει, το υλικό που χρησιμοποιήσαμε είναι κράμα αλουμινίου 5083-H111. Με τη χρήση του προγράμματος Leica Application Suite που είναι συνδεδεμένο με το οπτικό μικροσκόπιο, μετρήσαμε την κοκκομετρία του μετάλλου βάσης. Το μέσο μέγεθος κόκκων μετρήθηκε 30 μm .



Σχήμα 3.3-8: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας του κράματος AA5083.

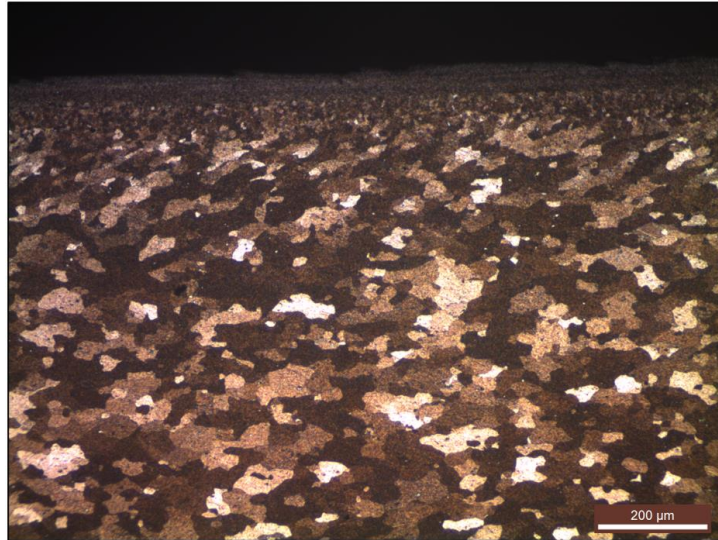
Παράλληλα με τα πρόδρομα δοκίμια που παρήχθησαν μέσω FSP, πραγματοποιήθηκε και η δημιουργία δοκιμίων «bead on plate». Δηλαδή, δοκίμια χωρίς τη δημιουργία αυλάκων και την προσθήκη σωματιδίων αφροποίησης και σταθεροποίησης/ενίσχυσης. Τα δοκίμια αυτά χρησιμοποιήθηκαν ως αναφορά για να μελετήσουμε την επίδραση των σωματιδίων στη ζώνη ανάδευσης, αλλά, και σε επόμενο στάδιο, στην επίδραση τους στις τιμές μετρήσεων της σκληρότητας. Παράλληλα, για να μελετήσουμε την επίδρασή του τρόπου κλεισίματος της αύλακας που επιλέξαμε στην μικροδομή του υλικού, πραγματοποιήσαμε πειράματα με χρήση

εργαλείου FSP χωρίς πείρο (το οποίο χρησιμοποιείται στο κλείσιμο των αυλάκων που περιέχουν τα σωματίδια). Με αυτό τον τρόπο, ελέγξαμε την επίδρασή του εργαλείου κυρίως στο βάθος επίδρασής του αναφορικά με το μέγεθος της κοκκομετρίας.

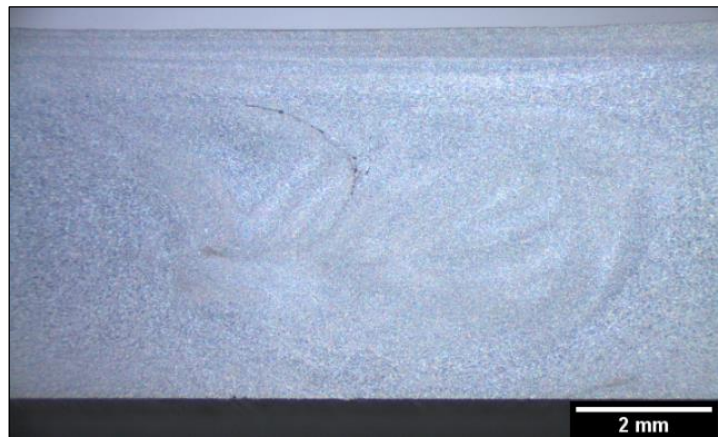
Στο Σχήμα 3.3-9 παρουσιάζεται η μικροδομή δοκιμίου με εργαλείο κλεισίματος χωρίς πείρο. Το εργαλείο κλεισίματος φαίνεται να έχει πολύ μικρή επιρροή στην μικροδομή του μητρικού υλικού. Πιο συγκεκριμένα, παρατηρείται μια σταδιακή μείωση της κοκκομετρίας του υλικού από την επιφάνεια μέχρι ένα βάθος 150-250 μm .

Στο Σχήμα 3.3-10 παρουσιάζεται μακρογραφικά η ζώνη ανάδευσης ενός δοκιμίου «bead on plate» (δοκίμιο χωρίς την προσθήκη σωματιδίων). Η ζώνη ανάδευσης δεν παρουσιάζει οπές, ρωγμές ή άλλες μορφές ατελειών. Το Σχήμα 3.3-11(a) παρουσιάζει την μικρογραφία του μητρικού υλικού (AA5083), ενώ αντίστοιχα το Σχήμα 3.3-11(b) παρουσιάζει τη μικρογραφία της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου «bead on plate». Συγκρίνοντας τις δύο εικόνες, μπορούμε να παρατηρήσουμε ότι το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού, μετά από την κατεργασία FSP, ακόμα και με την απουσία των νανοσωματιδίων, είναι σημαντικά μειωμένο.

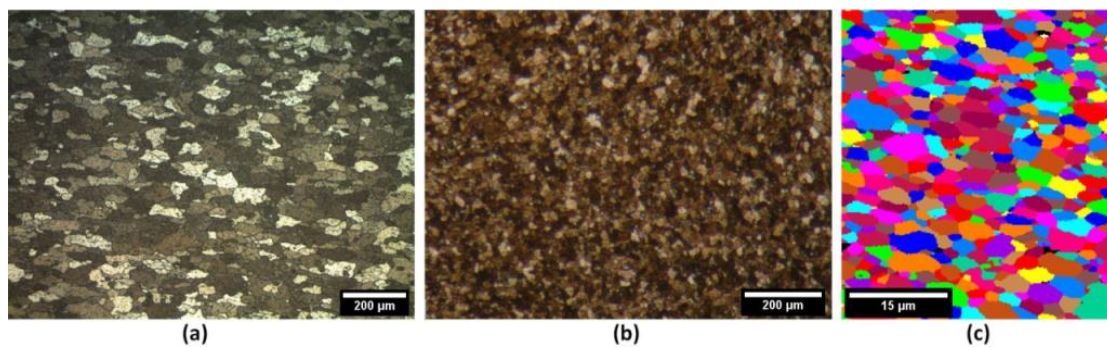
Ο Πίνακας 16 παρουσιάζει τα αποτελέσματα υπολογισμού του μέσου μεγέθους κοκκομετρίας για το μητρικό υλικό, το δοκίμιο «bead on plate» (χωρίς προσθήκη νανοσωματιδίων) και το πρόδρομο δοκίμιο (με την προσθήκη νανοσωματιδίων). Για το μητρικό υλικό και το δοκίμιο «bead on plate», οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν με την χρήση οπτικού μικροσκοπίου. Τα αποτελέσματα κοκκομετρίας προέκυψαν παίρνοντας μέση τιμή από την μέτρηση 100 κόκκων. Μετά από την εφαρμογή του FSP, το μέσο μέγεθος των κόκκων μειώθηκε από 30 μm του μητρικού υλικού, στα 10,4 μm εντός της ζώνης ανάδευσης. Η μείωση αυτή οφείλεται σε φαινόμενα δυναμικής ανακρυστάλλωσης (Dynamic Recrystallization - DRX), τα οποία λαμβάνουν χώρα εξαιτίας των υψηλών θερμοκρασιών που αναπτύσσονται, σε συνδυασμό με την έντονη πλαστική παραμόρφωση που λαμβάνει χώρα κατά την διάρκεια του FSP. Τα παραπάνω φαινόμενα δυναμικής ανακρυστάλλωσης εξαρτώνται από πολλούς παράγοντες, όπως η θερμοκρασία, η παραμόρφωση, και η αρχική θερμομηχανική κατεργασία που έχει υποστεί το υλικό (Huang and Logé, 2016; Rao et al., 2013; Su et al., 2005).



Σχήμα 3.3-9: Επίδραση εργαλείου κλεισίματος χωρίς πείρο στην μικροδομή του AA5083-H111.



Σχήμα 3.3-10: Εικόνα στερεοσκοπίας δοκιμίου «bead on plate» (χωρίς προσθήκη νανοσωματιδίων).



Σχήμα 3.3-11: a) Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας μητρικού υλικού (AA5083-H111), b) εικόνα οπτικής μικροσκοπίας δοκιμίου «bead on plate» μετά από τρία περάσματα FSP, c) Χάρτης κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων για πρόδρομο δοκίμιο έπειτα από τρία περάσματα FSP.

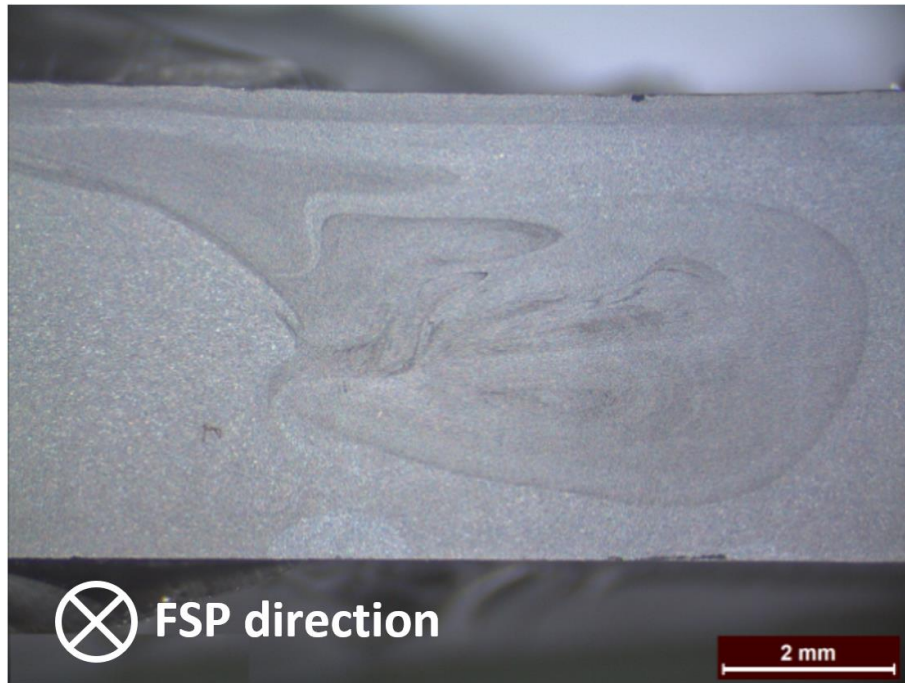
Πίνακας 16: Πίνακας προσδιορισμού του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων στην εκάστοτε ζώνη.

Υλικό	Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων
Αρχικό κράμα (AA5083-H111)	30 μm (95% CI = 2,23 μm)
Ζώνη ανάδευσης χωρίς ενισχυτική φάση παρένθεσης (δοκίμιο «bead on plate»)	10,4 μm (95% CI = 1,47 μm)
Ζώνη ανάδευσης με ενισχυτική φάση παρένθεσης (βέλτιστο δοκίμιο)	1,8 μm (95% CI = 0,18 μm)

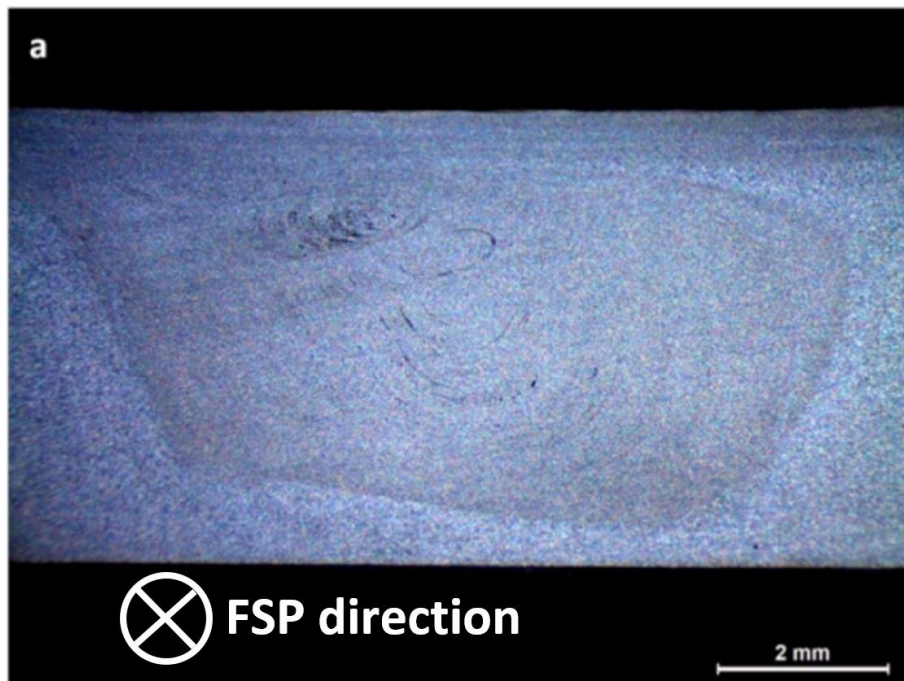
Το Σχήμα 3.3-12 παρουσιάζει την τομή προδρόμου δοκιμίου με τις συνθήκες no7 (13 mm/min, 1000 rpm, 2 περάσματα FSP), ενώ το Σχήμα 3.3-13 παρουσιάζει την τομή προδρόμου δοκιμίου με τις βέλτιστες συνθήκες no8 (13 mm/min, 1000 rpm, 3 περάσματα FSP). Στο δοκίμιο με τα τρία περάσματα παρατηρείται πολύ καλύτερη ομοιογένεια στην ζώνη ανάδευσης σε σχέση με το δοκίμιο με τα δυο περάσματα. Στο Σχήμα 3.3-13 παρατηρείται εμφάνιση μικρού μεγέθους «flow arm» στο πάνω μέρος της ζώνης ανάδευσης, ανάμεσα στη stir zone και την shoulder affected zone. Επίσης, στο Σχήμα 3.3-13 μπορούν να παρατηρηθούν μακροσκοπικά λεπτές ζώνες εντός της ζώνης ανάδευσης, οι οποίες είναι πιο σκουρόχρωμες και πρόκειται για μικρές περιοχές με μεγαλύτερη περιεκτικότητα ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και αφροποιητικού παράγοντα. Η αναλυτική μελέτη αυτών των ζωνών πραγματοποιήθηκε με χρήση οπτικού και ηλεκτρονικού μικροσκοπίου. Για τη μακροσκοπική μελέτη της δομής κατά μήκος της ζώνης ανάδευσης, χρησιμοποιήθηκε δοκίμιο που κόπηκε στο κέντρο (κατά πάχος) της ζώνης ανάδευσης. Όπως φαίνεται στο Σχήμα 3.3-14, κατά μήκος της ζώνης συγκόλλησης παρατηρείται ομοιογένεια στο πλάτος της ζώνης ανάδευσης, αλλά και στην γενική μικροδομή της (έλλειψη συσσωματωμάτων και ατελειών).

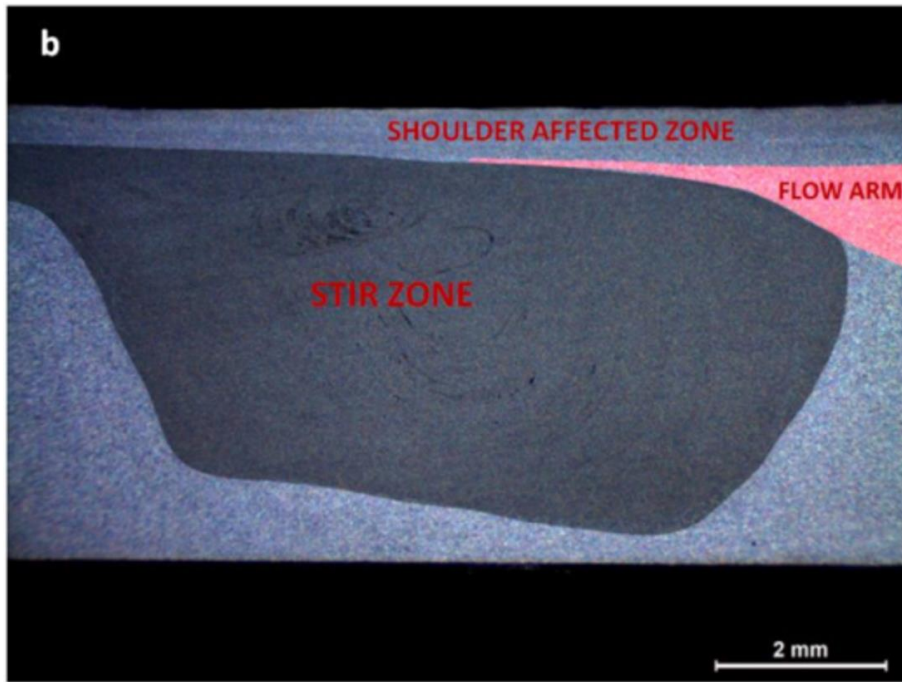
Η εισαγωγή της ενισχυτικής νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και του αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 συνέβαλαν στην περαιτέρω μείωση του μεγέθους κοκκομετρίας στα πρόδρομα δοκίμια. Λόγω του πολύ μικρού μεγέθους των κόκκων, δεν ήταν δυνατός ο ακριβής υπολογισμός της κοκκομετρίας μέσω οπτικής μικροσκοπίας, γι' αυτό επιλέχθηκε η χρήση της τεχνικής EBSD για τον υπολογισμό του μέσου μεγέθους κοκκομετρίας. Στο Σχήμα 3.3-11(c) παρουσιάζεται ο χάρτης κατανομής του μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων για το πρόδρομο δοκίμιο, έπειτα από την επίδραση τριών περασμάτων FSP. Το μέσο μέγεθος των κόκκων υπολογίστηκε στα 1,8 μm . Η περαιτέρω μείωση του μεγέθους των κόκκων συγκριτικά με το δοκίμιο «bead on plate» οφείλεται στο pinning effect, δηλαδή, την επίδραση των νανοκεραμικών

σωματιδίων ενίσχυσης στην ανάπτυξη των δυναμικά ανακρυσταλλωμένων κόκκων, την οποία και περιορίζουν (AHN et al., 2012; Huang et al., 2012; Navazani and Dehghani, 2016).

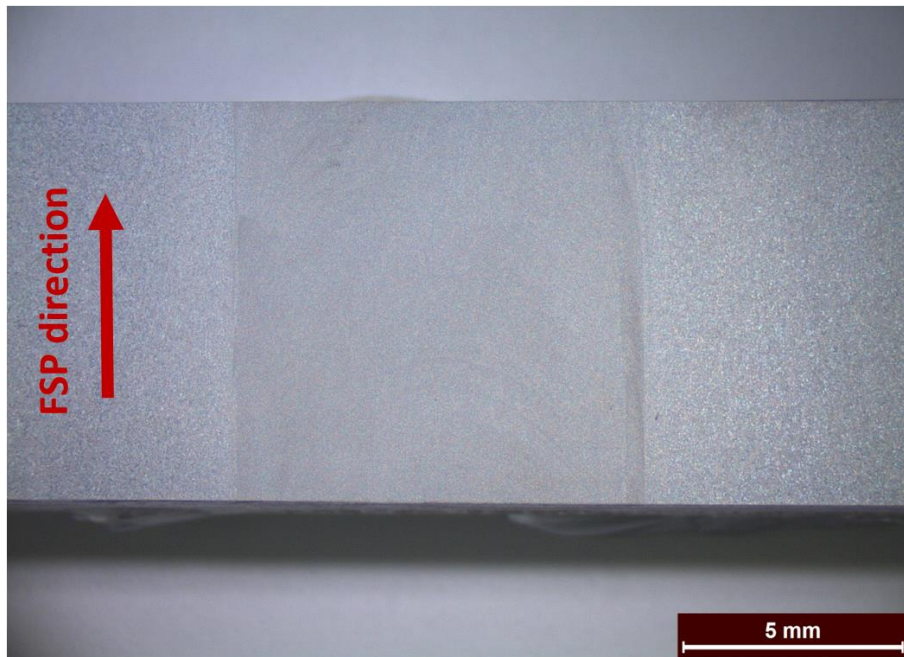


Σχήμα 3.3-12: Εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου δοκιμίου με δύο περάσματα FSP.





Σχήμα 3.3-13: a) Εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου δοκιμίου με τρία περάσματα FSP (βέλτιστο δοκίμιο), b) γραφική επισήμανση διαφορετικών περιοχών που δημιουργούνται από την επίδραση του εργαλείου FSP.



Σχήμα 3.3-14: Εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου δοκιμίου με τρία περάσματα FSP (βέλτιστο δοκίμιο), το οποίο κόπηκε στο κέντρο (κατά πάχος) της ζώνης ανάδευσης.

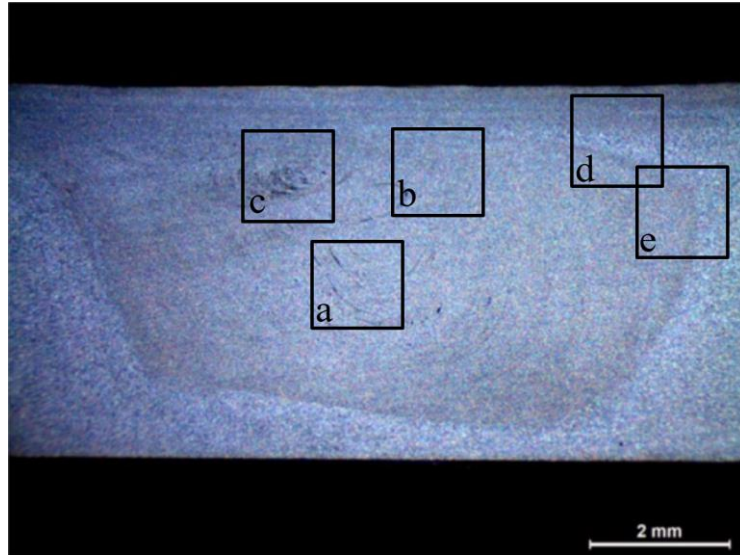
Το Σχήμα 3.3-16(a, b, c, d, e) παρουσιάζει εικόνες οπτικής μικροσκοπίας διαφορετικών χαρακτηριστικών περιοχών εντός της ζώνης ανάδευσης πρόδρομου δοκιμίου. Το Σχήμα 3.3-16(a) παρουσιάζει την κεντρική περιοχή της ζώνης ανάδευσης,

στην οποία εμφανίζονται σχηματισμοί δομής τύπου «onion ring». Οι δομές τύπου «onion ring» πρόκειται για τοπολογίες εμφάνισης ζωνώδους δομής (banded structure), όπου πραγματοποιείται συστηματική συγκέντρωση των σωματιδίων της πρόσθετης φάσης παρένθεσης (Gratecap et al., 2012; Xu and Deng, 2008). Στο Σχήμα 3.3-16(b) παρουσιάζεται περιοχή στο ανώτερο μέρος της ζώνης ανάδευσης, η οποία χαρακτηρίζεται από ομοιογενή κατανομή σωματιδίων, χωρίς την εμφάνιση ανεπιθύμητων συσσωματωμάτων. Στο Σχήμα 3.3-16(c) αποτυπώνεται μια δεύτερη περιοχή με πιο έντονη παρουσία ζωνών τύπου «onion ring». Στο Σχήμα 3.3-16(d) φαίνεται η περιοχή του «flow arm» μαζί με τμήμα του ανώτερου μέρους της ζώνης ανάδευσης, αλλά και μέρος της επηρεασμένης περιοχής από το περιαιχένιο (shoulder affected zone). Τέλος, στο Σχήμα 3.3-16(e) απεικονίζεται η μικροδομή στην περιοχή διεπαφής της ζώνης ανάδευσης με την θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ) στη προωθούμενη πλευρά (advancing side).

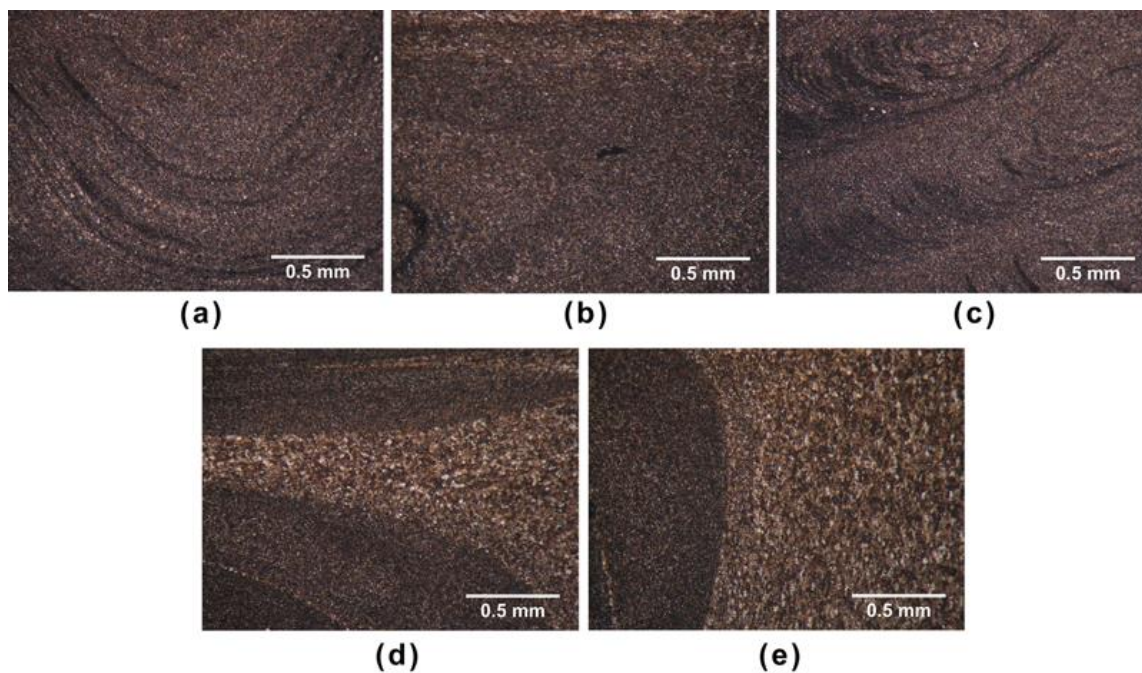
Συνολικά από τον μεταλλογραφικό έλεγχο μέσω οπτικής μικροσκοπίας στα βέλτιστα πρόδρομα δοκίμια, δεν παρατηρήθηκε κάποια μορφή ατέλειας (π.χ. flash, groove-like defect, wormhole). Αυτό οφείλεται στη βέλτιστη επιλογή παραμέτρων της μηχανής: η χρήση ταχύτητας περιστροφής εργαλείου 1000 rpm και ταχύτητας πρόωσης 13 mm/min, η χρήση κατάλληλης γεωμετρίας εργαλείου με σπείρωμα, καθώς και η επιλογή τριών περασμάτων FSP. Ο συνδυασμός των συγκεκριμένων παραμέτρων οδήγησε στην απόδοση των επιθυμητών αποτελεσμάτων, δεδομένου ότι αξιοποιούν με τον καλύτερο τρόπο την ανάμιξη των υλικών και αποτρέπουν τη δημιουργία συσσωματωμάτων κυρίως στην περιοχή κοντά στο «flow arm». Η δημιουργία των συσσωματωμάτων έχει να κάνει με την ελλειπή κίνηση του υλικού προς την κάτω πλευρά της ζώνης ανάδευσης, η οποία προκαλείται από το περιστρεφόμενο εργαλείο FSP (Ji et al., 2012). Η χρωματική αντίθεση εντός της ζώνης ανάδευσης σχετίζεται με περιοχές, οι οποίες έχουν μεγαλύτερη περιεκτικότητα σε σωματίδια παρένθετης φάσης (σκουρόχρωμες περιοχές) και σε περιοχές που έχουν χαμηλότερη περιεκτικότητα σε σωματίδια παρένθετης φάσης (ανοιχτόχρωμες περιοχές).

Εξαιτίας των φαινομένων της δυναμικής ανακρυστάλλωσης, όλες οι περιοχές εντός της ζώνης ανάδευσης παρουσιάζουν εκλεπτυσμένους και ελαφρώς προσανατολισμένους κόκκους. Στην θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ), η μικροδομή των κόκκων έχει υποστεί έντονη πλαστική παραμόρφωση, η οποία ακολουθεί τη ροή της ζώνης ανάδευσης, αλλά δεν έχει υποστεί ανακρυστάλλωση.

Αυτό έχει ως αποτέλεσμα τη δημιουργία μιας ευδιάκριτης περιοχής ανάμεσα στη ζώνη ανάδευσης και τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (Σχήμα 3.3-16(e)).



Σχήμα 3.3-15 Εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου βέλτιστου δοκιμίου με επισήμανση περιοχών μελέτης οπτικής μικροσκοπίας Σχήματος 3.3-16.

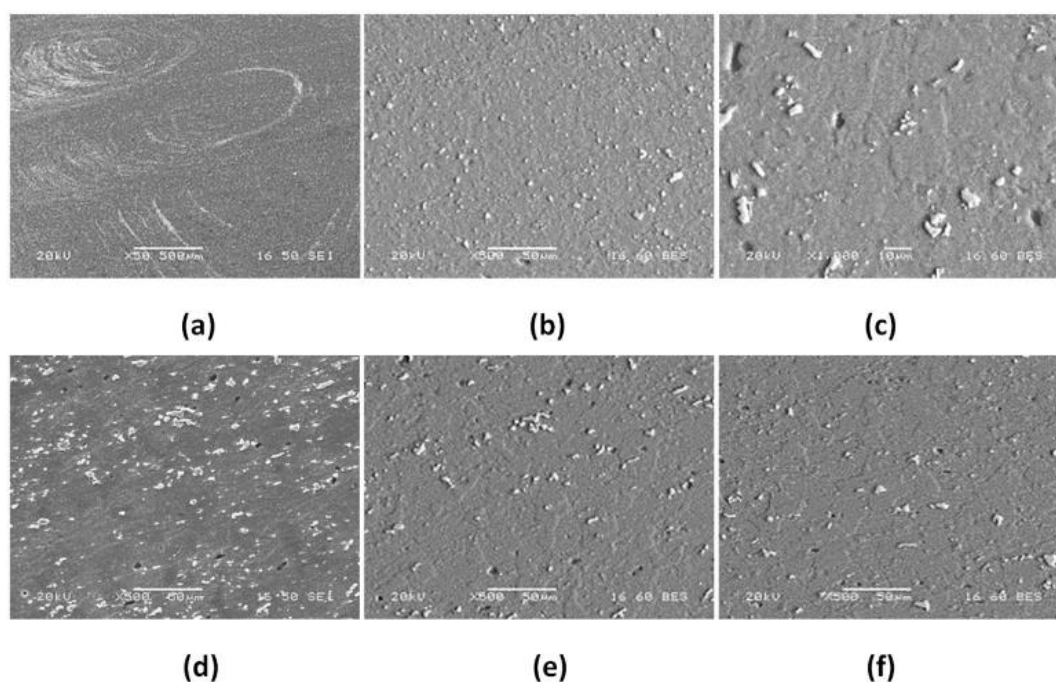


Σχήμα 3.3-16: (a, b, c) Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας περιοχών ζωνόδους δομής (onion rings) εντός του πυρήνα ανάδευσης, (d) εικόνα οπτικής μικροσκοπίας περιοχής σχηματισμού δομής «flow arm», (e) εικόνα οπτικής μικροσκοπίας περιοχής μετάβασης από τη ζώνη ανάδευσης στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη.

3.3.3.2 Μεταλλογραφική μελέτη με χρήση ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM)

Στο Σχήμα 3.3-17(a, b, c, d, e, f) παρουσιάζονται εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM) διαφορετικών περιοχών εντός προδρόμου δοκιμίου. Από τη μελέτη των εικόνων καταλήγουμε, αρχικά, στο συμπέρασμα ότι η νανοδομημένη γ - Al_2O_3 και ο αφροποιητικός παράγοντας TiH_2 δεν έχουν δημιουργήσει συσσωματώματα και έχουν κατανεμηθεί ομοιογενώς στη ζώνη ανάδευσης. Επίσης, μια ενδιαφέρουσα παρατήρηση που αφορά τα σωματίδια TiH_2 είναι ότι, εξαιτίας των περασμάτων FSP, το μέγεθός τους έχει μειωθεί σε βαθμό που δεν είναι πλέον εύκολα παρατηρήσιμα. Το κανονικό μέγεθός τους είναι 325 MESH, δηλαδή κοντά στα 30-50 μm (Σχήμα 3.2-15), και θα έπρεπε να ξεχωρίζουν εύκολα στις εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας παρά το μικρό ποσοστό τους (0,2% w/w). Η κατανομή των σωματιδίων στη ζώνη ανάδευσης μελετήθηκε μέσω της τεχνικής mapping και τα αποτελέσματα παρατίθενται στην συνέχεια του κεφαλαίου.

Τα κεραμικά νανοσωματίδια γ - Al_2O_3 παρουσιάζουν πολύ καλή κατανομή εντός της ζώνης ανάδευσης, ενώ δεν παρατηρούνται περιοχές με μεγάλα συσσωματώματα, κάτι το οποίο είναι σύνηθες στην κατασκευή σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας μέσω FSP. Η χρωματική διαφορά στις εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας υποδεικνύουν την ύπαρξη μόνο κάποιων πολύ στενών ζωνών με μεγαλύτερες συγκεντρώσεις νανοσωματιδίων (Σχήμα 3.3-17(a)), οι οποίες εντοπίζονται κυρίως στην περιοχή των «onion rings».

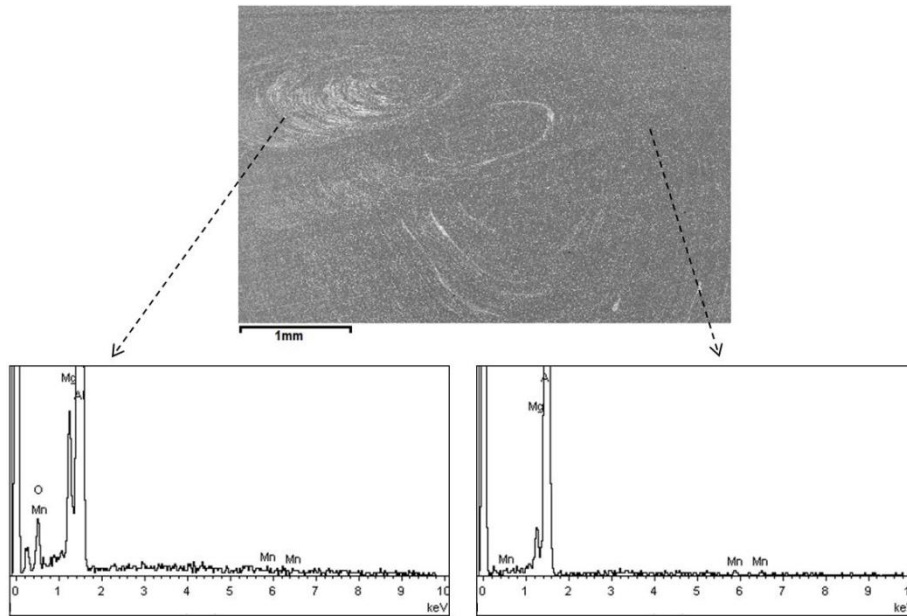


Σχήμα 3.3-17: (a, b, c, d, e, f): Εικόνες δευτερογενών και οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων χαρακτηριστικών περιοχών εντός της ζώνης ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου.

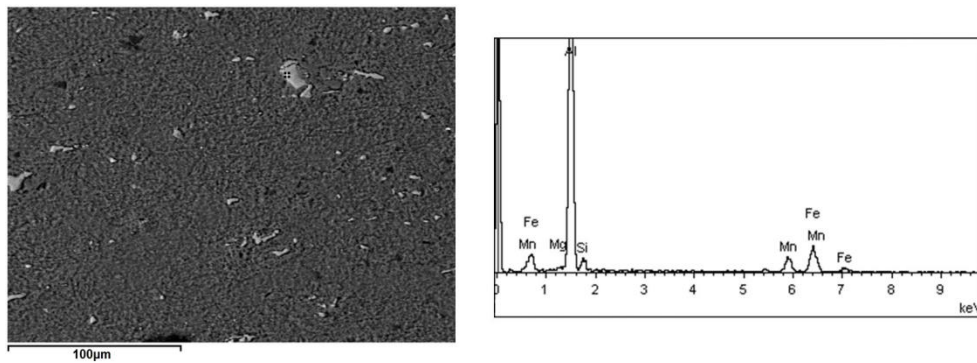
Πιο συγκεκριμένα, τα νανοσωματίδια αλούμινας βρίσκονται εντοπισμένα (σε μεγαλύτερες συγκεντρώσεις) στη ζώνη ανάδευσης σε ελλειπτικές δομές (onion rings), κυρίως σε μικρές περιοχές στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης. Οι ελλειπτικές δομές που σχηματίζονται αποτελούνται από εναλλασσόμενες πολύ μικρού πάχους ζώνες υψηλότερης συγκέντρωσης σωματιδίων (particle-rich layers) και χαμηλότερης συγκέντρωσης σωματιδίων (particle-poor layers). Στο Σχήμα 3.3-17(a), οι ανοιχτόχρωμες περιοχές έχουν υψηλότερη συγκέντρωση σωματιδίων $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Η δημιουργία των περιοχών αυτών οφείλεται στη ροή που δημιουργείται στο υλικό από το σπείρωμα του πείρου και μπορεί να εξαλειφθεί με περαιτέρω περάσματα.

Η χρωματική διαφορά στην ηλεκτρονική μικροσκοπία οφείλεται στους διαφορετικούς ατομικούς αριθμούς των στοιχείων. Οι φάσεις με μεγαλύτερο μέσο ατομικό αριθμό φαίνονται πιο ανοιχτόχρωμες/φωτεινές. Το αλουμίνιο έχει ατομικό αριθμό 12, ενώ το Al_2O_3 έχει μέσο ατομικό αριθμό 10 και κανονικά έπρεπε να εμφανίζεται πιο σκουρόχρωμο, όταν χρησιμοποιείται η τεχνική οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Όμως, όταν υπάρχουν ενσωματωμένα στη μεταλλική μήτρα σωματίδια μεγέθους μικρότερου από 1 μm , τότε δημιουργείται το «edge effect» (Cizmar et al., 2008; Hodoroaba et al., 2014), κατά το οποίο οι ακμές των νανοσωματιδίων εκπέμπουν μεγαλύτερο αριθμό ηλεκτρονίων, με αποτέλεσμα οι περιοχές που περιέχουν μεγαλύτερη ποσότητα νανοσωματιδίων να φαίνονται πιο ανοιχτόχρωμες (Σχήμα 3.3-18).

Η αύξηση της θερμοκρασίας στη ζώνη ανάδευσης μέχρι τους 410°C , εκτός από τη μεταβολή στο μέσο μέγεθος κόκκων, επιφέρει τη βαθμιαία διάλυση των κατακρημνισμάτων και την επαναδημιουργία λεπτότερων ομάδων αυτών εντός της μητρικής φάσης του αλουμινίου. Τα ομοιογενώς κατανεμημένα κατακρημνίσματα με στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_6Mn , Al_3Mg_2 καθώς και οι φάσεις στερεοποίησης $\text{Al}(\text{Fe},\text{Mn},\text{Si})$ χαρακτηρίζονται από πιο λεπτοκρυσταλλική διάταξη σε σχέση με τις αντίστοιχες δομές του μετάλλου βάσης. Ωστόσο, στη ζώνη αυτή παρατηρήθηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής ευμεγέθων κατακρημνισμάτων, όπως αυτά που παρατηρούνται στο ανεπηρέαστο μέταλλο βάσης, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνει ότι κατά την διεργασία FSP πραγματοποιείται ανάπτυξη του φαινομένου διάλυσης-επανακατακρήμνισης (dissolution-precipitation mechanism) (Σχήμα 3.3-19).



Σχήμα 3.3-18: EDS ανάλυση σε περιοχές ανοιχτόχρωμης αντίθεσης και σκουρόχρωμης αντίθεσης, όπου αντίστοιχα παρατηρείται εμπλουτισμός και περιορισμένη συμμετοχή νανοκρυσταλλικής $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

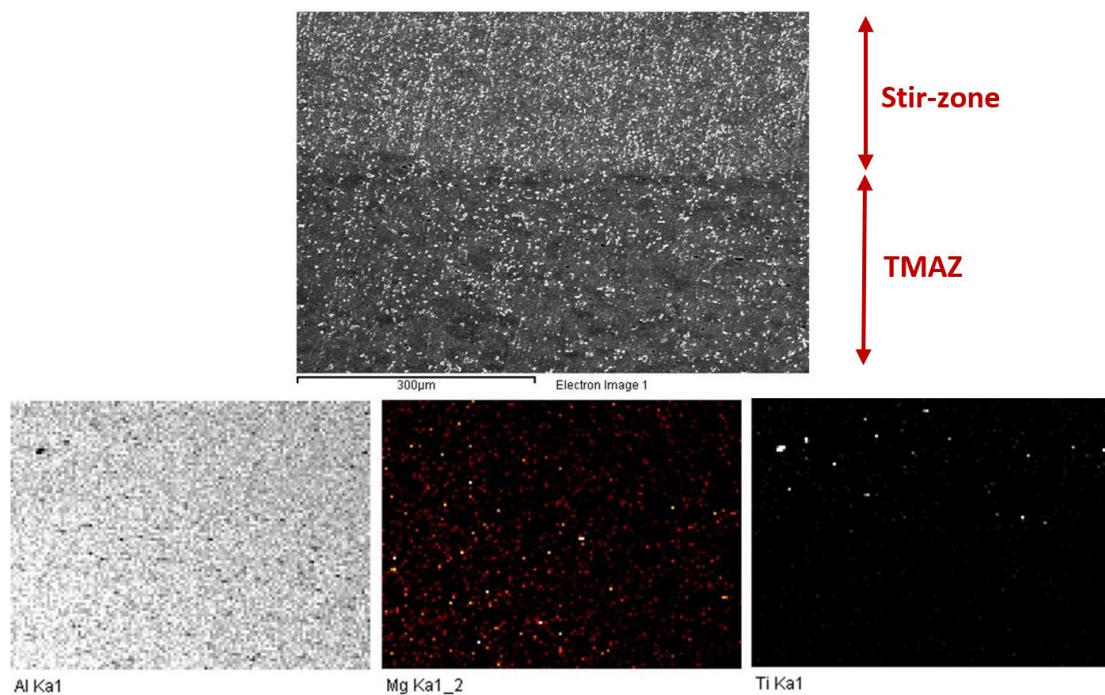


Σχήμα 3.3-19: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση τυπικού σωματιδίου φάσης στερεοποίησης τύπου $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Si})$.

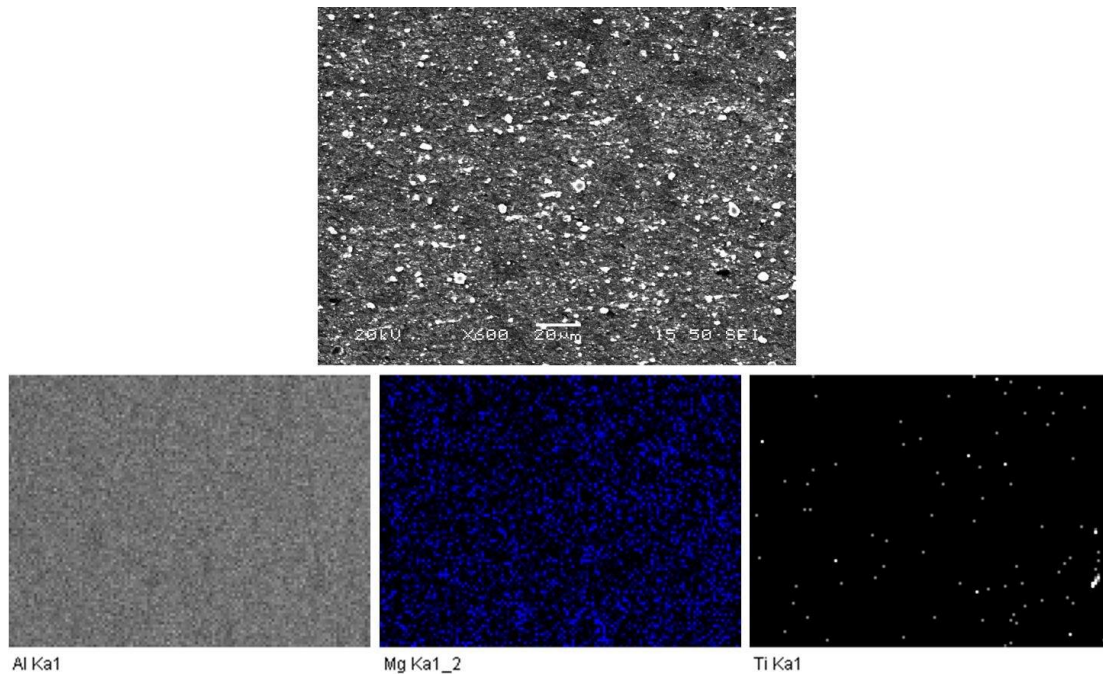
Κατά τη διάρκεια του FSP, μέσα στη ζώνη ανάδευσης, το υλικό υφίσταται έντονη πλαστική παραμόρφωση που μπορεί να δημιουργήσει όρια κόκκων με μικρή απόκλιση γωνίας και, στη συνέχεια, λόγω της αυξημένης θερμοκρασίας, αυτά τα όρια μπορούν να αναδιαταχθούν, να μετασχηματιστούν και να δημιουργήσουν νέους μικρότερους ομοιογενείς κόκκους (Guo et al., 2014). Η ενσωμάτωση νανοσωματιδίων $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ εισήγαγε ένα δευτερεύοντα μηχανισμό που οδήγησε στη περαιτέρω μείωση του μέσου μεγέθους των κόκκων εντός της ζώνης ανάδευσης (pinning effect) (CHOI et al., 2012). Επομένως, το «pinning effect» που προκαλούν τα νανοσωματίδια στα όρια των κόκκων, το οποίο επίσης αναφέρεται και ως «Zener pinning», είναι ένα

σημαντικός μηχανισμός ελέγχου της μετακίνησης των ορίων των κόκκων κατά την διάρκεια της ανακρυστάλλωσης.

Όπως αναφέρθηκε προηγουμένως, προκειμένου να διερευνηθεί η κατανομή του αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 στην ζώνη ανάδευσης, πραγματοποιήθηκε κρυσταλλογραφική χαρτογράφηση (EDS mapping) σε δύο σημεία: α) στη διεπαφή της ζώνης ανάδευσης με τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (Σχήμα 3.3-20), και β) στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης (Σχήμα 3.3-21). Και στους δύο χάρτες στοιχειακής κατανομής, παρατηρούμε ότι ο αφροποιητικός παράγοντας είναι ομοιόμορφα κατανεμημένος στη ζώνη ανάδευσης σε μικρότερου μεγέθους σωματίδια σε σχέση με την αρχική μορφή του. Στο τμήμα χαρτογράφησης του τιτανίου στο Σχήμα 3.3-20 παρατηρούμε ότι μικρές περιοχές τιτανίου εντοπίζονται κατανεμημένες ομοιόμορφα στο τμήμα εντός της ζώνης ανάδευσης (stir-zone), ενώ, όπως είναι αναμενόμενο, στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη δεν παρατηρείται τιτάνιο. Εδώ, θα πρέπει να αναφερθεί πως για τον εντοπισμό των σωματιδίων TiH_2 επιλέχθηκε το τιτάνιο και όχι το υδρογόνο, το οποίο δεν είναι ανιχνεύσιμο μέσω της EDS τεχνικής.



Σχήμα 3.3-20: Χάρτες στοιχειακής κατανομής στη διεπιφάνεια συναρμογής μεταξύ της ζώνης ανάδευσης και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης προδρόμου δοκιμίου (EDS ανάλυση σε mapping mode).



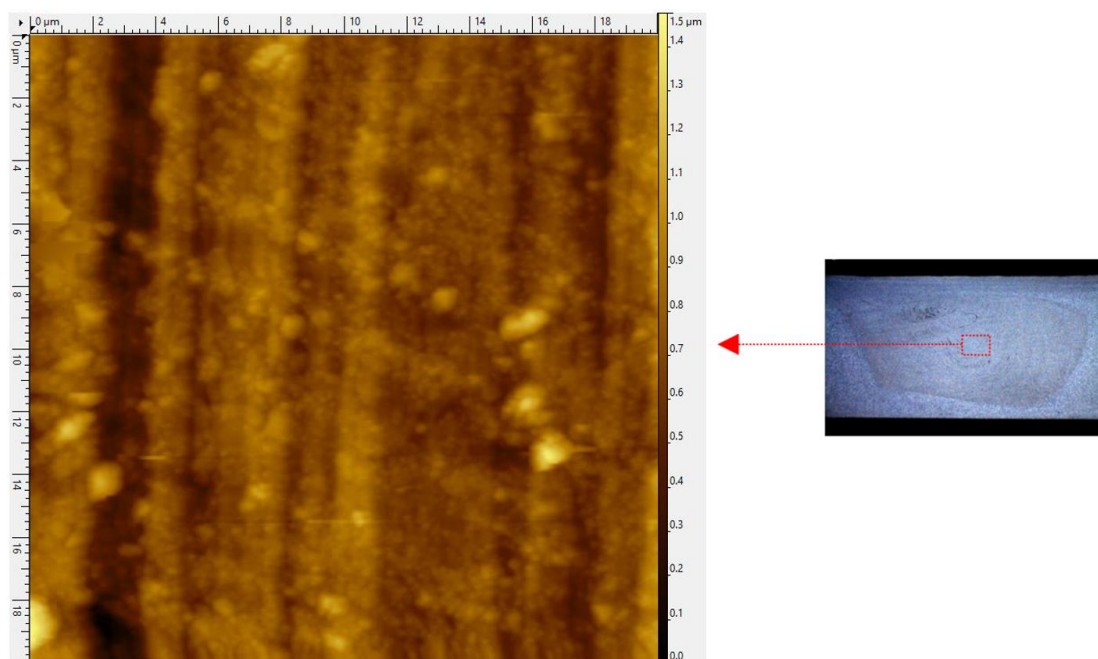
Σχήμα 3.3-21: Χάρτες στοιχειακής κατανομής στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου (EDS ανάλυση σε mapping mode).

3.3.3.3 Μεταλλογραφική μελέτη με χρήση τεχνικής Μικροσκοπίας Ατομικών Δυνάμεων (AFM)

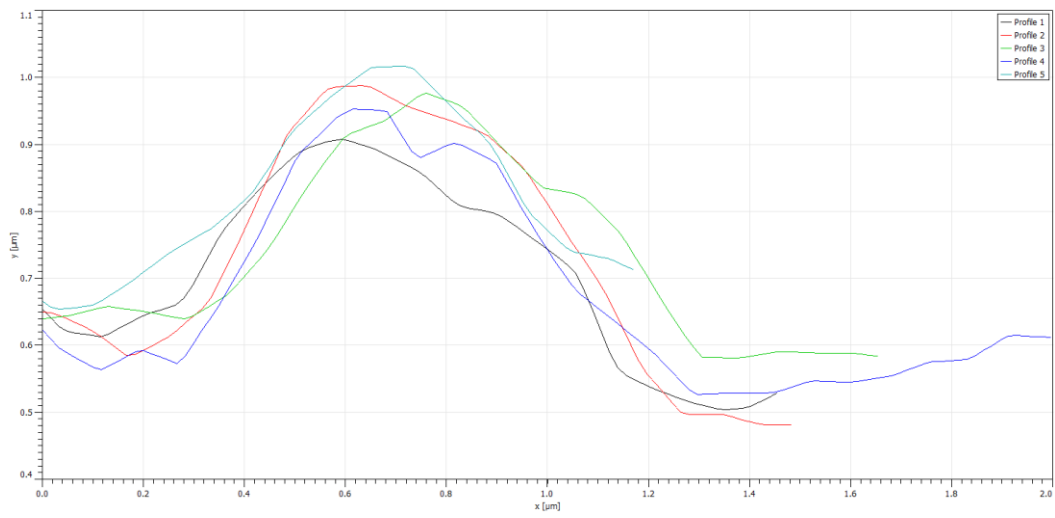
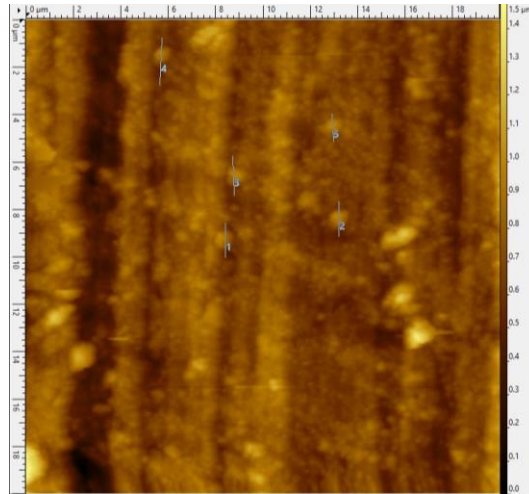
Για την περαιτέρω μελέτη της ενσωμάτωσης της νανοκρυσταλλικής σκόνης στην ζώνη ανάδευσης των βέλτιστων προδρόμων δοκιμίων, πραγματοποιήθηκε μελέτη με χρήση μικροσκοπίου ατομικών δυνάμεων (AFM). Αρχικά, θα πρέπει να αναφέρουμε πως η μεταλλογραφική προετοιμασία του προδρόμου δοκιμίου που μελετήθηκε ήταν διαφορετική και στη φάση της προετοιμασίας επιφανείας δοκιμίου και στη φάση της χημικής προσβολής. Δεν πραγματοποιήθηκε στάδιο στίλβωσης και η λείανση σταμάτησε σε λειαντικά χαρτιά καρβιδίου του πυριτίου που έφταναν Grit 4000 που αντιστοιχούν σε μέγεθος κόκκων καρβιδίου 5 μm. Στην συνέχεια, έγινε η εμφάπτιση του δοκιμίου σε χημικό αντιδραστήριο Keller's για 8 δευτερόλεπτα. Αρχικά πειράματα με χημικό αντιδραστήριο Poulton's έδωσαν πολύ τραχιά επιφάνεια και δεν ήταν εφικτή η μελέτη τους με το AFM. Το αντιδραστήριο Keller's είναι ένα πολύ ήπιο χημικό αντιδραστήριο και έδωσε αρκετά καλύτερη ποιότητα επιφάνειας, με αποτέλεσμα να γίνει πιο διακριτή η μελέτη των νανοσωματιδίων.

Στο Σχήμα 3.3-22 παρουσιάζεται η εικόνα μικροσκοπίου ατομικών δυνάμεων μεγέθους παραθύρου 20 x 20 μm² εντός της ζώνης ανάδευσης. Στην εικόνα φαίνονται οι παράλληλες γραμμές λείανσης και ενσωματωμένα στο υλικό τα σωματίδια της

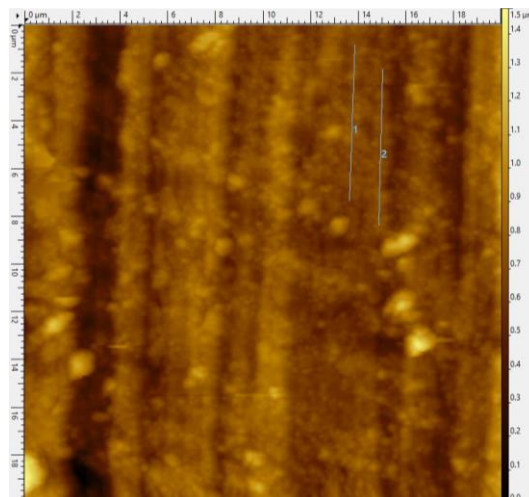
παρένθετης κεραμικής φάσης. Τα σωματίδια παρουσιάζονται ομοιόμορφα κατανεμημένα στο μητρικό υλικό. Παρά τη λείανση και τη χημική προσβολή, τα σωματίδια που προεξέχουν δεν φαίνεται να έχουν αποκολληθεί (αφήνοντας οπές), κάτι το οποίο είναι σημαντική ένδειξη ότι τα σωματίδια έχουν πολύ δυνατή πρόσφυση στο μητρικό υλικό. Στο Σχήμα 3.3-23 παρουσιάζεται γραμμικό προφίλ των υψομετρικών διαφορών πέντε μεγάλων σωματιδίων. Η διάμετρός τους είναι κοντά στα 500-600 nm. Τα σωματίδια αυτά πιθανότατα πρόκειται για μικρά συσσωματώματα νανοκεραμικής σκόνης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Στο Σχήμα 3.3-24 παρουσιάζονται δύο γραμμικά προφίλ υψομετρικών διαφορών παράλληλα σε γραμμές λείανσης. Στα προφίλ αυτά παρατηρούνται πολλές μεταβολές με πλάτη και ύψη που αντιστοιχούν σε μερικά δεκάδες νανόμετρα και τα οποία πιθανότατα πρόκειται είτε για μεμονωμένα νανοσωματίδια είτε για πολύ μικρά συσσωματώματα σκόνης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Τέλος, στο Σχήμα 3.3-25 παρουσιάζεται αντίστοιχα η παραχθείσα από το πρόγραμμα επεξεργασίας τρισδιάστατη απεικόνιση της τοπογραφίας της μελετώμενης περιοχής.

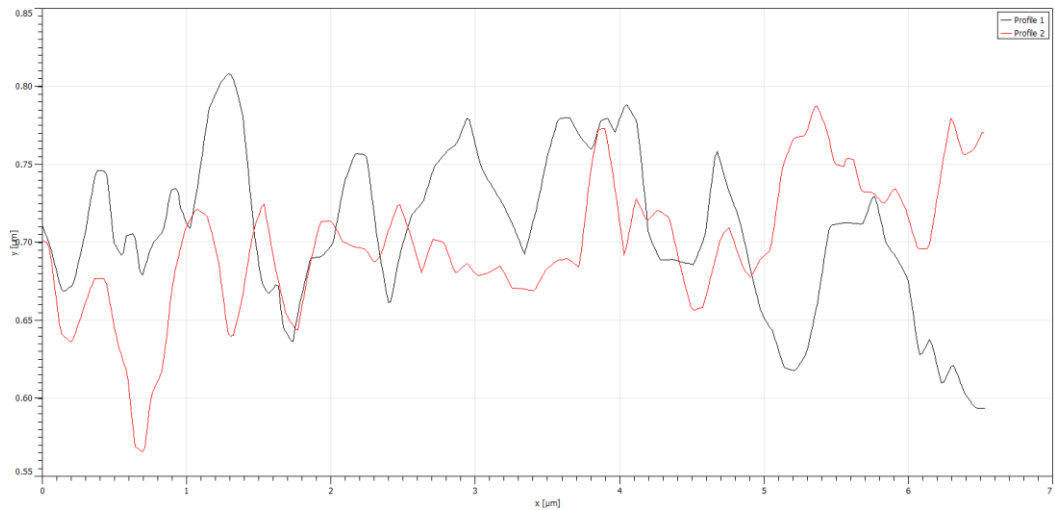


Σχήμα 3.3-22: Εικόνα μικροσκοπίου ατομικών δυνάμεων μεγέθους παραθύρου $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ εντός της ζώνης ανάδευσης.

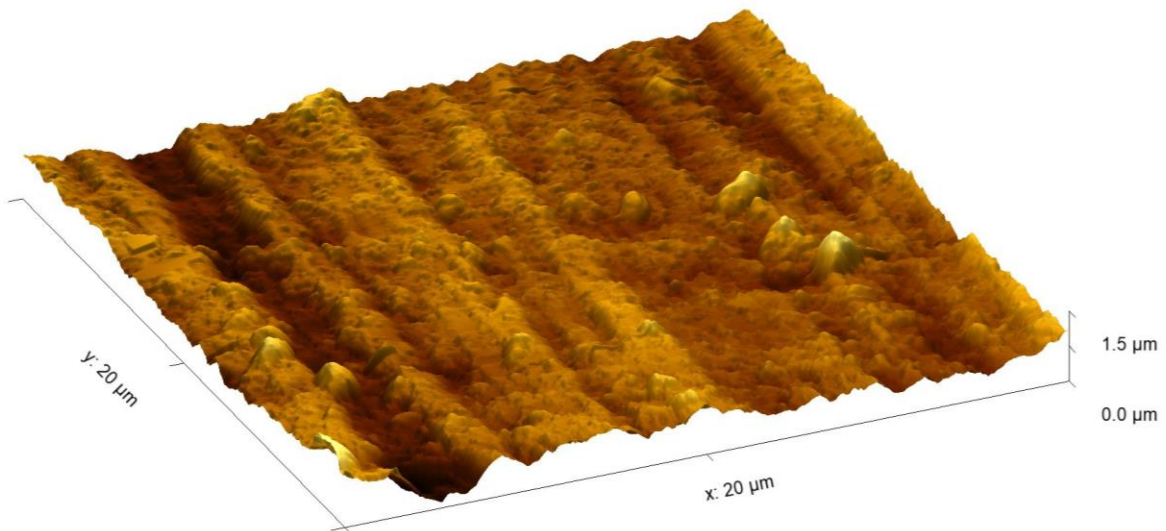


Σχήμα 3.3-23: Γραμμικό προφίλ των υψομετρικών διαφορών πέντε μεγάλων σωματιδίων.





Σχήμα 3.3-24: Γραμμικά προφίλ υψομετρικών διαφορών παράλληλα σε γραμμές λείανσης (οι μεταβολές του βάθους αντιστοιχούν σε μικρότερο μεγέθους νανοσωματίδια).



Σχήμα 3.3-25: Τρισδιάστατη απεικόνιση μελετώμενης επιφανειακής δομής.

3.3.3.4 Μεταλλογραφική μελέτη με χρήση τεχνικής EBSD

Οι φυσικές και μηχανικές ιδιότητες των μεταλλικών υλικών σχετίζονται με το μέγεθος των κόκκων τους. Το μέγεθος της κοκκομετρίας ενός υλικού είναι ένα σημαντικό χαρακτηριστικό που χρησιμοποιείται στην κατανόηση και εκτίμηση της ανάπτυξης πιθανών αστοχιών. Η τεχνική EBSD (Electron Backscatter Diffraction) που εφαρμόζεται στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM), έχει ευρεία εφαρμογή στο χαρακτηρισμό της μικροδομής των μεταλλικών κραμάτων, καθώς και στην αποτίμηση του τοπικού κρυσταλλογραφικού ιστού (texture) του υλικού.

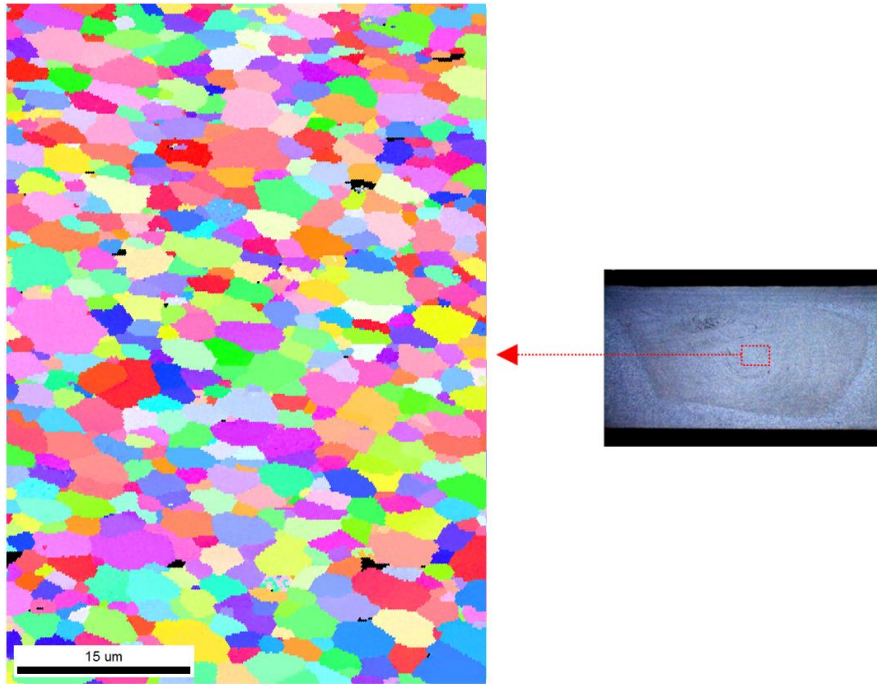
Χρησιμοποιείται για την συλλογή πληροφοριών σχετικών με το μέγεθος των κόκκων, τη φύση των ορίων τους, τον επιφανειακό και κυρίαρχο κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και την ταυτότητα των συμμετεχουσών φάσεων του ακτινοβολούμενου δείγματος. Η τεχνική μπορεί να χρησιμοποιηθεί για ανάλυση δειγμάτων με κυμαινόμενα μεγέθη, από την τάξη των εκατοστών με κόκκους της τάξεως των χιλιοστών, έως και μεταλλικών λεπτών υμενίων με νανοδιάστατους κόκκους.

Τα αποτελέσματα τα οποία παρατίθενται ακολούθως ελήφθησαν για βήμα σάρωσης του οργάνου 0,03 μm (step size) και αναλυτική ικανότητα αυτού 0,2 μm (resolution). Η προετοιμασία της επιφάνειας των δειγμάτων διεκπεραιώθηκε μέσω ηλεκτρολείανσης και ηλεκτροστίλβωσης (electrolytic surface modification), δεδομένου ότι για τη λήψη υψηλής ποιότητας χαρτών απαιτείται η απουσία ανάπτυξης πεδίων μικροπλαστικής και μακροπλαστικής παραμόρφωσης.

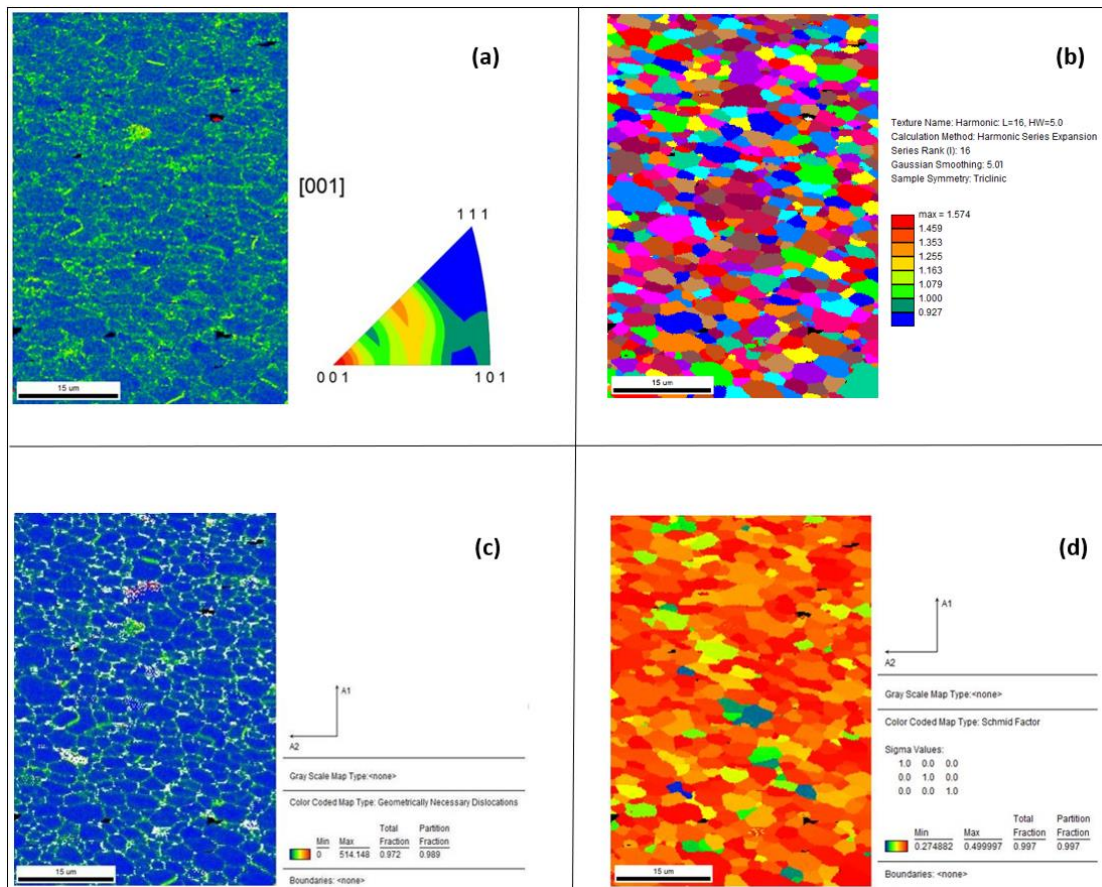
Στο Σχήμα 3.3-26 παρουσιάζεται ο χάρτης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών εντός της ζώνης ανάδευσης του βέλτιστου προδρόμου δοκιμίου (Euler Inverted Pole Figure). Αντίστοιχα, στο Σχήμα 3.3-27(b) προβάλλεται ο χάρτης κατανομής των κόκκων, έπειτα από κατάλληλο φιλτράρισμα (harmonic series expansion filter). Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης κόκκων υπολογίστηκε στα 1,78 μm .

Ο συντελεστής Schmid μας δίνει την τάση ολίσθησης των κρυσταλλογραφικών επιπέδων. Γενικά, το εύρος τιμών που μπορεί να πάρει είναι από 0 έως 0,5, με 0 να αντιστοιχεί σε χαμηλή τάση ολίσθησης, ενώ η τιμή 0,5 αντιστοιχεί σε υψηλή τάση ολίσθησης («μαλακό» υλικό). Στο Σχήμα 3.3-27(d) παρουσιάζεται η χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid, οι οποίοι βρέθηκαν να έχουν ένα μεγάλο εύρος τιμών, που κυμαινόταν από 0,27 έως 0,49.

Επιπρόσθετα, προσδιορίστηκε η παρουσία δικτυωμάτων διαταραχών, τόσο σε ενδοκρυσταλλικές, όσο και σε περικρυσταλλικές περιοχές (Σχήμα 3.3-27(a) & Σχήμα 3.3-27(c)).



Σχήμα 3.3-26: Χάρτης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών (Euler Inverted Pole Figure) εντός της ζώνης ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου.



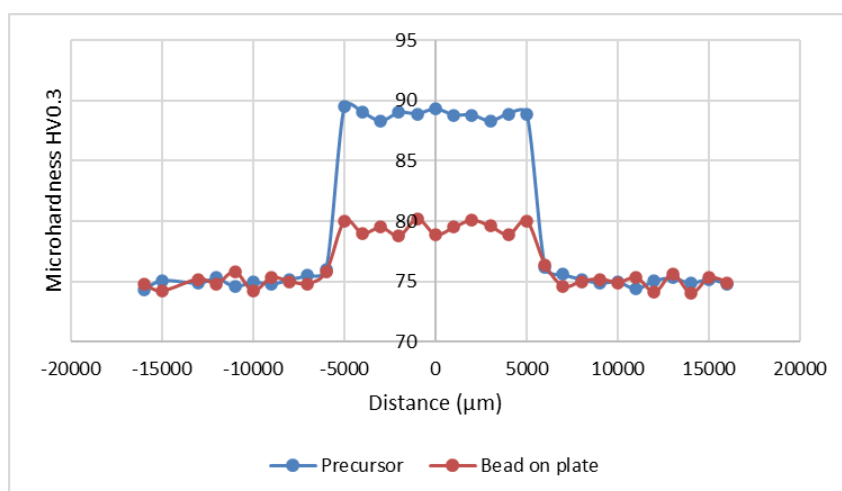
Σχήμα 3.3-27: α) Απεικόνιση των αναπτυσσόμενων διαταραχών με χρήση της μεθόδου Kernel Average Misorientation (KAM), β) Χάρτης κατανομής των κόκκων, έπειτα από κατάλληλο φιλτράρισμα (harmonic series expansion filter), γ) Απεικόνιση των γεωμετρικά αναπτυσσόμενων διαταραχών (Geometrically Necessary Dislocations), δ) Χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid.

3.3.4 Μελέτη κατανομής μικροσκληρότητας βέλτιστων προδρόμων δοκιμίων

Αρχικά, με χρήση του μικροσκληρομέτρου Wolpert Wilson Instruments Model 402MVD μετρήθηκε η μικροσκληρότητα του μητρικού υλικού, η οποία βρέθηκε να έχει μέση τιμή 75,2 HV.

Στην συνέχεια, μετρήθηκε η σκληρότητα στο «bead on plate» δοκίμιο (χωρίς προσθήκη νανοσωματιδίων – σελ.110). Η μέση σκληρότητα εντός της ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκε ελαφρώς αυξημένη στα 79,5 HV (σε σχέση με το μέταλλο βάσης). Αυτή η μικρή αύξηση οφείλεται στην επενέργεια δύο παραγόντων: α) στην μείωση του μέσου μεγέθους των κόκκων στην ζώνη ανάδευσης που δρα αυξητικά για την τιμή της σκληρότητας, β) στην διάλυση κατακρημνισμάτων και την επαναδημιουργία λεπτότερων ομάδων αυτών που δρα μειωτικά για την τιμή της σκληρότητας. Το άθροισμα αυτών των δύο παραγόντων φαίνεται να έχει θετικό πρόσημο στις τιμές της σκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης (Σχήμα 3.3-28).

Στο βέλτιστο πρόδρομο δοκίμιο, η προσθήκη των νανοσωματιδίων αύξησε περαιτέρω την σκληρότητα στη ζώνη ανάδευσης. Η μέση τιμή σκληρότητας έφτασε τα 89 HV. Αυτή η περαιτέρω αύξηση σε σχέση με το δοκίμιο «bead on plate» οφείλεται σε δύο μηχανισμούς: α) στο «pinning effect» που προκάλεσαν τα παρένθετα νανοσωματίδια στη ζώνη ανάδευσης, με αποτέλεσμα τη μεγάλη μείωση του μέσου μεγέθους κόκκων, β) στους μηχανισμούς παρεμπόδισης της μετακίνησης και του πολλαπλασιασμού των διαταραχών από την κατανομή της νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (immobilization and annihilation effect of dislocation networks by Orowan mechanism) (Monnet et al., 2011).



Σχήμα 3.3-28: Διάγραμμα κατανομής της μικροσκληρότητας του βέλτιστου προδρόμου δοκιμίου και του δοκιμίου «bead on plate».

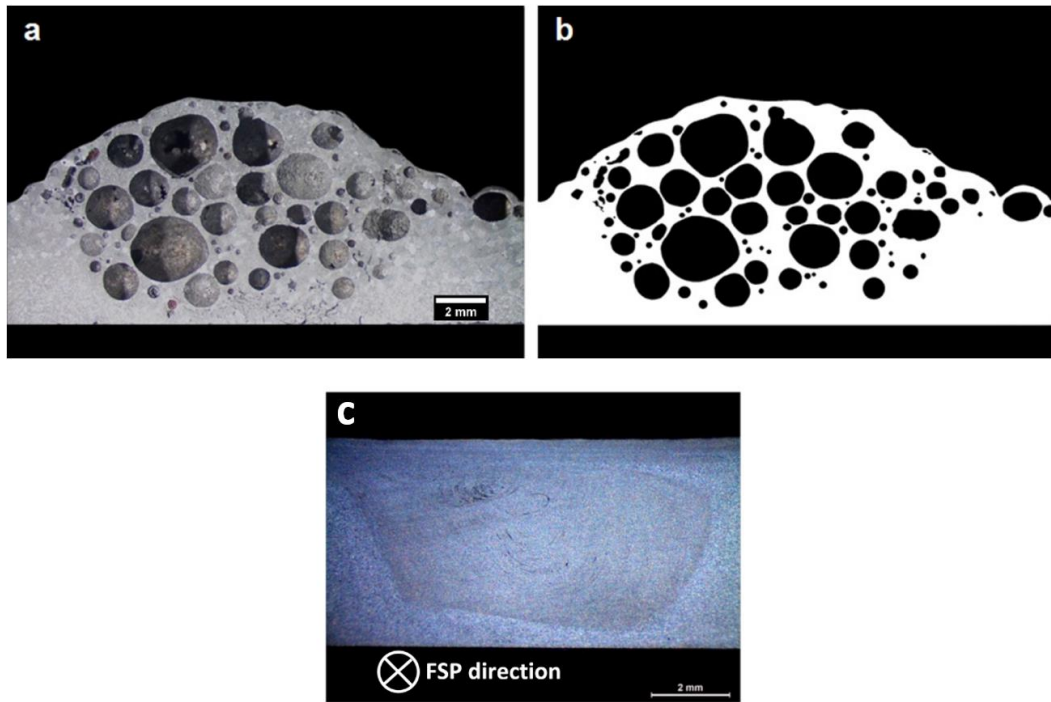
3.3.5 Μεταλλογραφικός σχολιασμός βέλτιστων σύνθετων μεταλλικών αφρών

3.3.5.1 Μεταλλογραφική μελέτη με χρήση οπτικής μικροσκοπίας

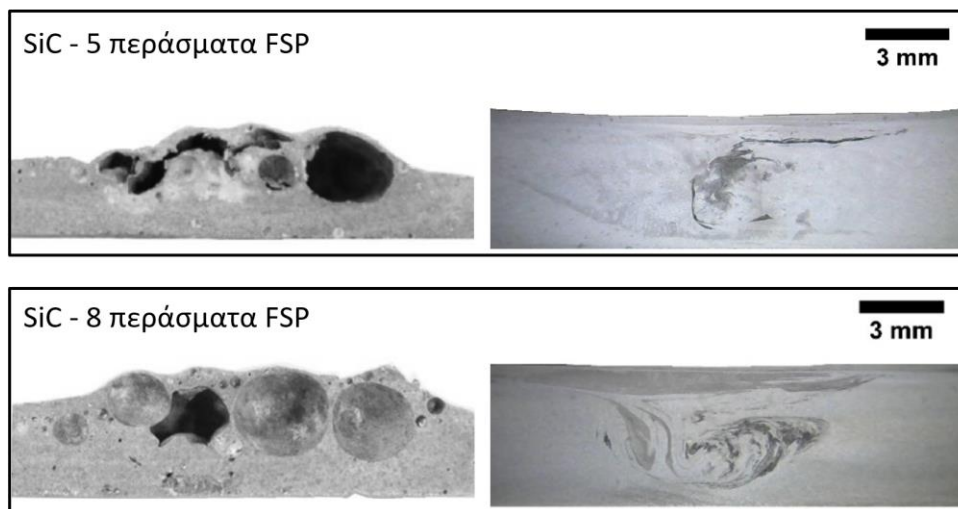
Όπως αναφέρθηκε και στο Κεφάλαιο 3.3.1, με χρήση του προγράμματος ImageJ Fiji υπολογίσαμε το πορώδες, τη σφαιρικότητα και τη διάμετρο των πόρων. Για το βέλτιστο δοκίμιο, το πορώδες προσδιορίστηκε στο 60%, η σφαιρικότητα των πόρων στο 0,88, και η διάμετρος των πόρων κυμαινόταν από 0,2 mm έως 3,3 mm (Σχήμα 3.3-29). Η μεγάλη σφαιρικότητα των πόρων καθώς και η ομοιογενής κατανομή τους οφείλονται κυρίως στην ομοιογενή κατανομή των αεροποιητικών και σταθεροποιητικών κόνεων στη ζώνη ανάδευσης του πρόδρομου δοκιμίου, και δευτερευόντως στις βέλτιστες παραμέτρους που χρησιμοποιήθηκαν κατά το στάδιο της θερμικής κατεργασίας αεροποίησης.

Επιπλέον, ένα σημαντικό χαρακτηριστικό που παρατηρούμε είναι πως οι φυσαλίδες υδρογόνου κατά το στάδιο της αεροποίησης φαίνεται ότι παρέμειναν μέσα στη αεροποιημένη ζώνη ανάδευσης και δεν κινήθηκαν να απλωθούν προς το υπόλοιπο τηγμένο μέταλλο. Αυτό οφείλεται στην ομοιογενή κατανομή των κεραμικών νανοδομημένων κόνεων $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ στη ζώνη ανάδευσης του πρόδρομου δοκιμίου, γεγονός που δεν παρατηρήθηκε σε πειράματα που πραγματοποιήσαμε στο εργαστήριο με άλλες σταθεροποιητικές/ενισχυτικές κόνεις μεγαλύτερου μεγέθους (μικροκλίμακας).

Ενδεικτικά παρατίθενται στο Σχήμα 3.3-30 οι μακροσκοπικές φωτογραφίες αεροποιημένων δοκιμίων (και των αντίστοιχων προδρόμων) με ενισχυτική σκόνη καρβιδίου του πυριτίου (325 MESH) μετά από πέντε και οχτώ περάσματα, αντίστοιχα. Όπως μπορεί να παρατηρηθεί από τις ζώνες ανάδευσης των προδρόμων δοκιμίων, ακόμα και μετά από οκτώ περάσματα δεν κατέστη δυνατή η ομοιογενής ανάδευση των σωματιδίων, με αποτέλεσμα αντίστοιχη μη ομοιογενή αεροποίηση με χαμηλές τιμές πορώδους και γρήγορη κατάρρευση πορώδους.



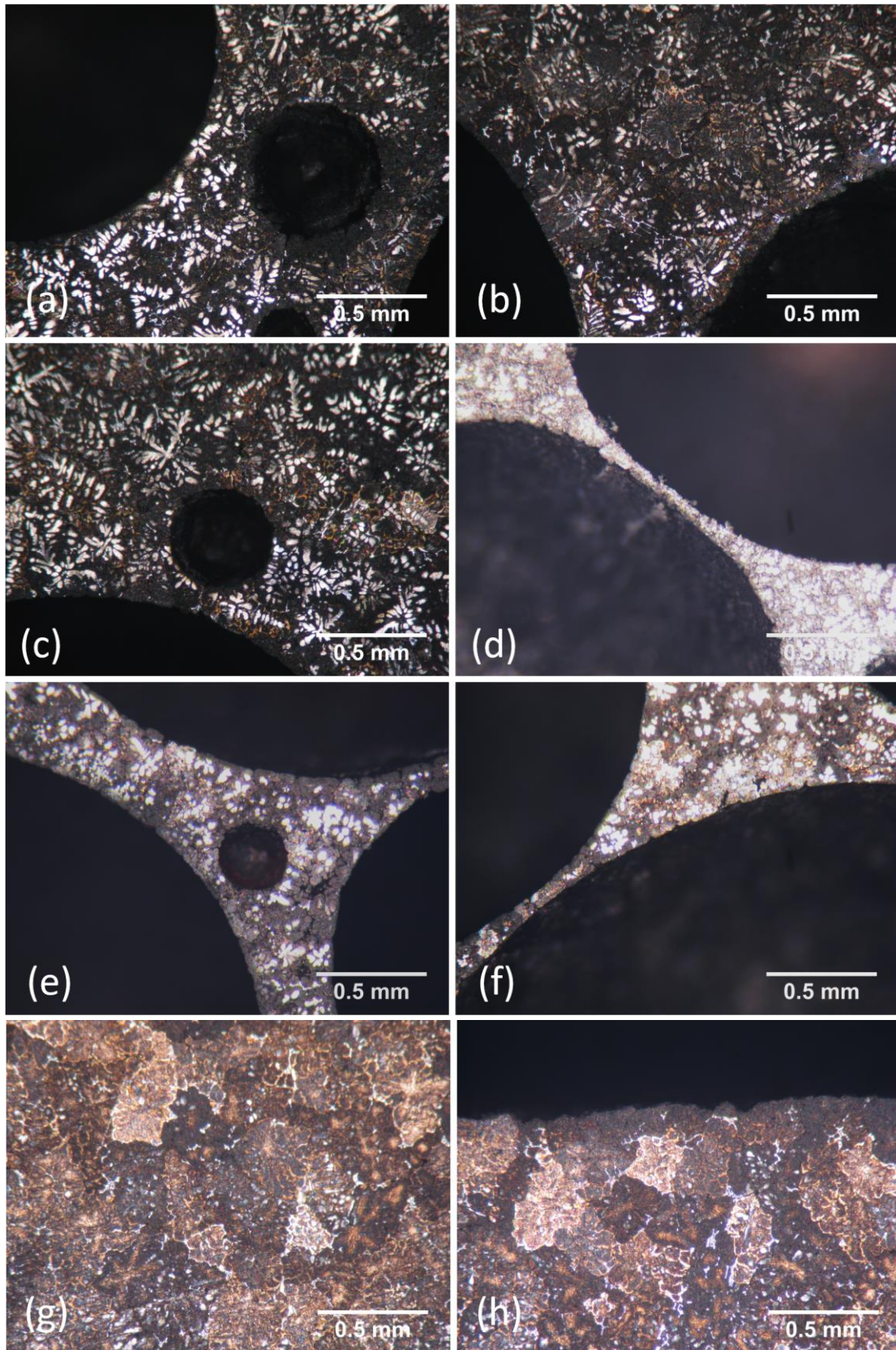
Σχήμα 3.3-29: Εικόνα τομής δοκιμίου με συνθήκες (Set of parameters 8) που παρουσίασαν τη βέλτιστη αφοροποίηση, b) αντίστοιχη εικόνα binary για καλύτερη παρατήρηση της πορώδους δομής, c) εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης αντίστοιχου προδρόμου δοκιμίου.



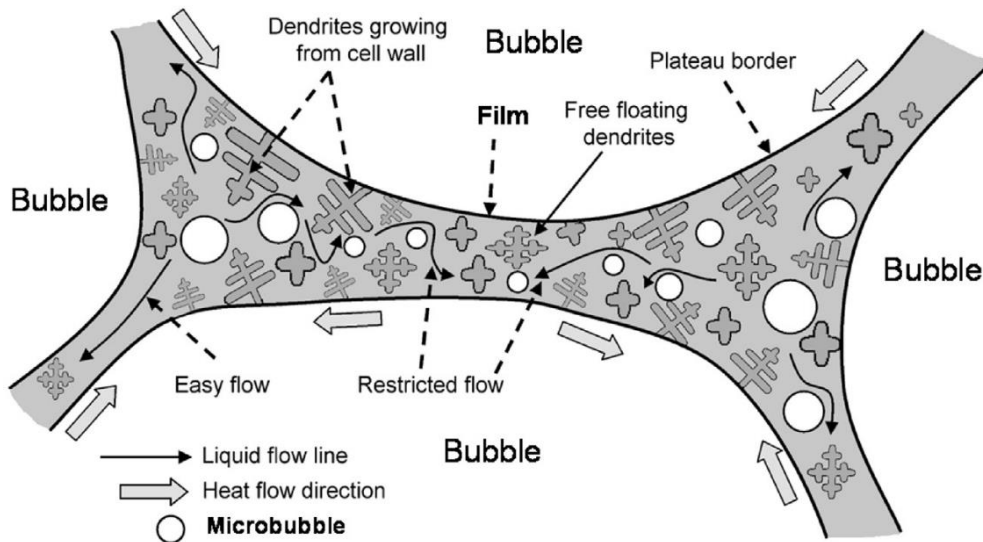
Σχήμα 3.3-30: Μακροσκοπική φωτογραφίες αφοροποιημένων και αντίστοιχων προδρόμων δοκιμίων με ενισχυτική σκόνη καρβιδίου του πυριτίου (325MESH).

Στο Σχήμα 3.3-31(a-i) παρουσιάζονται εικόνες οπτικής μικροσκοπίας διαφορετικών χαρακτηριστικών περιοχών του βέλτιστου αφοροποιημένου δοκιμίου. Στις εικόνες 3.3-31(a-c) παρουσιάζονται περιοχές εντός της αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης ανάμεσα από πόρους. Λόγω της θερμικής κατεργασίας αφοροποίησης, παρατηρούνται πλέον ευμεγέθεις κόκκοι, οι οποίοι παρουσιάζουν μια δενδριτική μικροδομή. Οι κόκκοι φαίνεται να έχουν διαστάσεις που φτάνουν τα 350 μm . Η

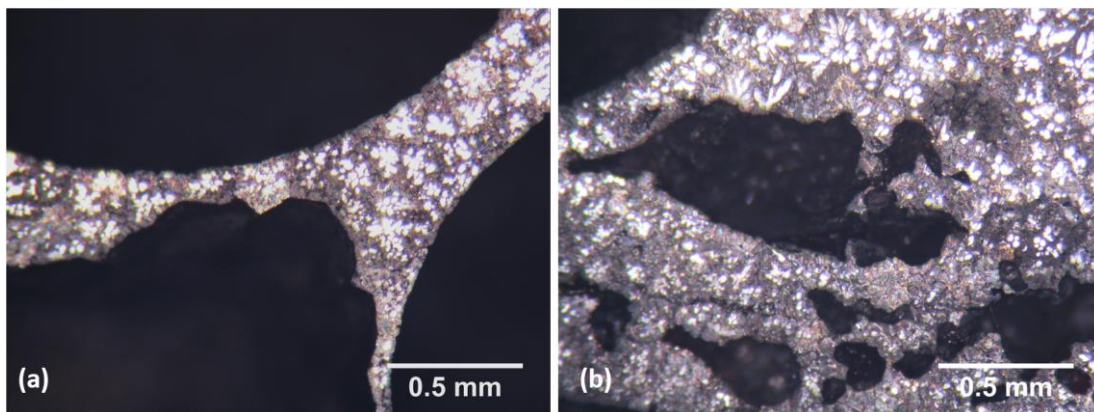
χρωματική διαφορά στους κλάδους κάθε δενδριτικής δομής οφείλεται στην ενδεχόμενη παρουσία του φαινομένου του μικροδιαφορισμού. Η περαιτέρω μελέτη της στοιχειακής ανάλυσης των δενδριτικών δομών έγινε με την χρήση της στοιχειακής ανάλυσης και τεχνικής mapping κατά το στάδιο της μελέτης μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας και παρουσιάζεται στην συνέχεια του κεφαλαίου. Στις εικόνες 3.3-31(d-f) παρουσιάζονται χαρακτηριστικές περιοχές γεφυρώσεων. Το ελάχιστο πλάτος γεφυρώσεων μετρήθηκε στα 70 μm , το οποίο είναι ιδιαίτερος χαμηλό. Η μέτρηση αυτή είναι ένδειξη, αλλά και αποτέλεσμα, της πολύ καλής διασποράς των νανοσωματιδίων σταθεροποίησης. Αντίστοιχα, σωματίδια μεγέθους μικρομέτρων δεν είναι ικανά να αποδώσουν τόσο μικρά πλάτη γεφυρώσεων. Η έλλειψη των σταθεροποιητικών σωματιδίων θα είχε οδηγήσει σε γρήγορη κατάρρευση των λεπτών γεφυρώσεων, κάτι το οποίο δεν παρατηρείται στη συγκεκριμένη περίπτωση. Επιπλέον, μπορούμε να παρατηρήσουμε πως οι κόκκοι στις περιοχές των γεφυρώσεων είναι αρκετά μικρότεροι σε σχέση με τις μεγάλες περιοχές ανάμεσα στους πόρους, κάτι το οποίο είναι καλύτερα παρατηρήσιμο στην εικόνα 3.3-31(f). Η διάμετρός τους φτάνει περίπου τα 70 μm , ακολουθώντας το πλάτος των γεφυρώσεων. Στις εικόνες 3.3-31(d-f) παρουσιάζονται περιοχές εκτός αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης, στις οποίες επίσης παρατηρείται μικροδομή αποτελούμενη από ευμεγέθεις δενδριτικής δομής κόκκους. Οι κόκκοι αυτοί είναι ελαφρώς μεγαλύτεροι σε σχέση με τους κόκκους εντός της αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης, και φτάνουν σε μέγεθος τα 400 μm . Η μικρή διαφορά στο μέγεθος των κόκκων μπορεί να αποδοθεί στην επίδραση των νανοσωματιδίων μέσω φαινομένων: α) πυρηνοποίησης κατά το στάδιο της στερεοποίησης, β) μεταβολής της ταχύτητας κινητικής στερεοποίησης λόγω αύξησης του ιξώδους. Επιπλέον, όπως φαίνεται και στις εικόνες 3.3-31(a, c, e), εντός της αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκαν αρκετοί μικροπόροι, οι οποίοι στην διεθνή βιβλιογραφία αναφέρονται ως «microporosity». Οι μικροπόροι αυτοί οφείλονται είτε στη συγκέντρωση μικρής ποσότητας αφοροποιητικού παράγοντα TiH_2 , είτε στην επίδραση ήδη αποθηκευμένου υδρογόνου στο μέταλλο βάσης (Brown et al., 2010; Mukherjee et al., 2017; Völkl and Alefeld, 1978). Στο Σχήμα 3.3-32 παρατίθεται σχετική απεικόνιση δημιουργίας μικροπορώδους στους μεταλλικούς αφρούς. Τέλος, στο Σχήμα 3.3-33 παρατίθενται δύο μεμονωμένες μικρές ατέλειες που παρατηρήθηκαν στην πορώδη δομή του βέλτιστου δοκιμίου. Οι ατέλειες αυτές μπορούν να αποδοθούν στη συσσώρευση κεραμικών σωματιδίων (πιθανότατα σε δομές onion rings), η οποία και οδήγησε σε μια μη ομαλή ροή υλικού τοπικά στις περιοχές αυτές.



Σχήμα 3.3-31: (a, b, c) Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας περιοχών εντός της αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης ανάμεσα από πόρους, (d, e, f) εικόνες οπτικής μικροσκοπίας χαρακτηριστικών περιοχών γεφυρώσεων, (g, h) εικόνες οπτικής μικροσκοπίας περιοχών εκτός αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης.



Σχήμα 3.3-32: Απεικόνιση εξέλιξης μικροδομής περιοχών γεφύρωσης κατά το στάδιο της στερεοποίησης (Mukherjee et al., 2017).

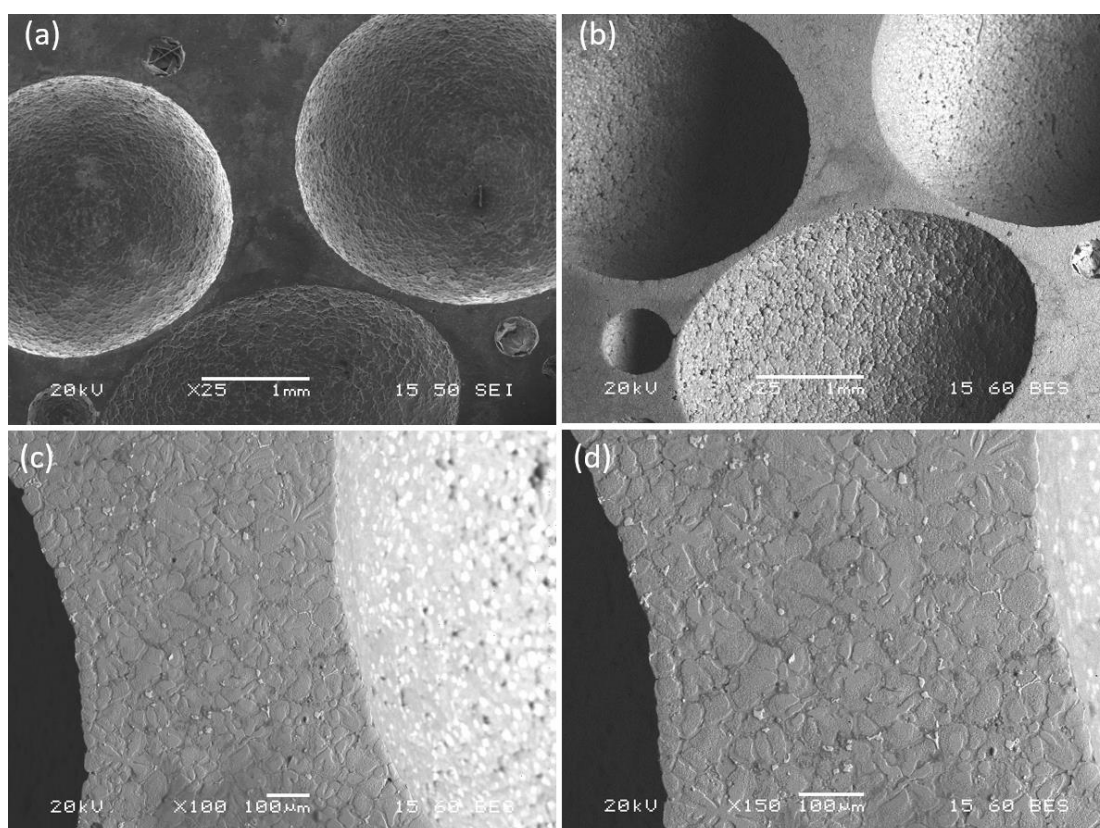


Σχήμα 3.3-33: (a, b) Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας δύο περιοχών που παρατηρήθηκε η δημιουργία ατελειών.

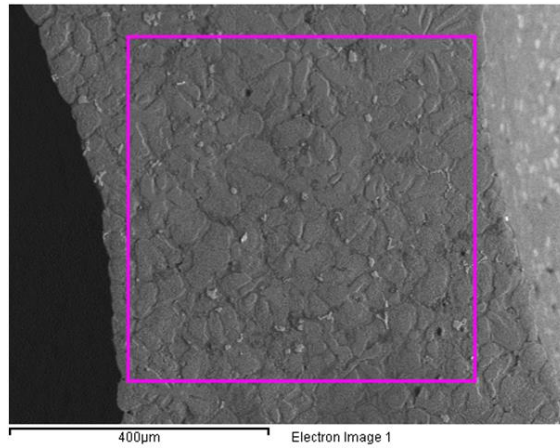
3.3.5.2 Μεταλλογραφική μελέτη με χρήση ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM)

Στο Σχήμα 3.3-34(a, b, c, d) παρουσιάζονται αντίστοιχα εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM) για το βέλτιστο αφροποιημένο δοκίμιο. Οι εικόνες 3.3-34(a, b) παρουσιάζουν την πορώδη δομή, όπου φαίνεται η υψηλή σφαιρικότητα των πόρων, καθώς και η έλλειψη ελαττωμάτων. Το εσωτερικό των πόρων παρουσιάζει έντονο ανάγλυφο (Orange Peel), το οποίο οφείλεται στη δενδριτική ανάπτυξη μεγάλων κόκκων, των οποίων η κατάληξη εξέχει στην επιφάνεια. Στις εικόνες 3.3-34(c, d) παρουσιάζεται η μικροδομή σε μεγαλύτερη μεγέθυνση σε μια περιοχή γεφύρωσης

πόρων. Όπως παρατηρήθηκε και μέσω οπτικής μικροσκοπίας, η μικροδομή παρουσιάζεται να έχει δενδριτική ανάπτυξη. Πιο συγκεκριμένα, στην εικόνα 3.3-34(d) διακρίνονται εμφανώς οι δενδριτικοί κλάδοι. Πιο ανοιχτόχρωμα εμφανίζονται τα κεντρικά τμήματα των δενδριτών, ενώ πιο σκουρόχρωμα τα επιφανειακά τμήματα (ενδοδενδριτικά). Μέσω στοιχειακών αναλύσεων μελετήθηκαν περαιτέρω αυτές οι περιοχές. Αρχικά, από τη στοιχειακή ανάλυση της περιοχής (EDAX area analysis) που φαίνεται στο Σχήμα 3.3-35 παρατηρούμε ότι η στοιχειακή σύσταση ταιριάζει με την σύσταση του μητρικού υλικού, άρα μπορούμε να πούμε ότι δεν έχουμε έντονα φαινόμενα μακροδιαφορισμού. Στο Σχήμα 3.3-36 & Σχήμα 3.3-37 παρουσιάζονται οι σημειακές αναλύσεις για τις δύο χαρακτηριστικές δενδριτικές περιοχές (κέντρο και επιφάνεια δενδρίτη αντίστοιχα). Η επιφάνεια του δενδρίτη (Σχήμα 3.3-36) εμφανίζεται πλουσιότερη σε κραματικά στοιχεία σε σχέση με το κέντρο του δενδρίτη (Σχήμα 3.3-37). Εδώ, πρέπει να αναφέρουμε πως αντίστοιχες μετρήσεις ελήφθησαν από πολλά σημεία σε διαφορετικές περιοχές και οι μετρήσεις είχαν αμελητέες αποκλίσεις.

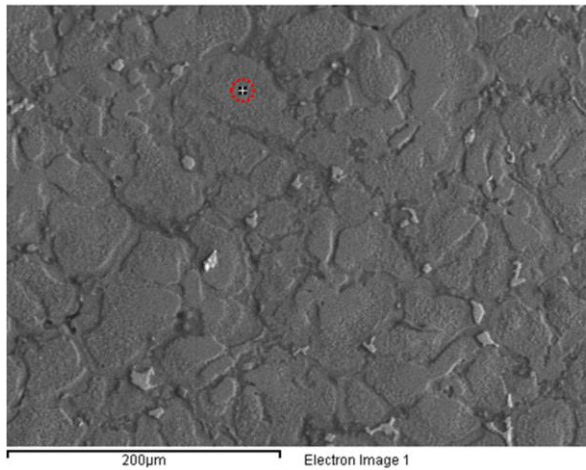


Σχήμα 3.3-34: (a, b) Μακροσκοπική απεικόνιση μορφολογίας πορώδους δομής με χρήση SEM, (c, d) τυπική μικροδομή περιοχών γεφυρώσεων.



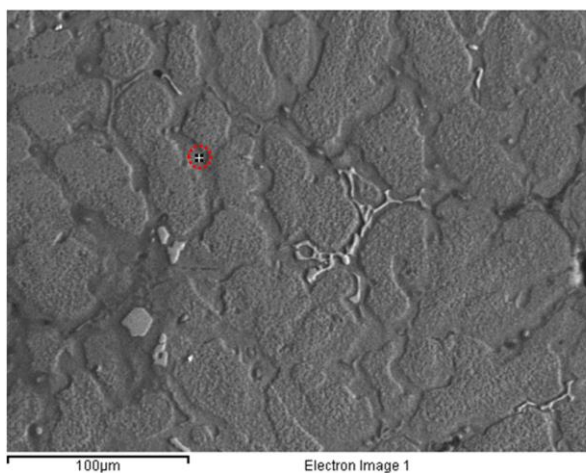
Element	Weight%
Mg K	4.63
Al K	91.93
Si K	0.49

Σχήμα 3.3-35: Στοιχειομετρική ανάλυση επιλεγμένης περιοχής εντός τυπικής γεφύρωσης.



Element	Weight%
Mg K	2.13
Al K	96.33
Si K	0.93
Zn K	0.60

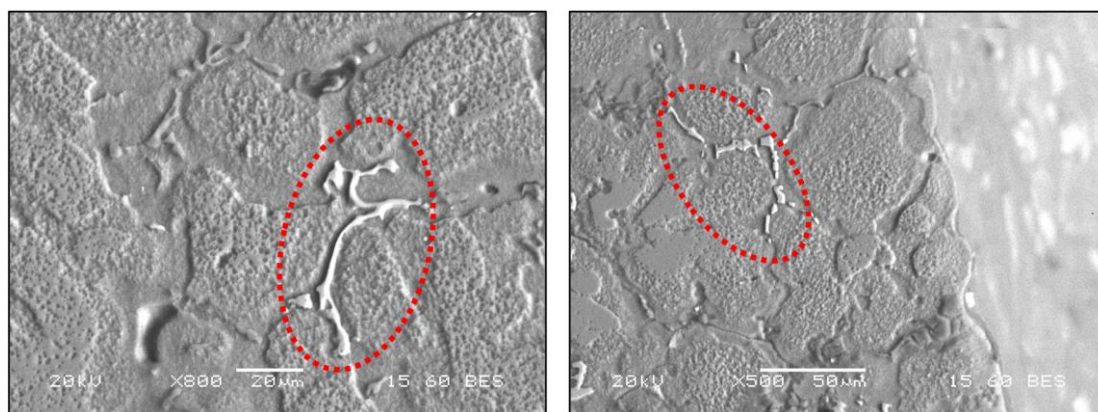
Σχήμα 3.3-36: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση σε τυπική κεντρική περιοχή δένδριτης (περιοχή πιο ανοιχτόχρωμης αντίθεσης που παρουσιάζεται να προεξέχει).



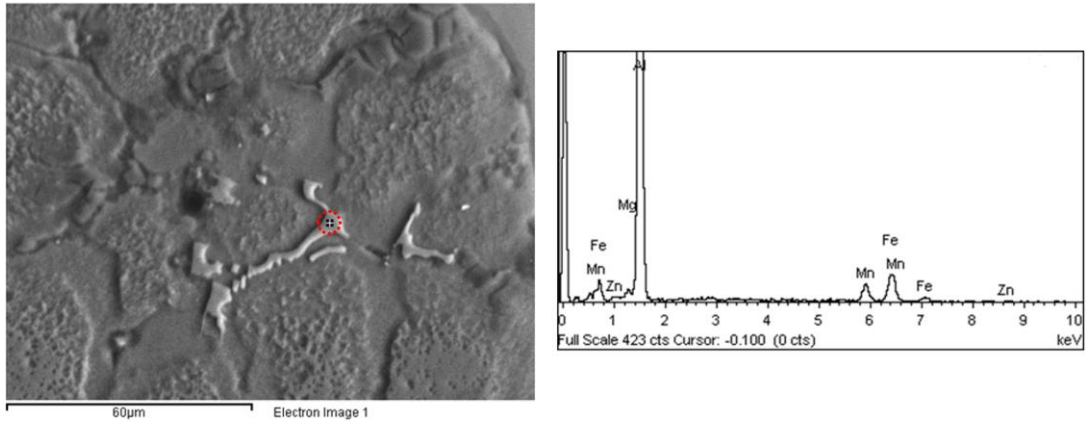
Element	Weight%
Mg K	5.06
Al K	94.29
Mn K	0.65
Totals	100.00

Σχήμα 3.3-37: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση σε τυπική ενδοδενδριτική περιοχή (περιοχή πιο σκουρόχρωμης αντίθεσης).

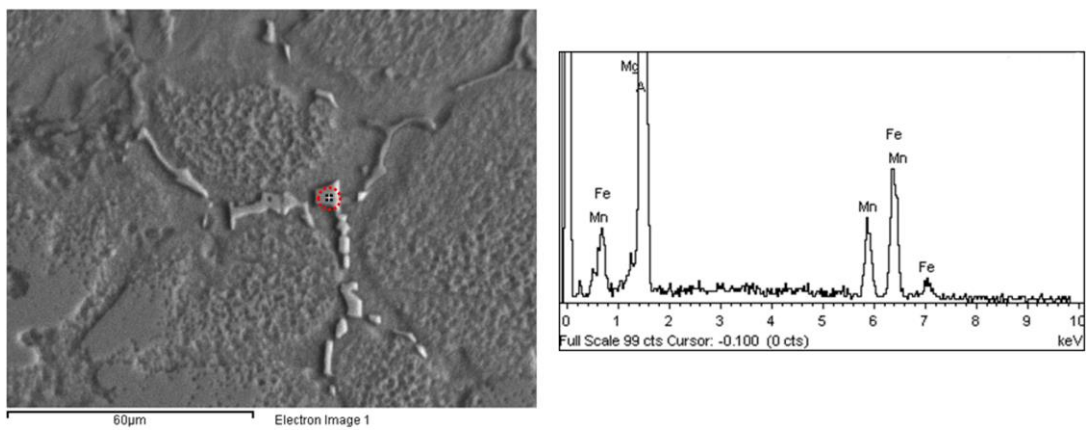
Στο Σχήμα 3.3-38(a,b) παρουσιάζεται σε μεγαλύτερες μεγεθύνσεις η μικροδομή στην αφροποιημένη ζώνη ανάδευσης. Η δομή χαρακτηρίζεται από δενδριτική ανάπτυξη κόκκων με ταυτόχρονη δημιουργία ευτηκτικών προϊόντων (Σχήμα 3.3-38 - επισήμανση με κόκκινο), τα οποία εντοπίζονται στην επιφάνεια των δενδριτών και όχι στον κορμό (ενδοδενδριτικά). Τα ευτηκτικά αυτά προϊόντα πρόκειται για διαμεταλλικές φάσεις επαναστερεοποίησης. Στο Σχήμα 3.3-39 & Σχήμα 3.3-40 παρουσιάζονται οι στοιχειομετρικές αναλύσεις (spot analysis) δύο χαρακτηριστικών τέτοιων προϊόντων. Τα σωματίδια αυτά πρόκειται για διαμεταλλικές ενώσεις τύπου Al(Fe, Mn), πλούσιες σε αλουμίνιο, μαγγάνιο και σίδηρο. Από τις μετρήσεις των ποσοστών και μετά από βιβλιογραφική έρευνα, τα σωματίδια αυτά μπορούν να αποδοθούν στην διαμεταλλική ένωση $Al_6(Fe,Mn)$ (Liu et al., 2017; Radetić et al., 2012). Αξίζει να σημειωθεί ότι με τη χρήση του SEM with EDS μπορούμε να πάρουμε μόνο τη στοιχειακή ανάλυση και όχι την ακριβή ταυτοποίηση της φάσης. Αλλά με τη στοιχειακή ανάλυση πολλαπλών μετρήσεων και με βάση την βιβλιογραφία, μπορούμε με αρκετή ακρίβεια να προσδιορίσουμε την εκάστοτε φάση. Μια άλλη φάση διαφορετικής μορφολογίας που παρατηρήθηκε να επαναλαμβάνεται στη μικροδομή, παρουσιάζεται στο Σχήμα 3.3-41. Πρόκειται για διαμεταλλική ένωση τύπου Al(Mn,Fe,Si), σχεδόν κυβικής γεωμετρίας. Η φάση αυτή είναι πλούσια σε αλουμίνιο, μαγγάνιο, σίδηρο και πυρίτιο. Στο Σχήμα 3.3-42 εντοπίζεται ένα σωματίδιο τιτανίου, το οποίο έχει προέλθει από τη διάσπαση του αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 . Το μέγεθος του είναι κοντά στα 5μm, κάτι το οποίο μας επιβεβαιώνει πως τα σωματίδια TiH_2 εξαιτίας των αλληπάλληλων περασμάτων FSP μειώνονται σε μέγεθος και κατανέμονται καλύτερα στην ζώνη ανάδευσης.



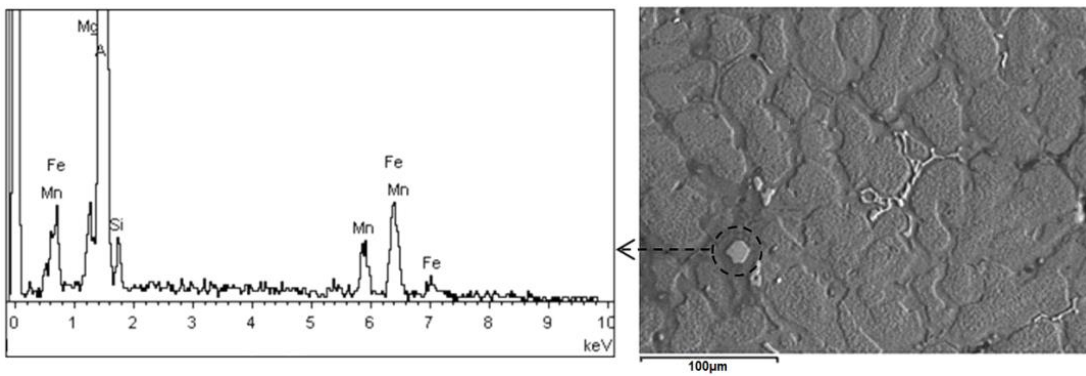
Σχήμα 3.3-38: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας μικροδομής αφροποιημένης ζώνης ανάδευσης. Με κόκκινο επισημαίνονται τυπικά ευτηκτικά προϊόντα που εμφανίζονται στη μικροδομή.



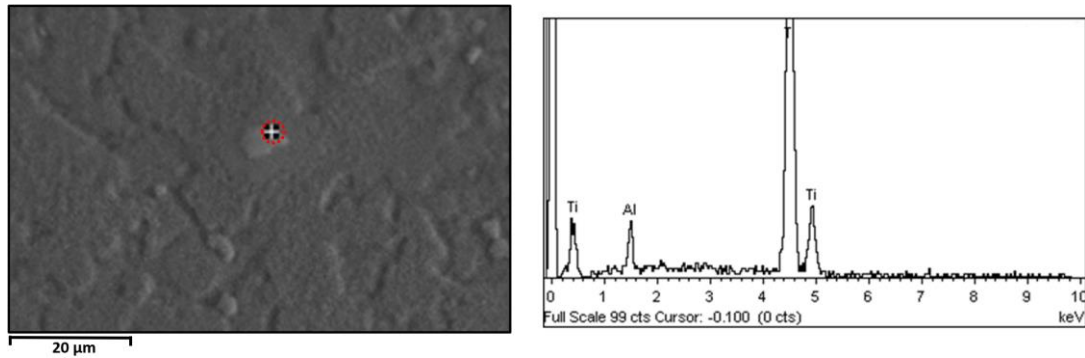
Σχήμα 3.3-39: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση σωματιδίου φάσης στερεοποίησης τύπου Al(Fe, Mn).



Σχήμα 3.3-40: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση σωματιδίου φάσης στερεοποίησης τύπου Al(Fe, Mn).

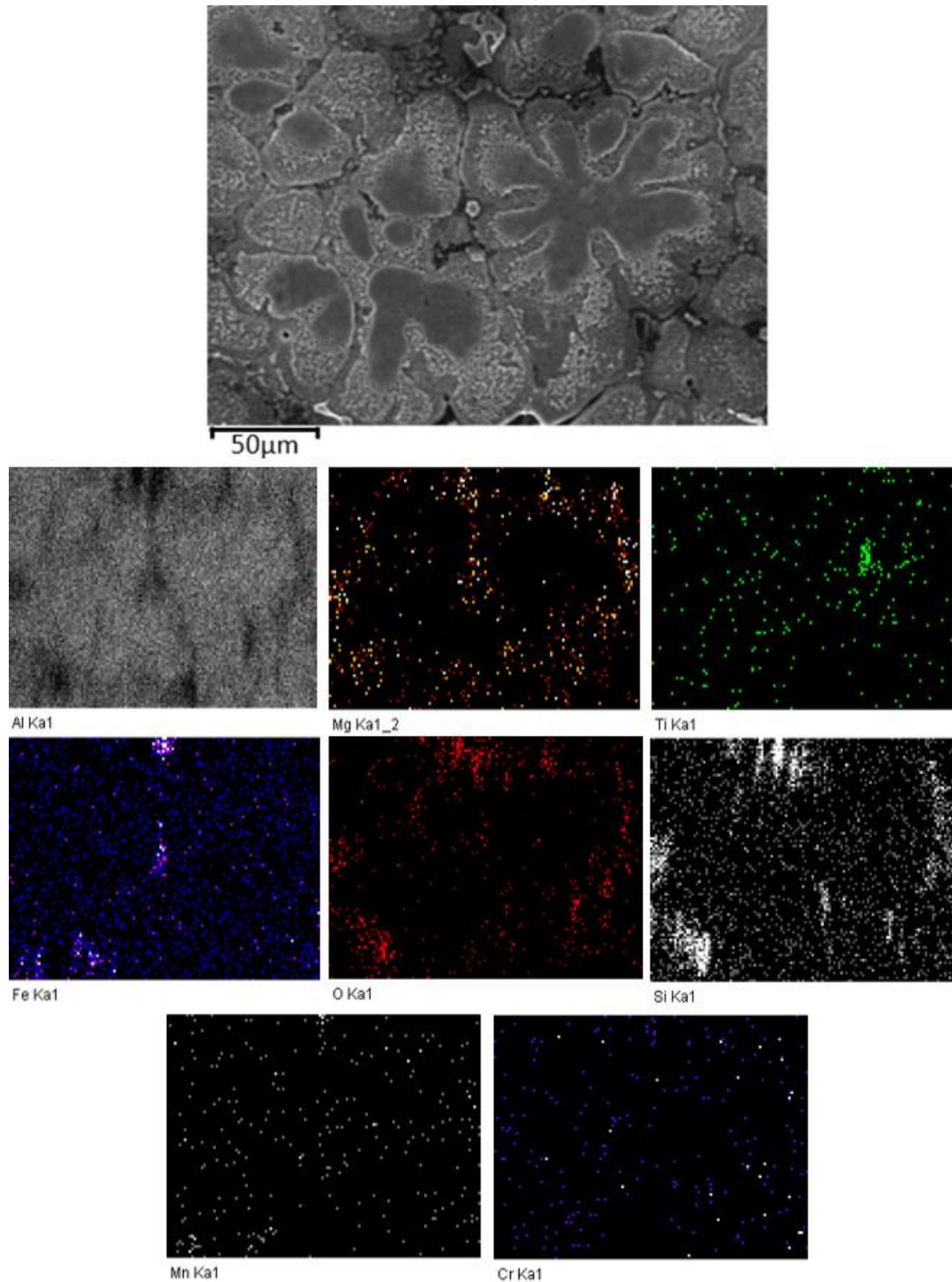


Σχήμα 3.3-41: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση σωματιδίου φάσης στερεοποίησης τύπου Al(Fe, Mn, Si).



Σχήμα 3.3-42: Σημειακή στοιχειομετρική ανάλυση σωματιδίου τιτανίου το οποίο έχει προέλθει από την διάσπαση του αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 .

Προκειμένου να διερευνηθεί το φαινόμενο του μικροδιαφορισμού, αλλά και η κατανομή των νανοσωματιδίων, πραγματοποιήθηκε κρυσταλλογραφική χαρτογράφηση (EDS mapping) σε κεντρική περιοχή γεφύρωσης. Στο Σχήμα 3.3-43 παρατηρούμε ότι κάποια στοιχεία, όπως το μαγνήσιο, το πυρίτιο και το οξυγόνο, βρίσκονται συγκεντρωμένα σε μεγαλύτερα ποσοστά σε περικρυσταλλικές περιοχές λόγω φαινομένων μικροδιαφορισμού. Συγκεκριμένα, το οξυγόνο αποδίδεται κυρίως στην παρουσία των κεραμικών νανοδομημένων κόνεων $\gamma-Al_2O_3$, αλλά επίσης – σε μικρότερο βαθμό – σε φαινόμενα επιφανειακής οξειδωσης. Για το μαγγάνιο, το χρώμιο και το τιτάνιο παρατηρείται ομοιόμορφη κατανομή στην εξεταζόμενη περιοχή. Συγκεκριμένα, διακρίνεται ένα μεγάλο σωματίδιο τιτανίου δεξιά από το κέντρο της εικόνας, το οποίο αποτελεί κατάλοιπο του αφροποιητικού παράγοντα. Τέλος, ο σίδηρος παρατηρείται κι αυτός ομοιόμορφα κατανεμημένος, και εντοπίζεται επίσης σε μεγάλες συγκεντρώσεις σε σημεία που αποτελούν διαμεταλλικές ενώσεις τύπου $Al(Mn,Fe,Si)$.



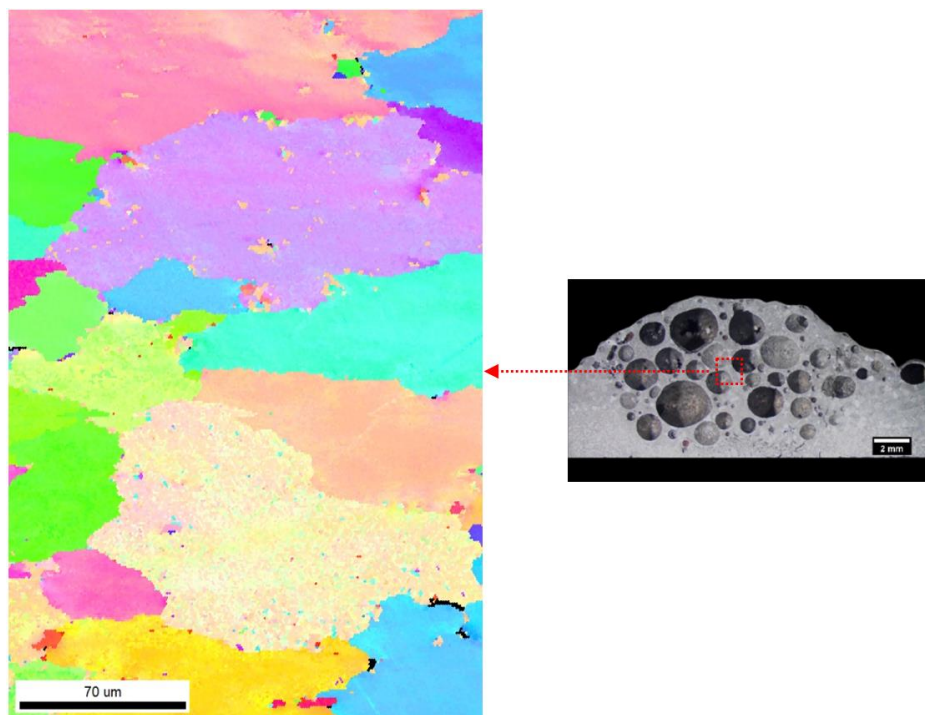
Σχήμα 3.3-43: Χάρτες στοιχειακής κατανομής περιοχής εντός της αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης (EDS ανάλυση σε mapping mode).

3.3.5.3 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD

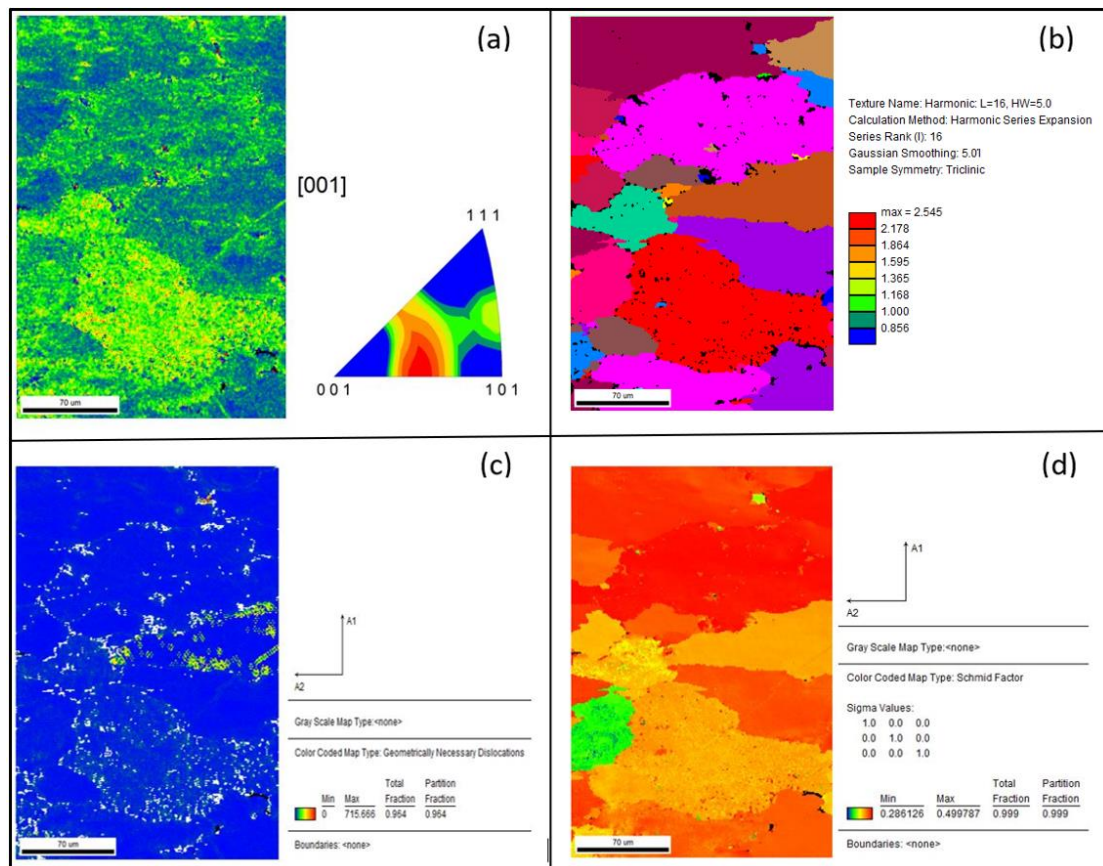
Στον βέλτιστο αφοροποιημένο δοκίμιο πραγματοποιήθηκε μελέτη με χρήση της τεχνικής EBSD. Η μελέτη πραγματοποιήθηκε σε περιοχή στο κέντρο της αφοροποιημένης ζώνης ανάδευσης.

Στο Σχήμα 3.3-44 παρουσιάζεται ο χάρτης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών εντός γεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ πόρων (Euler Inverted Pole Figure), ενώ στο Σχήμα 3.3-45(b) προβάλλεται ο αντίστοιχος χάρτης κατανομής των κόκκων έπειτα από κατάλληλο φιλτράρισμα (harmonic series expansion filter). Από τα αποτελέσματα προκύπτει μεγάλη διακύμανση μεγέθους κόκκων, κάτι το οποίο δεν ήταν εύκολα παρατηρήσιμο με τη χρήση οπτικής μικροσκοπίας και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας. Στο Σχήμα 3.3-45(d) παρουσιάζεται η χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid, οι οποίοι βρέθηκαν να έχουν ένα μεγάλο εύρος τιμών από 0,29 έως 0,49. Στο σημείο αυτό, πρέπει να σημειωθεί ότι αντίστοιχες τιμές είχε και η διακύμανση των συντελεστών Schmid του πρόδρομου δοκιμίου (0,27-0,49).

Επιπλέον, ταυτοποιήθηκε έντονη πυκνότητα διαταραχών εντός των κόκκων (Σχήμα 3.3-45(a)), η οποία μπορεί να αποδοθεί στη δενδριτική μορφή στερεοποίησης (Cai, W., & Nix, 2016; Lindroos and Miekko-Oja, 1967), σε συνδυασμό με τις πιέσεις που δέχονταν οι αναπτυσσόμενοι κόκκοι (κατά την διάρκεια της στερεοποίησης) από τα διογκωμένα κελιά υδρογόνου. Αντιθέτως, οι γεωμετρικά αναπτυσσόμενες διαταραχές (Geometrically Necessary Dislocations) παρουσιάζονται περιορισμένες (Σχήμα 3.3-45(c)), δεδομένου ότι το υλικό μετά την επαναστερεοποίηση δεν έχει δεχθεί κάποια παραμόρφωση.



Σχήμα 3.3-44: Χάρτης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών (Euler Inverted Pole Figure) εντός γεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ των πόρων.

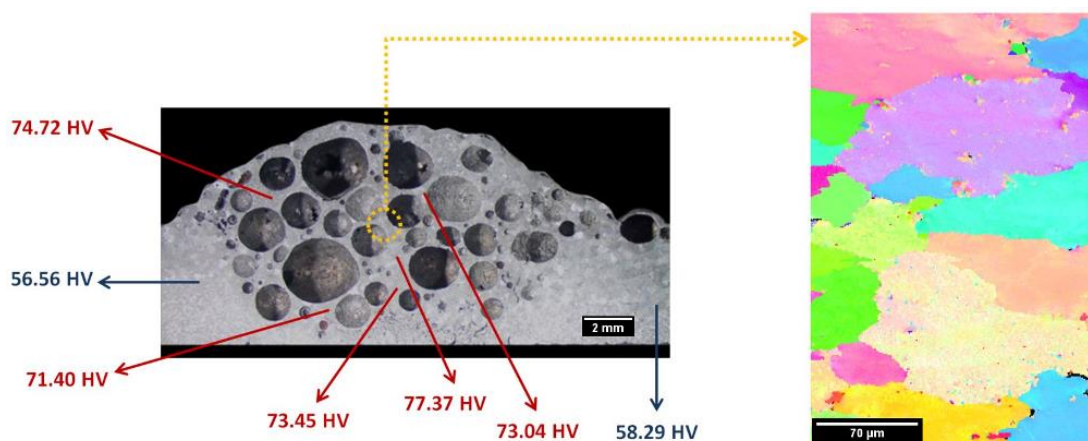


Σχήμα 3.3-45: α) Απεικόνιση των αναπτυσσόμενων διαταραχών με χρήση της μεθόδου Kernel Average Misorientation (KAM), β) Χάρτης κατανομής των κόκκων έπειτα από κατάλληλο φίλτράρισμα (harmonic series expansion filter), γ) Απεικόνιση των γεωμετρικά αναπτυσσόμενων διαταραχών (Geometrically Necessary Dislocations), δ) Χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid.

3.3.5.4 Μελέτη μικροσκληρότητας βέλτιστων αφροποιημένων δοκιμίων

Στο βέλτιστο αφροποιημένο δοκίμιο πραγματοποιήθηκε μελέτη μικροσκληρότητας. Οι μετρήσεις έγιναν εντός και εκτός της αφροποιημένης ζώνης ανάδευσης. Οι τιμές εντός της ζώνης ανάδευσης βρέθηκαν να κυμαίνονται από 71 έως 78 HV, ενώ εκτός της αφροποιημένης ζώνης ανάδευσης οι τιμές σκληρότητας παρουσίασαν διακύμανση από 56 έως 62 HV (Σχήμα 3.3-46). Συγκριτικά με το πρόδρομο δοκίμιο, οι τιμές στο αφροποιημένο δοκίμιο παρουσιάζονται σε μικρό βαθμό μειωμένες. Η μείωση αυτή μπορεί να αποδοθεί στη μεγάλη μεγέθυνση των κόκκων που προκλήθηκε στο στάδιο της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης και στο στοιχειακό μικροδιαφορισμό στην ενδοδενδριτική περιοχή των κόκκων. Σύμφωνα με την σχέση Hall Petch, το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή σε θραύση, καθώς και η σκληρότητα μειώνονται όσο το μέσο μέγεθος των κόκκων αυξάνεται (Navazani and Dehghani, 2016; Pantelis et al., 2016). Η αφροποιημένη περιοχή παρουσίασε μεγαλύτερες τιμές σκληρότητας (σε σχέση με την μη αφροποιημένη περιοχή), κάτι που

μπορεί να αποδοθεί σε δύο μηχανισμούς: α) στην παρουσία μεγάλου ποσοστού διαταραχών (dislocation entanglement), β) στους μηχανισμούς παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών από τη κατανομή της νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης γ - Al_2O_3 .

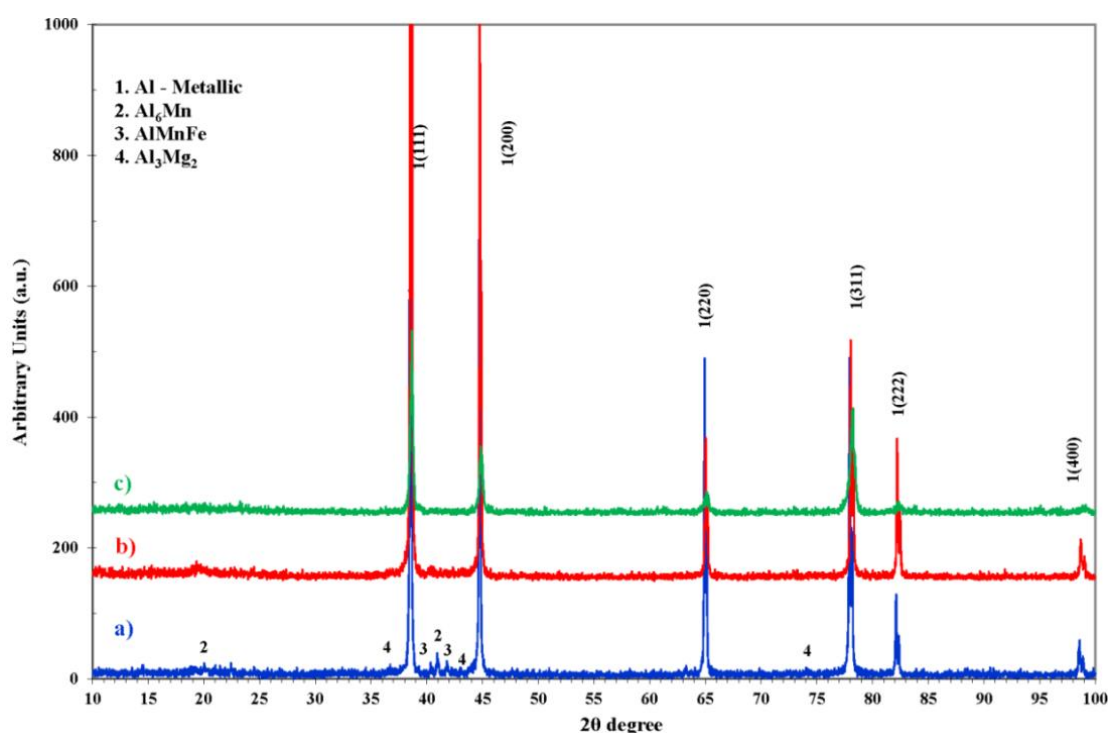


Σχήμα 3.3-46: Κατανομή μικροσκληρότητας εντός και εκτός της αφροποιημένης ζώνης ανάδευσης.

3.3.6 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων-X (XRD)

Η τεχνική περιθλασιμετρίας ακτίνων-X (XRD) χρησιμοποιήθηκε για τον εντοπισμό και προσδιορισμό των φάσεων και της μεταβολής της μικροδομής σε τρία δοκίμια: α) σε δοκίμιο αλουμινίου AA5083, β) στο βέλτιστο πρόδρομο δοκίμιο και γ) στο βέλτιστο αφροποιημένο δοκίμιο. Εδώ, πρέπει να αναφέρουμε πως η τεχνική XRD έχει περιορισμό στον εντοπισμό φάσεων κάτω από ένα ποσοστό 2-3% κατά όγκο. Επιπλέον, φάσεις με πολύ εκλεπτυσμένη μικροδομή είναι πολύ δύσκολο να εντοπιστούν. Έτσι, η προσθήκη των ενισχυτικών/σταθεροποιητικών νανοσωματιδίων γ - Al_2O_3 καθώς και των αφροποιητικών σωματιδίων TiH_2 δεν εντοπίστηκαν μέσω της ανάλυσης XRD. Στο Σχήμα 3.3-47 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της περιθλασιμετρίας ακτίνων-X. Στο μητρικό υλικό εντοπίστηκαν, πέρα από την φάση στερεού διαλύματος αλουμινίου, οι φάσεις Al_3Mg_2 , Al_6Mn και AlMnFe . Αντιθέτως, στο πρόδρομο και στο αφροποιημένο δοκίμιο δεν εντοπίζονται εύκολα κάποιες φάσεις πέραν του στερεού διαλύματος αλουμινίου. Εντοπίζονται κάποιες μικρές κορυφές, αλλά δεν μπορεί να γίνει αξιόπιστα η ταυτοποίηση. Η εξαφάνιση των φάσεων οφείλεται στην διάλυση των κατακρημνισμάτων και την επαναδημιουργία λεπτότερων ομάδων αυτών εντός της μητρικής φάσης του αλουμινίου, οι οποίες δεν είναι εύκολα

ανιχνεύσιμες από το XRD. Τέλος, παρατηρείται μείωση των κορυφών στο ακτινοδιάγραμμα XRD του αφοροποιημένου δοκιμίου, η οποία οφείλεται στην μείωση της κρυσταλλικότητας της μικροδομής λόγω της δενδριτική ανάπτυξης των κόκκων. Το αποτέλεσμα αυτό συμπίπτει με τα αποτελέσματα της μελέτης EBSD, στα οποία παρουσιάστηκαν έντονα πεδία διαταραχών εντός των ευμεγέθων κόκκων, αλλά και με τα αποτελέσματα μικροσκληρότητας, στα οποία δεν παρατηρήθηκε έντονη μείωση σκληρότητας σε σχέση με τα πρόδρομα δοκίμια, παρά τη μεγάλη μεγέθυνση των κόκκων. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με τη μειωμένη ικανότητα παραμόρφωσης που χαρακτηρίζει τα προϊόντα των ευτηκτικών μετασχηματισμών, αφού, λόγω του περιορισμένου βαθμού κρυσταλλικότητάς τους, η μετακίνηση και ο πολλαπλασιασμός των διαταραχών καθίστανται δυσχερέστεροι, θέτοντας υψηλότερα φράγματα δυναμικού για την ενεργοποίησή τους.



Σχήμα 3.3-47: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας (a) του αρχικού κράματος AA5083-H111, (b) της ζώνης ανάδευσης του βέλτιστου πρόδρομου δοκιμίου, (c) του αφοροποιημένου βέλτιστου δοκιμίου.

3.4 Συμπεράσματα

Από το στάδιο της ανάπτυξης μεθόδου παραγωγής τοπικών μεταλλικών αφρών με χρήση σταθεροποιητικού/ενισχυτικού παράγοντα nano γ - Al_2O_3 καταλήγουμε στα ακόλουθα κύρια συμπεράσματα:

- Πραγματοποιήθηκε επιτυχώς η ανάπτυξη μεθόδου παραγωγής τοπικών ενισχυμένων μεταλλικών αφρών σε πλάκες αλουμινίου με χρήση της μεθόδου δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP).
- Τα βέλτιστα αποτελέσματα προήλθαν από ένα συνδυασμό παραμέτρων τόσο στο στάδιο του FSP, όσο και στο στάδιο της θερμικής κατεργασίας αεροποίησης.
- Από το μεταλλογραφικό έλεγχο των βέλτιστων πρόδρομων δοκιμίων παρατηρήθηκε πως τα ενισχυτικά/σταθεροποιητικά νανοσωματίδια γ - Al_2O_3 και τα αεροποιητικά σωματιδίων TiH_2 ήταν κατανεμημένα ομοιόμορφα στη ζώνη ανάδευσης, χωρίς να παρουσιάζουν συσσωματώματα.
- Η ομοιογενής αυτή κατανομή των σωματιδίων στο πρόδρομο δοκίμιο οδήγησε σε καλή τελική πορώδη δομή κατά το στάδιο της αεροποίησης. Το πορώδες στο βέλτιστο δοκίμιο προσδιορίστηκε στο 60%, ενώ η σφαιρικότητα των πόρων στο 0,88.
- Από τον μεταλλογραφικό έλεγχο των βέλτιστων αεροποιημένων δοκιμίων παρατηρήθηκε δενδριτική ανάπτυξη ευμεγεθών κόκκων με ταυτόχρονα φαινόμενα μικροδιαφορισμού.
- Ως συνέπεια, στη μελέτη μικροσκληρομετρήσεων παρατηρήθηκε μικρή πτώση των τιμών μικροσκληρότητας στο αεροποιημένο δοκίμιο (σε σχέση με το αντίστοιχο πρόδρομο δοκίμιο), η οποία όμως φαίνεται να περιορίστηκε από την παρουσία των νανοσωματιδίων ενίσχυσης στη μεταλλική μήτρα και την παρουσία δικτύου διαταραχών.

3.5 Βιβλιογραφία κεφαλαίου

AHN, B.-W., CHOI, D.-H., KIM, Y.-H., JUNG, S.-B., 2012. Fabrication of SiCp/AA5083 composite via friction stir welding. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 22, s634–s638. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(12\)61777-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(12)61777-4)

Arora, H.S., Singh, H., Dhindaw, B.K., 2012. Composite fabrication using friction stir

- processing - A review, in: *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. pp. 1043–1055. <https://doi.org/10.1007/s00170-011-3758-8>
- Banhart, J., 2013. Light-metal foams - History of innovation and technological challenges. *Adv. Eng. Mater.* <https://doi.org/10.1002/adem.201200217>
- Banhart, J., 2000. Manufacturing Routes for Metallic Foams. *Solidif. Sci.* 22–27.
- Berbon, P.B., Bingel, W.H., Mishra, R.S., Bampton, C.C., Mahoney, M.W., 2001. Friction stir processing: A tool to homogenize nanocomposite aluminum alloys. *Scr. Mater.* 44, 61–66. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(00\)00578-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00578-9)
- Brown, J.A., Vendra, L.J., Rabiei, A., 2010. Bending properties of Al-steel and steel-steel composite metal foams. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 41, 2784–2793. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0343-y>
- Cai, W., & Nix, W., 2016. *Imperfections in Crystalline Solids (MRS-Cambridge Materials Fundamentals)*, Cambridge University Press.
- CHOI, D.-H., KIM, Y.-I., KIM, D.-U., JUNG, S.-B., 2012. Effect of SiC particles on microstructure and mechanical property of friction stir processed AA6061-T4. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 22, s614–s618. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(12\)61773-7](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(12)61773-7)
- Cizmar, P., Vladár, A., Ming, B., Postek, M., 2008. Artificial SEM Images for Testing Resolution-Measurement Methods. *Microsc. Microanal.* 14, 910–911. <https://doi.org/10.1017/S1431927608087692>
- Duarte, I., Ferreira, J.M.F., 2016. Composite and nanocomposite metal foams, *Materials*. <https://doi.org/10.3390/ma9020079>
- Gangil, N., Siddiquee, A.N., Maheshwari, S., 2017. Aluminium based in-situ composite fabrication through friction stir processing: A review. *J. Alloys Compd.* 715, 91–104. <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2017.04.309>
- Goodall, R., Marmottant, A., Salvo, L., Mortensen, A., 2007. Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties. *Mater. Sci. Eng. A*. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.002>
- Gratecap, F., Girard, M., Marya, S., Racineux, G., 2012. Exploring material flow in friction stir welding: Tool eccentricity and formation of banded structures. *Int. J. Mater. Form.* 5, 99–107. <https://doi.org/10.1007/s12289-010-1008-5>

- Guo, J.F., Liu, J., Sun, C.N., Maleksaeedi, S., Bi, G., Tan, M.J., Wei, J., 2014. Effects of nano-Al₂O₃ particle addition on grain structure evolution and mechanical behaviour of friction-stir-processed Al. *Mater. Sci. Eng. A* 602, 143–149. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.02.022>
- Hashim, J., Looney, L., Hashmi, M.S.J., 2001. The wettability of SiC particles by molten aluminium alloy. *J. Mater. Process. Technol.* 119, 324–328. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(01\)00975-X](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(01)00975-X)
- Hodoroaba, V.D., Rades, S., Unger, W.E.S., 2014. Inspection of morphology and elemental imaging of single nanoparticles by highresolution SEM/EDX in transmission mode. *Surf. Interface Anal.* 46, 945–948. <https://doi.org/10.1002/sia.5426>
- Huang, K., Logé, R.E., 2016. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Mater. Des.* 111, 548–574. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2016.09.012>
- Huang, L., Wang, H., Yang, D., Ye, F., Lu, Z.P., 2012. Effects of scandium additions on mechanical properties of cellular Al-based foams. *Intermetallics* 28, 71–76. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.03.050>
- Hunt, C.V., 2009. A method to reduce smearing in the milling of metal foams. *Grad. Theses Diss. Iowa State University, Digital Repository, Ames.* <https://doi.org/10.31274/etd-180810-591>
- Ji, S.D., Shi, Q.Y., Zhang, L.G., Zou, A.L., Gao, S.S., Zan, L.V., 2012. Numerical simulation of material flow behavior of friction stir welding influenced by rotational tool geometry. *Comput. Mater. Sci.* 63, 218–226. <https://doi.org/10.1016/J.COMMATSCI.2012.06.001>
- Jiang, B., Zhao, N.Q., Shi, C.S., Li, J.J., 2005. Processing of open cell aluminum foams with tailored porous morphology. *Scr. Mater.* 53, 781–785. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.04.055>
- Lindroos, V.K., Miekko-Oja, H.M., 1967. The structure and formation of dislocation networks in aluminium-magnesium alloys. *Philos. Mag.* 16, 593–610. <https://doi.org/10.1080/14786436708220867>
- Liu, Y., Sun, Y., Zhang, L., Zhao, Y., Wang, J., Liu, C., 2017. Microstructure and Mechanical Properties of Al-5Mg-0.8Mn Alloys with Various Contents of Fe and

- Si Cast under Near-Rapid Cooling. *Metals* (Basel). 7, 428. <https://doi.org/10.3390/met7100428>
- Ma, Z.Y., Mishra, R.S., Mahoney, M.W., Grimes, R., 2003. High strain rate superplasticity in friction stir processed Al-Mg-Zr alloy. *Mater. Sci. Eng. A* 351, 148–153. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00824-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00824-9)
- Matijasevic-Lux, B., Banhart, J., Fiechter, S., Görke, O., Wanderka, N., 2006. Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture. *Acta Mater.* 54, 1887–1900. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.12.012>
- Miyoshi, T., Itoh, M., Akiyama, S., Kitahara, A., 2000. ALPORAS aluminum foam: Production process, properties, and applications. *Adv. Eng. Mater.* 2, 179–183. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1527-2648\(200004\)2:4<179::AID-ADEM179>3.0.CO;2-G](https://doi.org/10.1002/(SICI)1527-2648(200004)2:4<179::AID-ADEM179>3.0.CO;2-G)
- Monnet, G., Naamane, S., Devincere, B., 2011. Orowan strengthening at low temperatures in bcc materials studied by dislocation dynamics simulations. *Acta Mater.* 59, 451–461. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2010.09.039>
- Mukherjee, M., García-Moreno, F., Jiménez, C., Rack, A., Banhart, J., 2017. Microporosity in aluminium foams. *Acta Mater.* 131, 156–168. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.03.039>
- Navazani, M., Dehghani, K., 2016. Fabrication of Mg-ZrO₂ surface layer composites by friction stir processing. *J. Mater. Process. Technol.* 229, 439–449. <https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2015.09.047>
- Pantelis, D., Karakizis, P., Daniolos, N., Alexandratos, S., Papantoniou, I., 2014. Study of Al₂O₃ - aluminum matrix composites fabrication using friction stir processing technique, in: Conference: 11th International Conference “THE-A” Coatings in Manufacturing Engineering At: Thessaloniki, Greece.
- Pantelis, D.I., Karakizis, P.N., Daniolos, N.M., Charitidis, C.A., Koumoulos, E.P., Dragatogiannis, D.A., 2016. Microstructural study and mechanical properties of dissimilar friction stir welded AA5083-H111 and AA6082-T6 reinforced with SiC nanoparticles. *Mater. Manuf. Process.* 31, 264–274. <https://doi.org/10.1080/10426914.2015.1019095>
- Papantoniou, I.G., Kyriakopoulou, H.P., Pantelis, D.I., Athanasiou-Ioannou, A., Manolakos, D.E., 2018a. Manufacturing process of AA5083/nano- γ Al₂O₃

- localized composite metal foam fabricated by friction stir processing route (FSP) and microstructural characterization. *J. Mater. Sci.* 53, 3817–3835. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1802-2>
- Papantoniou, I.G., Kyriakopoulou, H.P., Pantelis, D.I., Manolakos, D.E., 2018b. Fabrication of MWCNT-reinforced Al composite local foams using friction stir processing route. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 97, 675–686. <https://doi.org/10.1007/s00170-018-1964-3>
- Rabiei, A., Vendra, L.J., 2009. A comparison of composite metal foam's properties and other comparable metal foams. *Mater. Lett.* 63, 533–536. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2008.11.002>
- Radetić, T., Popović, M., Romhanji, E., 2012. Microstructure evolution of a modified AA5083 aluminum alloy during a multistage homogenization treatment. *Mater. Charact.* 65, 16–27. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.12.006>
- Rao, A.G., Ravi, K.R., Ramakrishnarao, B., Deshmukh, V.P., Sharma, A., Prabhu, N., Kashyap, B.P., 2013. Recrystallization phenomena during friction stir processing of hypereutectic aluminum-silicon alloy. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 44, 1519–1529. <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1489-6>
- Shandley, R., Maheshwari, S., Siddiquee, A.N., Mohammed, S.M.A., Chen, D., 2020. Foaming of friction stir processed Al/MgCO₃ precursor via flame heating. *Mater. Res. Express* 7, 026515. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab6ef0>
- Sharma, V., Prakash, U., Kumar, B.V.M., 2015. Surface composites by friction stir processing: A review. *J. Mater. Process. Technol.* 224, 117–134. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.04.019>
- Su, J.Q., Nelson, T.W., Sterling, C.J., 2005. Microstructure evolution during FSW/FSP of high strength aluminum alloys. *Mater. Sci. Eng. A* 405, 277–286. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.06.009>
- Vökl, J., Alefeld, G., 1978. Diffusion of hydrogen in metals. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 321–348. https://doi.org/10.1007/3540087052_51
- Wang, J., Yang, X., Zhang, M., Li, J., Shi, C., Zhao, N., Zou, T., 2015. A novel approach to obtain in-situ growth carbon nanotube reinforced aluminum foams with enhanced properties. *Mater. Lett.* 161, 763–766. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.09.093>

- Xu, S., Deng, X., 2008. A study of texture patterns in friction stir welds. *Acta Mater.* 56, 1326–1341. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2007.11.016>
- Yang, K., Yang, X., Liu, E., Shi, C., Ma, L., He, C., Li, Q., Li, J., Zhao, N., 2017. Elevated temperature compressive properties and energy absorption response of in-situ grown CNT-reinforced Al composite foams. *Mater. Sci. Eng. A.* <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.004>
- Zhang, Z., Ding, J., Xia, X., Sun, X., Song, K., Zhao, W., Liao, B., 2015. Fabrication and characterization of closed-cell aluminum foams with different contents of multi-walled carbon nanotubes. *Mater. Des.* 88, 359–365. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.017>

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4: Ερευνητική μελέτη παρασκευής ενισχυμένων αφρών αλουμινίου μεγάλων διαστάσεων και προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων

4.1 Εισαγωγή

Η παραμόρφωση των μεταλλικών αφρών έχει αποτελέσει ερευνητικό αντικείμενο σε πλήθος ερευνών, οι οποίες δίνουν κυρίως έμφαση στην αντοχή των αφρών και στην ικανότητα απορρόφησης ενέργειας κατά τη διάρκεια της θλίψης (Bouwhuis et al., 2009; Kennedy and Asavavisitchai, 2004; Tang et al., 2019; Zhang and Zhao, 2007). Η μηχανική συμπεριφορά των μεταλλικών αφρών εξαρτάται από παράγοντες όπως: η σχετική τους πυκνότητα, η μορφολογία των πόρων, οι ιδιότητες του μητρικού υλικού, αλλά και από την ύπαρξη παρένθετων σωματιδίων ενίσχυσης (Duarte and Ferreira, 2016a; Wang et al., 2015b; Yu et al., 2008).

Στο Κεφάλαιο 3 πραγματοποιήθηκε επιτυχώς η ανάπτυξη μεθόδου παραγωγής τοπικών ενισχυμένων μεταλλικών αφρών σε πλάκες αλουμινίου με χρήση της μεθόδου δια τριβής μέσω ανάδευσης. Παράλληλα, πραγματοποιήθηκε εκτενής μεταλλογραφικός χαρακτηρισμός των βέλτιστων δοκιμίων, καθώς και μετρήσεις μικροσκληρότητας. Για την περαιτέρω μελέτη της μηχανικής συμπεριφοράς των παραγόμενων αφρών επιλέχθηκε η πραγματοποίηση στατικών δοκιμών θλίψης.

Πριν από τις μηχανικές δοκιμές πραγματοποιήθηκε μια ξεχωριστή μελέτη επίδρασης διαφορετικών ποσοστών αεροποιητικού παράγοντα στην τελική πορώδη δομή, με απώτερο σκοπό την παραγωγή ενισχυμένων αφρών με μεγαλύτερο πορώδες για την καλύτερη μελέτη κατά το στάδιο των μηχανικών δοκιμών.

Στην συνέχεια, αξιοποιώντας τα αποτελέσματα της αρχικής μελέτης, κατασκευάστηκαν μεγάλα δοκίμια ενισχυμένων μεταλλικών αφρών, τα οποία χρησιμοποιήθηκαν για τη μελέτη των μηχανικών τους ιδιοτήτων σε δοκιμές μονοαξονικής θλίψης.

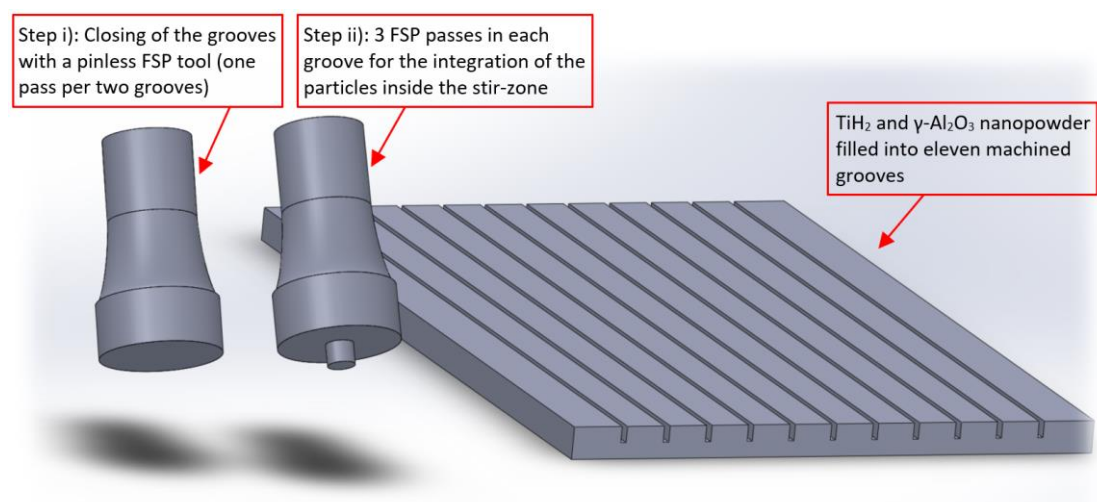
Στην συνέχεια του κεφαλαίου περιγράφεται η πειραματική διαδικασία που ακολουθήθηκε.

4.2 Μεθοδολογία, υλικά και εξοπλισμός

Στο αρχικό στάδιο της παραγωγής των ενισχυμένων τοπικών μεταλλικών αφρών μεγαλύτερου πορώδους ακολουθήθηκε η ίδια μεθοδολογία που αναπτύχθηκε στο Κεφάλαιο 3. Σε αυτό το στάδιο μελετήθηκε η επίδραση του ποσοστού των σωματιδίων αεροποίησης επί της τελικής πορώδους δομής. Έτσι, επιλέχθηκαν τέσσερα διαφορετικά ποσοστά υδριδίου του τιτανίου: 0,3%, 0,5%, 0,7% και 0,9% w/w. Όλες οι υπόλοιπες παράμετροι παρέμειναν σταθερές, σύμφωνα με τις βέλτιστες παραμέτρους στις οποίες καταλήξαμε στο Κεφάλαιο 3.

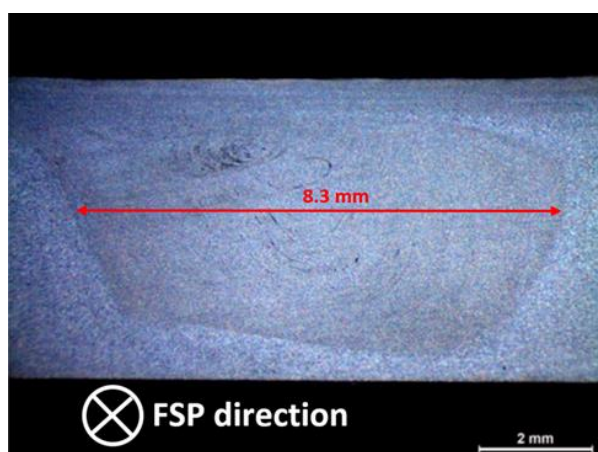
Στην συνέχεια, χρησιμοποιώντας το ποσοστό υδριδίου που έδωσε την υψηλότερη αεροποίηση, προχωρήσαμε στην κατασκευή μεγάλου αεροποιημένου δοκιμίου, δημιουργώντας παράλληλα πολλαπλές αύλακες, στις οποίες εφαρμόστηκαν επάλληλα περάσματα FSP.

Η μεθοδολογία που ακολουθήθηκε περιγράφεται γραφικά στο Σχήμα 4.2-1. Αρχικά, επιλέχθηκε πλάκα αλουμινίου AA5083 πάχους 8 mm. Η επιλογή αυτή έγινε για τη δημιουργία στην επιφάνεια του μεταλλικού αφρού μιας στρώσης μη αεροποιημένου μητρικού υλικού (skin). Η επιλογή αυτή έγινε για τους εξής λόγους: α) για τη μελέτη της δημιουργίας in-situ δομών τύπου «sandwich» μέσω της αναπτυχθείσας μεθόδου, β) το «skin» στους μεταλλικούς αφρούς βοηθά το υλικό να έχει ομοιόμορφη κατάρρευση κατά το στάδιο την μηχανικής θλίψης, ειδικά σε περιπτώσεις που η εξωτερική φόρτιση είναι εστιασμένη σε μικρές επιφάνειες.



Σχήμα 4.2-1: Στάδιο ανάπτυξης πρόδρομων δοκιμίων μεγάλης επιφάνειας.

Στην πλάκα αλουμινίου δημιουργήθηκαν έντεκα αύλακες πλάτους 1 mm και βάθους 3 mm, οι οποίες καλύφθηκαν με μίγμα αφροποιητικών και σταθεροποιητικών/ενισχυτικών κόνεων. Η μεταξύ τους απόσταση επιλέχθηκε μετά από μελέτη του μέσου πλάτους της ζώνης ανάδευσης για τις δεδομένες συνθήκες. Όπως φαίνεται στο Σχήμα 4.2-2, το μέσο πλάτος της ζώνης ανάδευσης μετρήθηκε στα 8,3 mm. Έτσι, επιλέχθηκε απόσταση μεταξύ αυλάκων 8 mm (από κέντρο σε κέντρο διαδοχικών αυλάκων).



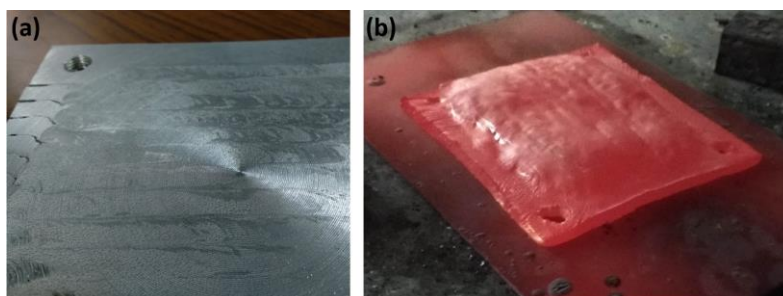
Σχήμα 4.2-2: Μελέτη πλάτους ζώνης ανάδευσης προδρόμων βέλτιστων δοκιμίων.

Στην συνέχεια, οι αύλακες έκλεισαν επιφανειακά μέσω περασμάτων FSP με χρήση εργαλείου χωρίς πείρο. Επειδή το περιουχένιο του εργαλείου είχε διάμετρο 22 mm (μεγαλύτερο της απόστασης δύο διαδοχικών αυλακιών), επιλέχθηκε το κλείσιμο δύο αυλακιών ανά πέρασμα. Ακολούθως, με χρήση εργαλείου FSP με πείρο πραγματοποιήθηκε η ενσωμάτωση των κόνεων στη ζώνη ανάδευσης. Σε κάθε αύλακα πραγματοποιήθηκαν τρία επάλληλα περάσματα FSP. Τα περάσματα FSP ξεκίνησαν από την αύλακα που έχει ελεύθερη την προωθούμενη πλευρά του (στο Σχήμα 4.2-1 η πρώτη αύλακα από δεξιά). Δεδομένου ότι το εργαλείο FSP περιστρέφεται δεξιόστροφα, το κάθε πέρασμα θα δημιουργεί στην υποχωρούσα πλευρά «flow arm» (σελ. 110), το οποίο και θα καλύπτεται σε μεγάλο βαθμό στα επόμενα περάσματα από την προωθούμενη πλευρά του γειτονικού αυλακιού. Με αυτόν τον τρόπο, μειώνουμε σε αρκετά μεγάλο βαθμό τη δημιουργία του «flow arm».

Μετά το τέλος όλων των περασμάτων FSP, έχουμε δημιουργήσει μια πρόδρομη αφροποιήσιμη πλάκα μεγάλων διαστάσεων. Για τον καθαρισμό της επιφάνειας της

πρόδρομης πλάκας αφαιρέθηκε επιφανειακά μισό χιλιοστό υλικού. Η επιφάνεια του τελικού πρόδρομου δοκιμίου παρουσιάζεται στο Σχήμα 4.2-3(a).

Στο επόμενο στάδιο η πρόδρομη πλάκα τοποθετήθηκε σε επαγωγικό φούρνο για το στάδιο της αφοροποίησης. Η αφοροποιημένη πλάκα αμέσως μετά από την έξοδο από τον φούρνο παρουσιάζεται στο Σχήμα 4.2-3(b).



Σχήμα 4.2-3: (a) Πρόδρομη αφοροποιήσιμη πλάκα, (b) τελική αφοροποιημένη πλάκα.

Στη συνέχεια, η πλάκα κόπηκε με τη χρήση δισκοτόμου σε μικρότερα δοκίμια σταθερής γεωμετρίας. Για τη μονοαξονική συμπίεση των δοκιμίων και τον προσδιορισμό των μηχανικών ιδιοτήτων χρησιμοποιήθηκε η πρέσα μηχανικών δοκιμών INSTRON 4482 του εργαστηρίου Τεχνολογίας των Κατεργασιών (Σχήμα 4.2-4). Πρόκειται για μηχανική πρέσα κοχλία, ονομαστικής δύναμης 100 KN.

Για λόγους επαναληψιμότητας των μετρήσεων, πραγματοποιήθηκαν πειράματα μονοαξονικής συμπίεσης σε τέσσερα δοκίμια διαστάσεων 30 x 30 mm².

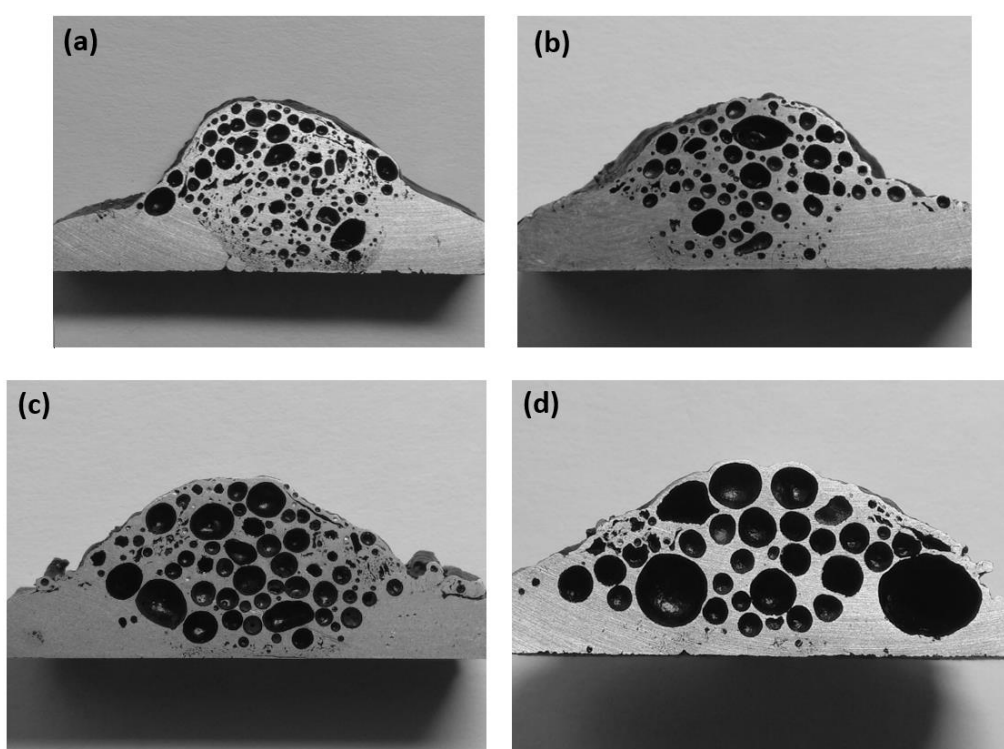


Σχήμα 4.2-4: Πρέσα δοκιμών INSTRON 4482, ονομαστικού φορτίου 100 KN.

4.3 Αποτελέσματα και συζήτηση

4.3.1 Μελέτη επίδρασης του ποσοστού σωματιδίων αεροποίησης

Στο Σχήμα 4.3-1 παρουσιάζονται οι τομές των αεροποιημένων δοκιμίων με ποσοστό αεροποιητικού παράγοντα TiH_2 : (a) 0,3% w/w, (b) 0,5% w/w, (c) 0,7% w/w & (d) 0,9% w/w. Είναι εμφανές πως οι μικρές μεταβολές στο ποσοστό του αεροποιητικού παράγοντα έχουν μεγάλη επίδραση στο ποσοστό αεροποίησης, αλλά και στη μορφολογία των πόρων.



Σχήμα 4.3-1: Αεροποιημένα δοκίμια με ποσοστά αεροποιητικού παράγοντα TiH_2 : (a) 0,3% w/w, (b) 0,5% w/w, (c) 0,7% w/w, (d) 0,9% w/w.

Στον Πίνακα 17 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα χαρακτηρισμού της πορώδους δομής. Το ποσοστό αεροποίησης, όπως ήταν αναμενόμενο, παρουσιάστηκε αυξανόμενο με την αύξηση των ποσοστών αεροποιητικού παράγοντα. Η σφαιρικότητα των πόρων δεν παρουσίασε κάποια ιδιαίτερη μεταβολή.

Πίνακας 17: Αποτελέσματα χαρακτηρισμού πορώδους δομής.

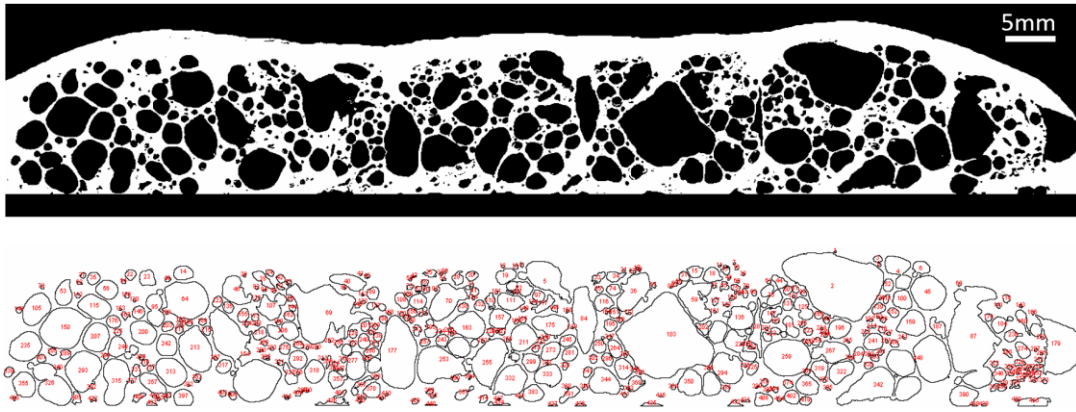
Foaming agent TiH ₂ (% w/w)	Max. Porosity [95% CI=2%]	Circularity of pores [95% CI=0.04]
0.3	49%	0.85
0.5	60%	0.88
0.7	65%	0.89
0.9	69%	0.86

Μια ενδιαφέρουσα παρατήρηση είναι πως, καθώς αυξάνεται το ποσοστό του αφροποιητικού παράγοντα, οι πόροι δεν μπορούν να μείνουν συγκρατημένοι εντός της αφροποιημένης πλέον ζώνης ανάδευσης και τείνουν να κινηθούν προς την περιοχή του μητρικού υλικού (περιοχή χωρίς παρουσία σταθεροποιητικών σωματιδίων). Αυτό φαίνεται έντονα στο Σχήμα 4.3-1(d), στο οποίο μάλιστα στην περιοχή εκτός αφροποιημένης ζώνης ανάδευσης έχουν δημιουργηθεί κάποιοι ευμεγέθεις πόροι, των οποίων το μέγεθος πιθανότατα οφείλεται στην έλλειψη των σταθεροποιητικών/ενισχυτικών νανοσωματιδίων γ -Al₂O₃. Αυτό θα αποτελούσε πρόβλημα στο κομμάτι δημιουργίας τοπικών μεταλλικών αφρών, αλλά στο κομμάτι δημιουργίας μεγάλης επιφάνειας ενισχυμένου μεταλλικού αφρού δεν θα μας δημιουργήσει πρόβλημα, μιας και κάθε ζώνη ανάδευσης θα βρίσκεται σε επαφή με γειτονική ζώνη ανάδευσης και όχι με μητρικό υλικό.

Έτσι, για το στάδιο παραγωγής ενισχυμένου μεταλλικού αφρού μεγάλης επιφάνειας επιλέχθηκε ποσοστό αφροποιητικού παράγοντα TiH₂ 0,9% w/w.

4.3.2 Μελέτη μονοαξονικής θλίψης

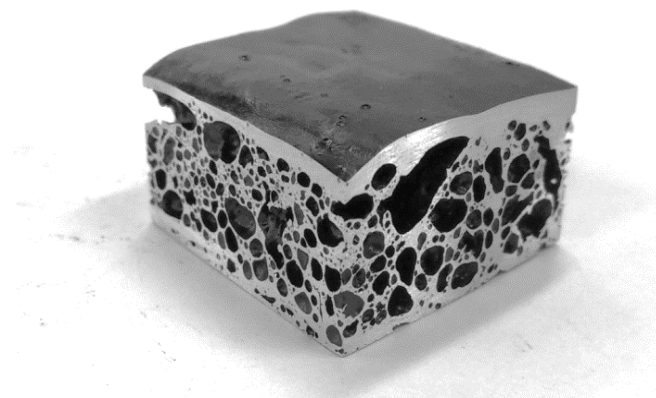
Αρχικά, στην αφροποιημένη πλάκα πραγματοποιήθηκε ο υπολογισμός του πορώδους (Σχήμα 4.3-2) μέσω γραφικών μεθόδων που αναπτύχθηκαν στο Κεφάλαιο 3. Μετρήθηκε βαθμός αφροποίησης 69%, ενώ η σφαιρικότητα των πόρων παρουσίασε τιμές 0,71. Η μείωση της σφαιρικότητας είναι λογική μιας και έχει αυξηθεί το πορώδες και δεν υπάρχει γειτονικό μητρικό υλικό για να απλωθούν και να αναπτυχθούν σφαιρικά οι πόροι. Το άνω στρώμα (skin) μετρήθηκε να έχει μέσο πάχος 2,2 mm.



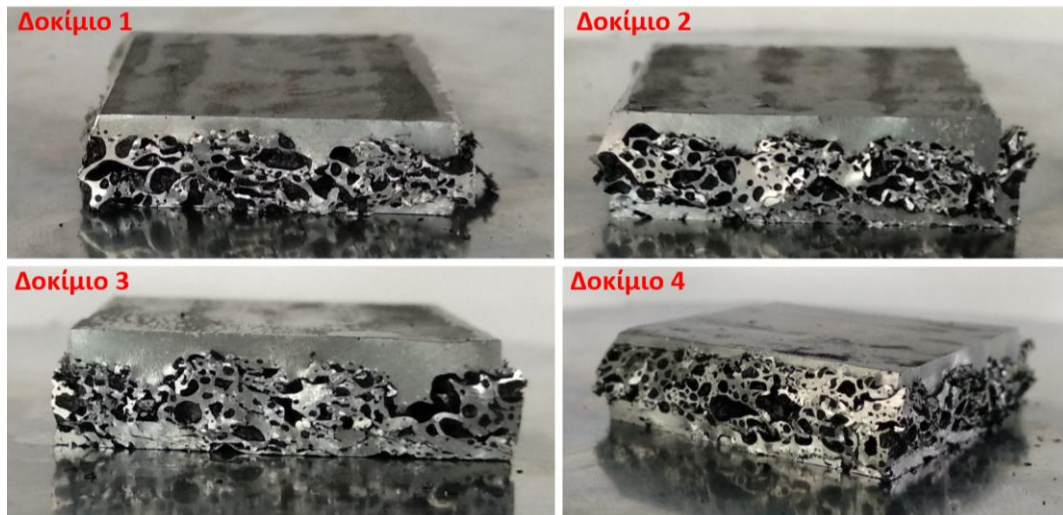
Σχήμα 4.3-2: Πορώδης δομή ενιαίου αεροποιημένου δοκιμίου.

Από την αεροποιημένη πλάκα κόπηκαν τέσσερα δοκίμια σε διαστάσεις 30 x 30 mm² και το μέγιστο ύψος μετρήθηκε στα 17 mm. Στο Σχήμα 4.3-3 παρουσιάζεται τυπικό δοκίμιο ενισχυμένου μεταλλικού αφρού. Το δοκίμιο χαρακτηρίζεται από καλή ομοιογένεια πορώδους δομής, ενώ η επιφάνεια (skin) παρουσιάζει ελαφρές καμπυλώσεις, οι οποίες οφείλονται σε γεωμετρικά χαρακτηριστικά των ζωνών ανάδευσης.

Η στατική δοκιμασία θλίψης πραγματοποιήθηκε με ταχύτητα 10 mm/min. Τα πειράματα σταματούσαν αυτόματα, όταν το εφαρμοζόμενο φορτίο ξεπερνούσε το όριο των 90 kN. Το φορτίο αυτό εξασφάλιζε πλήρη θλιπτική παραμόρφωση των δοκιμίων και έτσι ήταν δυνατή η εξαγωγή των δεδομένων δύναμης/μετατόπισης πέραν του σημείου πύκνωσης. Οι καταγεγραμμένες τιμές δύναμης/επιμήκυνσης μετατράπηκαν σε τιμές τάσης/παραμόρφωσης βάσει των διαστάσεων των δοκιμίων. Χρησιμοποιήθηκαν τέσσερα όμοια δοκίμια για την εξασφάλιση αξιόπιστων αποτελεσμάτων. Στο Σχήμα 4.3-4 παρουσιάζονται τα τέσσερα δοκίμια μετά το πέρας των δοκιμών μονοαξονικής θλίψης.



Σχήμα 4.3-3: Δοκίμιο ενισχυμένου μεταλλικού αφρού.

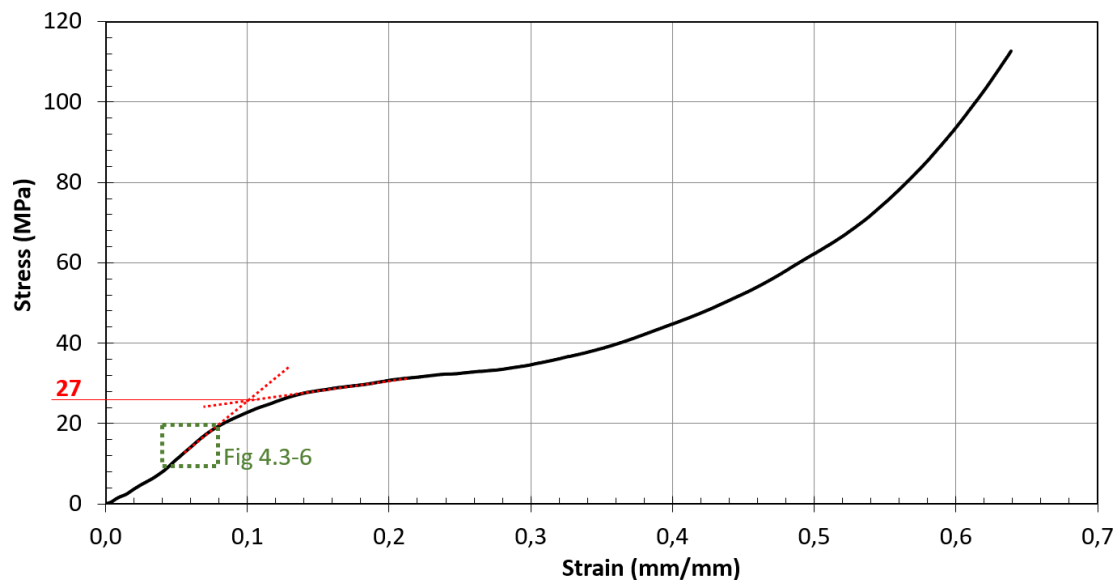


Σχήμα 4.3-4: Δοκίμια μεταγενέστερα της δοκιμής θλίψης.

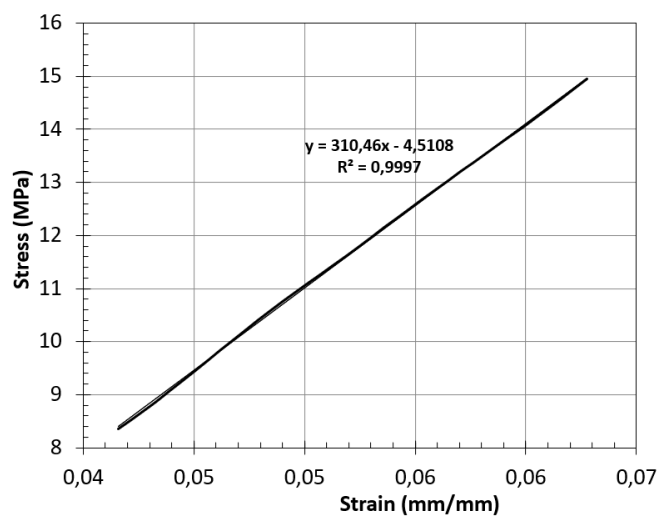
Στο Σχήμα 4.3-5 παρουσιάζεται η τυπική καμπύλη τάσης/παραμόρφωσης. Συνολικά, το διάγραμμα εμφανίζεται ομαλά μεταβαλλόμενο, χωρίς έντονες διακυμάνσεις, κάτι το οποίο είναι ένδειξη μη ψαθυρής συμπεριφοράς του αφρού, παρά την παρουσία της κεραμικής φάσης ενίσχυσης.

Πιο αναλυτικά, στο αρχικό τμήμα της καμπύλης τάσης/παραμόρφωσης εμφανίζεται μια σχετικά γραμμική περιοχή μέχρι την τάση διαρροής, η οποία αντιστοιχεί στην ελαστική περιοχή του δοκιμίου. Στην ελαστική περιοχή, τα τοιχώματα του αφρού παραμορφώνονται ελαστικά σε κάμψη και η εντατική κατάσταση είναι αναστρέψιμη. Όπως παρατηρείται στο Σχήμα 4.3-5, η απόκριση του διαγράμματος τάσης/παραμόρφωσης στο τμήμα της ελαστικής περιοχής μπορεί να διακριθεί σε δύο διαδοχικές περιοχές με ελαφρώς διαφορετικές κλίσεις. Για παραμόρφωση από 0 έως 0,04 (mm/mm) παρατηρείται μια αρχικά μικρότερη κλίση, η οποία όμως οφείλεται στην ελαφρά καμπυλότητα που παρουσίαζε η πάνω πλευρά των δοκιμίων. Στην πράξη, αυτή η περιοχή σταματά με την ομαλοποίηση της πάνω επιφάνειας. Η δεύτερη περιοχή ξεκινά από παραμόρφωση 0,04 και σταματά περίπου σε παραμόρφωση 0,07 (mm/mm). Αυτή η περιοχή προβάλλεται στο Σχήμα 4.3-6 και από αυτήν υπολογίστηκε το μέτρο ελαστικότητας, το οποίο παρουσίασε τιμή 0,310 GPa. Ο υπολογισμός έγινε με χρήση του προγράμματος Excel με εφαρμογή της μεθόδου ελαχίστων τετραγώνων, με το συντελεστή προσδιορισμού να παρουσιάζει πολύ υψηλή τιμή (0,9997). Αντίστοιχα, το ειδικό μέτρο ελαστικότητας υπολογίστηκε στα $4,44 \times 10^{-3}$.

Η κρίσιμη τάση, η οποία σημαίνει τη λήξη της ελαστικής περιοχής και την αρχή της κατάρρευσης του αφρού, θεωρείται ως η τάση αντοχής σε θλίψη. Η τιμή αυτή σύμφωνα με τον Ashby (Ashby, 2000) υπολογίζεται διαφορετικά, ανάλογα την μορφή του διαγράμματος τάσης/παραμόρφωσης. Σε περιπτώσεις που εμφανίζεται περιοχή πτώσης της τάσης μετά την ελαστική περιοχή, ορίζεται ως η κορυφή πριν την έναρξη της πτώσης. Σε περιπτώσεις που δεν υπάρχει πτώση της τάσης μετά την ελαστική περιοχή (όπως στο διάγραμμα του Σχήματος 4.3-5), τότε η τιμή της κρίσιμης τάσης υπολογίζεται γραφικά από το σημείο τομής των εφαπτομένων στα τμήματα της καμπύλης σ - ϵ που αντιστοιχούν στην ελαστική περιοχή του αφρού και στην περιοχή πλατώ. Έτσι, η κρίσιμη τάση υπολογίστηκε γραφικά στα 27 MPa.



Σχήμα 4.3-5: Καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης ενισχυμένου αφρού αλουμινίου.



Σχήμα 4.3-6: Περιοχή υπολογισμού μέτρου ελαστικότητας.

Από την κρίσιμη αντοχή σε διαρροή περνάμε στην περιοχή πλατώ, όπου σταδιακά λαμβάνει χώρα η κατάρρευση των κελιών του αφρού. Στην περιοχή πλατώ αρχίζει η πλαστική παραμόρφωση των κελιών, η οποία εκδηλώνεται ως λυγισμός και πλαστική κάμψη των τοιχωμάτων των κελιών, ενώ αρκετές φορές αυτός ο μηχανισμός συνοδεύεται από την δημιουργία μακροσκοπικών ζωνών παραμόρφωσης. Η τάση σε αυτήν την περιοχή παρουσιάζεται ελαφρώς αυξανόμενη.

Από την περιοχή πλατώ περνάμε στην περιοχή έναρξης της πύκνωσης, όπου πλέον έχουμε πλήρη κατάρρευση των κελιών και απότομη αύξηση του φορτίου. Η τιμή της παραμόρφωσης έναρξης της πύκνωσης (onset strain of deformation) υπολογίζεται από το διάγραμμα απόδοσης ενέργειας του αφρού (Ashby, 2000; Michailidis et al., 2011). Αρχικά, η απορροφούμενη ενέργεια του αφρού υπολογίζεται από τον τύπο:

$$Energy\ absorption(e_a) = \int_0^{e_a} \sigma(e)de, \quad 0 \leq (e_a) \leq 1$$

Το αντίστοιχο διάγραμμα απορροφούμενης ενέργειας του αφρού, το οποίο είναι ιδιαίτερα χρήσιμο, αφού μας δίνει τιμές απορροφούμενης ενέργειας για όλο τα εύρος παραμορφώσεων, παρουσιάζεται στο Σχήμα 4.3-7(a).

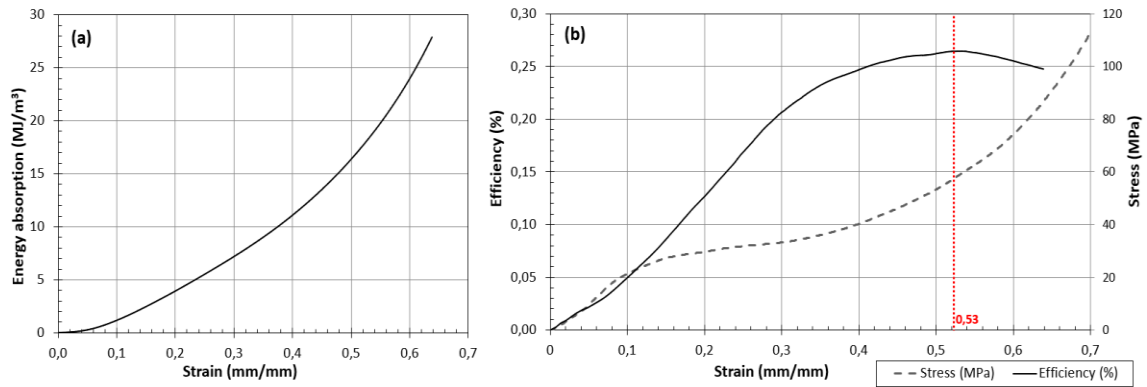
Αντίστοιχα, η απόδοσης ενέργειας του αφρού υπολογίζεται από τον τύπο:

$$\eta(e_a) = \frac{\int_0^{e_a} \sigma(e)de}{\sigma_a}, \quad 0 \leq (e_a) \leq 1$$

Το διάγραμμα απόδοσης ενέργειας του αφρού παρουσιάζεται στο Σχήμα 4.3-7(b). Η τιμή της παραμόρφωσης έναρξης της πύκνωσης προκύπτει από τη μέγιστη τιμή του διαγράμματος απόδοσης ενέργειας:

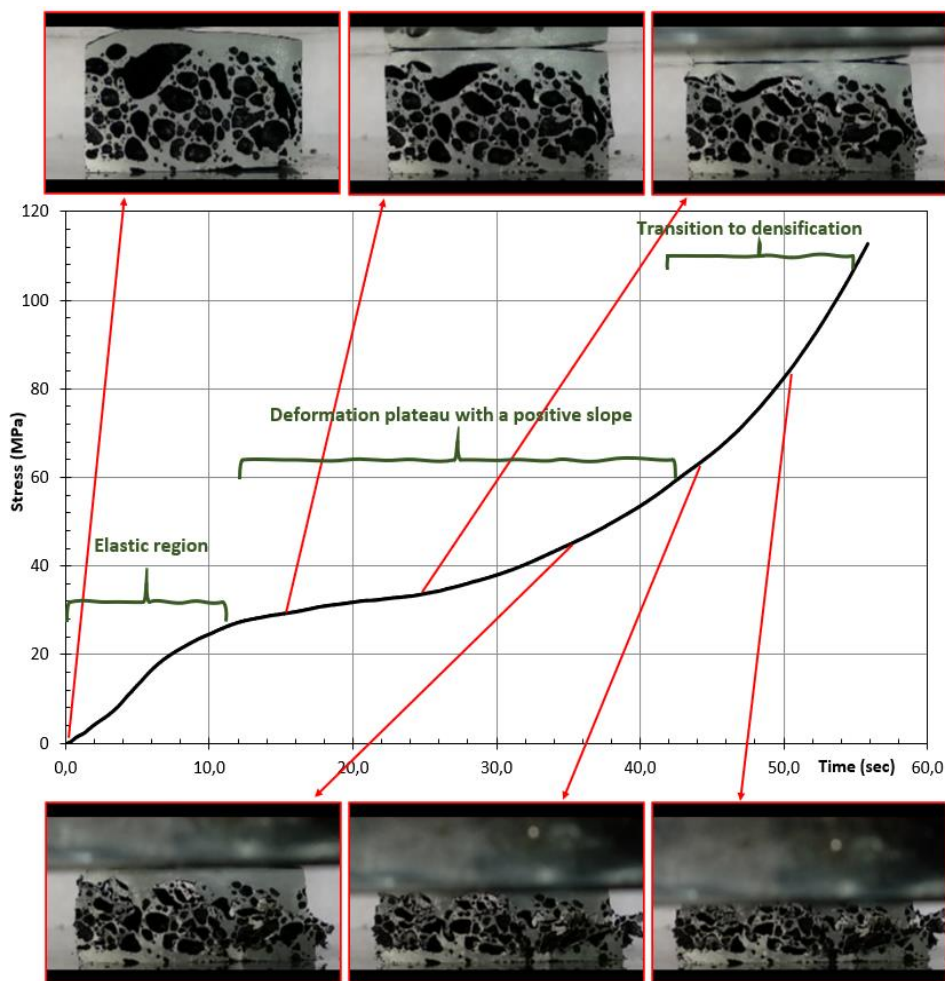
$$\left. \frac{d\eta(e_a)}{de} \right|_{e_a=e_i} = 0, \quad 0 \leq e_i \leq 1$$

Στο Σχήμα 4.3-7(b), με κόκκινο χρώμα παρουσιάζεται ο γραφικός υπολογισμός της παραμόρφωσης έναρξης της πύκνωσης, η οποία αντιστοιχεί σε 0,53 mm/mm.

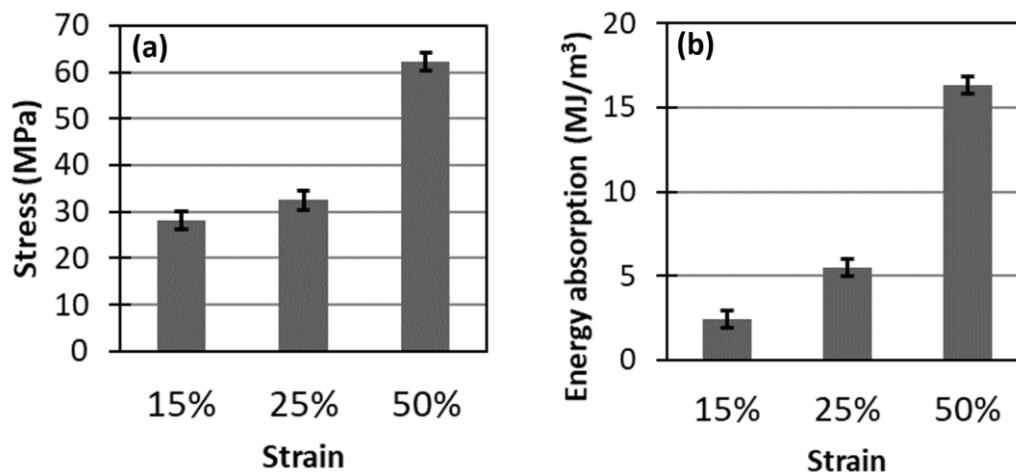


Σχήμα 4.3-7: (a) Διάγραμμα απορροφούμενης ενέργειας, (b) Διάγραμμα απόδοσης ενέργειας.

Τα στάδια κατάρρευσης του αφρού παρουσιάζονται γραφικά στο Σχήμα 4.3-8. Από τις εικόνες των δοκιμών του σχήματος, παρατηρούμε ότι στην περιοχή πλατώ η έναρξη της κατάρρευσης των κελιών ξεκινά από την παραμόρφωση μέσω κάμψης των δοκίδων στους ευμεγέθεις πόρους και, στη συνέχεια, επεκτείνεται σταδιακά μέσω αντίστοιχων μηχανισμών στα μικρότερα κελιά.



Σχήμα 4.3-8: Στάδια κατάρρευσης ενισχυμένων αφρών κατά τη διάρκεια μονοαξονικής θλίψης.

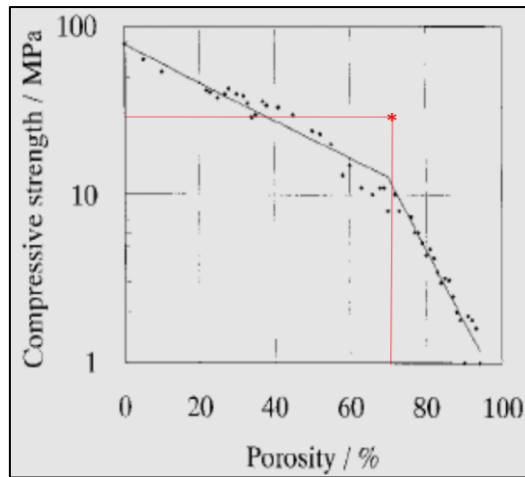


Σχήμα 4.3-9: Διαγράμματα τριών χαρακτηριστικών τιμών παραμόρφωσης: (a) διάγραμμα τάσης, (b) διάγραμμα απορρόφησης ενέργειας.

Τέλος, στο Σχήμα 4.3-9(a) απεικονίζεται η τάση για τρεις χαρακτηριστικές τιμές παραμόρφωσης, ενώ στο Σχήμα 4.3-9(b) απεικονίζεται αντίστοιχα η απορρόφηση ενέργειας (κατ' όγκο) για τις ίδιες τιμές παραμόρφωσης. Στα διαγράμματα εμπεριέχονται και οι τιμές σφαλμάτων για τα τέσσερα δοκίμια που υπέστησαν μονοαξονική θλίψη. Οι τιμές τάσης και απορρόφησης ενέργειας για παραμορφώσεις 25% και 50% είναι αρκετά χρήσιμες, γιατί χρησιμοποιούνται στη σύγκριση αφρών που έχουν παραχθεί με διαφορετικές μεθόδους.

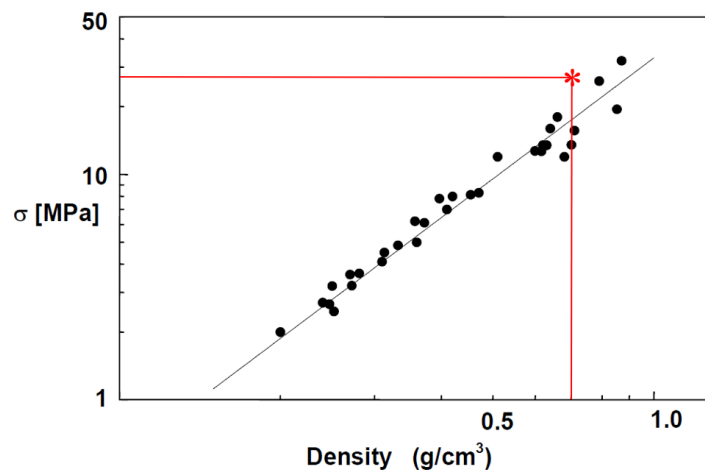
4.3.3 Σύγκριση αποτελεσμάτων

Στο Σχήμα 4.3-10 παρουσιάζεται το διάγραμμα συσχετισμού της κρίσιμης τάσης με το πορώδες για αφρούς αλουμινίου τύπου ALPORAS από τους Miyoshi et al. (Miyoshi et al., 2000). Με κόκκινο (*) έχει προστεθεί η κρίσιμη τάση που προέκυψε από τα πειράματα της παρούσας έρευνας. Η κρίσιμη τάση παρουσιάζεται ιδιαίτερα αυξημένη σε σχέση με αφρούς ALPORAS αντίστοιχου πορώδους.



Σχήμα 4.3-10: Λογαριθμικό διάγραμμα μεταβολής κρίσιμης τάσης για διαφορετικές τιμές πορώδους σε αφρούς τύπου ALPORAS (Miyoshi et al., 2000) (με κόκκινο (*) προβάλλεται η τιμή κρίσιμης τάσης των ενισχυμένων μεταλλικών αφρών της παρούσας έρευνας).

Αντίστοιχα, στο Σχήμα 4.3-11 προβάλλεται το διάγραμμα μεταβολής της κρίσιμης τάσης για διαφορετικές πυκνότητες αφρών αλουμινίου (Al-12Si) που έχουν παραχθεί με την τεχνολογία παραγωγής IFAM (Claar et al., 2000). Για αφρούς αντίστοιχης πυκνότητας στην παρούσα έρευνα, η τιμή κρίσιμης τάσης παρουσιάζεται και σε αυτήν την περίπτωση αυξημένη.



Σχήμα 4.3-11: Λογαριθμικό διάγραμμα μεταβολής κρίσιμης τάσης για διαφορετικές τιμές πορώδους σε αφρούς τύπου IFAM (Claar et al., 2000) (με κόκκινο (*) προβάλλεται η τιμή κρίσιμης τάσης των ενισχυμένων μεταλλικών αφρών της παρούσας έρευνας).

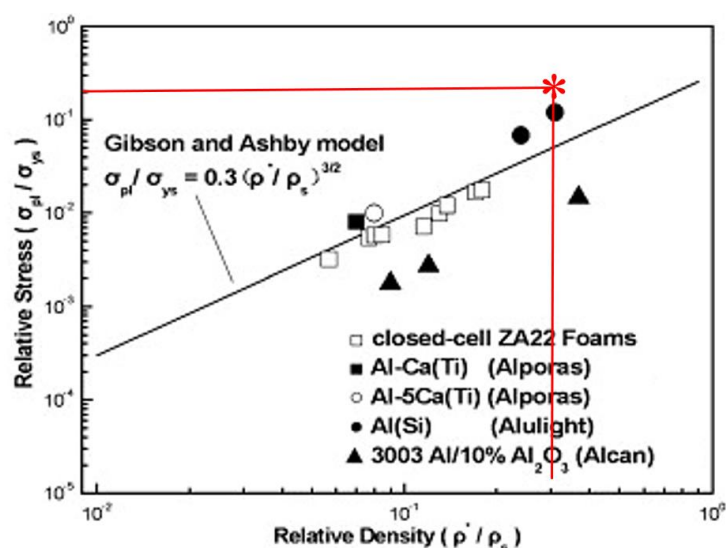
Στο Σχήμα 4.3-12 παρουσιάζεται το διάγραμμα συσχέτισμού της σχετικής τάσης πλατώ (σχετική κρίσιμη τάση) με τη σχετική πυκνότητα για διάφορους μεταλλικούς αφρούς από τους Liu et al. (Liu et al., 2008). Το διάγραμμα συσχετίζει τις

τιμές σχετικής τάσης πλατώ διάφορων μεταλλικών αφρών με τη θεωρητική τιμή που προκύπτει από την εξίσωση που έχει προταθεί από τους Gibson and Ashby (Gibson and Ashby, 2014):

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

όπου: c σταθερά ίση με 0,3 (Liu et al., 2008), σ_{pl} είναι η τάση πλατώ, σ_{ys} είναι το όριο διαρροής του μητρικού υλικού, ρ^*/ρ_s είναι η σχετική πυκνότητα του αφρού.

Με κόκκινο (*) έχει προστεθεί η σχετική τάση πλατώ που προέκυψε από τα πειράματα της παρούσας έρευνας. Ως σ_{ys} επιλέχθηκε η μέγιστη τιμή που δίνεται στη βιβλιογραφία για το AA5083-H111. Η σχετική τάση πλατώ και σε αυτό το διάγραμμα παρουσιάζεται να έχει υψηλές τιμές.



Σχήμα 4.3-12: Λογαριθμικό διάγραμμα μεταβολής σχετικής κρίσιμης τάσης για διαφορετικές τιμές πορώδους (Liu et al., 2009) (με κόκκινο (*) προβάλλεται η τιμή σχετικής κρίσιμης τάσης των ενισχυμένων μεταλλικών αφρών της παρούσας έρευνας).

Οι ενισχυμένες μηχανικές ιδιότητες που εμφανίζουν οι παραχθέντες σύνθετοι μεταλλικοί αφροί αποδίδονται στην ομοιογενή παρουσία της ενισχυτικής νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης $\gamma-Al_2O_3$ στο κράμα αλουμινίου AA5083-H111, καθώς και στην μορφολογία της πορώδους δομής, η οποία χαρακτηρίζεται από πόρους υψηλής σφαιρικότητας και μεγάλης ομοιογένειας μεγέθους.

4.4 Συμπεράσματα

Από την ερευνητική μελέτη παρασκευής ενισχυμένων αφρών αλουμινίου μεγάλων διαστάσεων και προσδιορισμού των μηχανικών τους ιδιοτήτων καταλήγουμε στα ακόλουθα κύρια συμπεράσματα:

- Πραγματοποιήθηκε επιτυχώς η ανάπτυξη ενισχυμένων αφρών αλουμινίου μεγάλων διαστάσεων με χρήση της αναπτυχθείσας μεθόδου του Κεφαλαίου 3.
- Η κρίσιμη τάση υπολογίστηκε στα 27 MPa, ενώ η παραμόρφωση έναρξης της πύκνωσης υπολογίστηκε στα 0,53 mm/mm.
- Το ειδικό μέτρο ελαστικότητας υπολογίστηκε στα $4,44 \times 10^{-3}$.
- Συνολικά, οι μηχανικές ιδιότητες εμφανίζονται ενισχυμένες συγκριτικά με αντίστοιχους αφρούς βιομηχανικής μαζικής παραγωγής.

4.5 Βιβλιογραφία κεφαλαίου

- Ashby, M.F., 2000. Metal foams : a design guide. Butterworth-Heinemann.
- Bouwhuis, B.A., McCrea, J.L., Palumbo, G., Hibbard, G.D., 2009. Mechanical properties of hybrid nanocrystalline metal foams. *Acta Mater.* 57, 4046–4053. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.053>
- Claar, T.D., Yu, C.J., Hall, I., Banhart, J., Baumeister, J., Seeliger, W., 2000. Ultra-lightweight aluminum foam materials for automotive applications. *SAE Tech. Pap.* 109, 98–106. <https://doi.org/10.4271/2000-01-0335>
- Duarte, I., Ferreira, J.M.F., 2016. Composite and nanocomposite metal foams, *Materials*. <https://doi.org/10.3390/ma9020079>
- Gibson, L.J., Ashby, M.F., 2014. Cellular solids: Structure and properties, second edition, *Cellular Solids: Structure and Properties, Second Edition*. Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/CBO9781139878326>
- Kennedy, A.R., Asavavisitchai, S., 2004. Effects of TiB₂ particle addition on the expansion, structure and mechanical properties of PM Al foams. *Scr. Mater.* 50, 115–119. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.09.026>
- Liu, J., Yu, S., Zhu, X., Wei, M., Luo, Y., Liu, Y., 2009. Correlation between ceramic additions and compressive properties of Zn-22Al matrix composite foams. *J.*

- Alloys Compd. 476, 220–225. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.09.069>
- Liu, J., Yu, S., Zhu, X., Wei, M., Luo, Y., Liu, Y., 2008. The compressive properties of closed-cell Zn-22Al foams. *Mater. Lett.* 62, 683–685. <https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2007.06.032>
- Michailidis, N., Stergioudi, F., Tsouknidas, A., 2011. Deformation and energy absorption properties of powder-metallurgy produced Al foams. *Mater. Sci. Eng. A* 528, 7222–7227. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2011.05.031>
- Miyoshi, T., Itoh, M., Akiyama, S., Kitahara, A., 2000. ALPORAS aluminum foam: Production process, properties, and applications. *Adv. Eng. Mater.* 2, 179–183. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1527-2648\(200004\)2:4<179::AID-ADEM179>3.0.CO;2-G](https://doi.org/10.1002/(SICI)1527-2648(200004)2:4<179::AID-ADEM179>3.0.CO;2-G)
- Tang, E., Zhang, X., Han, Y., 2019. Experimental research on damage characteristics of CFRP/aluminum foam sandwich structure subjected to high velocity impact. *J. Mater. Res. Technol.* 8, 4620–4630. <https://doi.org/10.1016/J.JMRT.2019.08.006>
- Wang, J., Yang, X., Zhang, M., Li, J., Shi, C., Zhao, N., Zou, T., 2015. A novel approach to obtain in-situ growth carbon nanotube reinforced aluminum foams with enhanced properties. *Mater. Lett.* 161, 763–766. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.09.093>
- Yu, S., Luo, Y., Liu, J., 2008. Effects of strain rate and SiC particle on the compressive property of SiCp/AlSi9Mg composite foams. *Mater. Sci. Eng. A* 487, 394–399. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.11.025>
- Zhang, L.P., Zhao, Y.Y., 2007. Mechanical response of Al matrix syntactic foams produced by pressure infiltration casting. *J. Compos. Mater.* 41, 2105–2117. <https://doi.org/10.1177/0021998307074132>

ΣΥΝΟΨΗ ΚΑΙ ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Στην παρούσα διδακτορική διατριβή αναπτύχθηκε μέθοδος δημιουργίας σύνθετων μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (Friction Stir Process, FSP). Η μέθοδος FSP χρησιμοποιήθηκε για την εισαγωγή και ενσωμάτωση μίγματος κόνεων αεροποιητικού παράγοντα (TiH_2) και ενισχυτικού παράγοντα (nano $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) σε πλάκα αλουμινίου κράματος AA5083-H111. Με αυτόν τον τρόπο, δημιουργήθηκαν πρόδρομα δοκίμια, τα οποία αεροποιήθηκαν σε επόμενο στάδιο θερμικής κατεργασίας, μέσω της θερμικής διάσπασης του αεροποιητικού παράγοντα και της δημιουργίας φυσαλίδων υδρογόνου.

Στο Κεφάλαιο 2.2 παρουσιάστηκε αναλυτική βιβλιογραφική ανασκόπηση που αφορά την ανάπτυξη μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου FSP. Σε όλες τις ερευνητικές εργασίες (όλες από συγκεκριμένες ερευνητικές ομάδες ινστιτούτων της Ιαπωνίας) η προσέγγιση που ακολουθήθηκε για την εισαγωγή των κόνεων στηριζόταν στην τοποθέτηση των κόνεων ακανόνιστα ανάμεσα σε δύο πλάκες αλουμινίου. Η απαίτηση των δύο πλακών δημιουργεί διάφορα προβλήματα και περιορισμούς εφαρμογής της μεθόδου.

Στην παρούσα ερευνητική διαδικασία, η προσθήκη του μίγματος κόνεων πραγματοποιήθηκε μέσω της διάνοιξης αύλακας κατά μήκος πλάκας αλουμινίου, η οποία πληρούτο με το μίγμα των κόνεων στη συνέχεια. Αυτή η προσέγγιση αναφέρεται για πρώτη φορά στη διεθνή βιβλιογραφία δημιουργίας μεταλλικών αφρών με χρήση της μεθόδου FSP και παρουσιάζει αρκετά πλεονεκτήματα, με σημαντικότερο την ικανότητα δημιουργίας ενισχυμένων αεροποιημένων περιοχών σε μεταλλικά δοκίμια, πλάκες, εξαρτήματα, κάτι το οποίο δεν είναι εφικτό με καμία άλλη κατασκευαστική μέθοδο.

Η ικανότητα δημιουργίας ενισχυμένων αεροποιημένων περιοχών μπορεί να μεταβάλλει τις επιθυμητές ιδιότητες (μηχανικές ή φυσικές) ενός εξαρτήματος. Για παράδειγμα, με την παρούσα μέθοδο μπορεί να κατασκευαστεί περιοχή επιφανειακού ενισχυμένου αφρού σε πλάκα/φύλλο αλουμινίου για χρήση σε δομικό μέρος αμαξώματος (πλαϊσίου αυτοκινήτου), με στόχο τη βελτίωση της δυσκαμψίας του υλικού και της ικανότητας απόσβεσης των κραδασμών. Επίσης, όπως αποδείχτηκε και στο Κεφάλαιο 4, η μέθοδος που αναπτύχθηκε μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τη δημιουργία σύνθετων μεταλλικών αφρών, μεγάλης επιφάνειας, ενισχυμένων με

ποικίλα ενισχυτικά σωματίδια. Επιπλέον, μπορούν να δημιουργηθούν επιτόπου δομές που να αποτελούνται εσωτερικά από ενισχυμένο αφρό, ενώ στην επιφάνεια να αποτελούνται από στρώση (μη αφροποιημένου) μητρικού υλικού (δομές τύπου σάντουιτς).

Η χρήση ενισχυτικών/σταθεροποιητικών νανοσωματιδίων ($\text{nano } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) σε πλάκα αλουμινίου κράματος AA5083-H111 οδήγησε στην δημιουργία μεταλλικών αφρών με μεγάλη ομοιογένεια μεγέθους και σφαιρικότητας πόρων. Το ποσοστό πορώδους μπορεί να μεταβληθεί με την μεταβολή του ποσοστού αφροποιητικού παράγοντα. Το μέγιστο πορώδες είχε τιμές που έφταναν το 70%. Δεν επιλέχθηκε η δημιουργία μεταλλικών αφρών με μεγαλύτερες τιμές πορώδους, γιατί, σύμφωνα με την διεθνή βιβλιογραφία, σε μεγαλύτερες τιμές πορώδους (άνω του 70%) οι μεταλλικοί αφροί χάνουν την σφαιρικότητα των πόρων τους και παρουσιάζουν υποβαθμισμένη μηχανική απόδοση (Σχήμα 3.3-10).

Επίσης, θα πρέπει να αναφέρουμε πως πρόκειται για την πρώτη απόπειρα ενίσχυσης με νανοσωματίδια μεταλλικών αφρών κατασκευασμένων με την μέθοδο FSP, ενώ για πρώτη φορά χρησιμοποιείται κράμα αλουμινίου της σειράς 5xxx ως μητρικό υλικό.

Οι παραχθέντες τελικοί αφροί παρουσίασαν δενδριτική ανάπτυξη ευμεγέθων κόκκων με ταυτόχρονα φαινόμενα μικροδιαφορισμού. Στην ανάλυση μικροσκοπημάτων παρατηρήθηκε μικρή πτώση των τιμών μικροσκληρότητας στο αφροποιημένο δοκίμιο (σε σχέση με το αντίστοιχο πρόδρομο δοκίμιο), η οποία όμως φαίνεται να περιορίστηκε αρκετά από την παρουσία των νανοσωματιδίων ενίσχυσης στη μεταλλική μήτρα και την παρουσία δικτύου διαταραχών.

Η μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων των παραχθέντων μεταλλικών αφρών πραγματοποιήθηκε στους ενισχυμένους μεταλλικούς αφρούς μεγάλης επιφάνειας, στους οποίους πραγματοποιήθηκαν στατικές δοκιμές θλίψης. Από τα αποτελέσματα των πειραμάτων της μονοαξονικής θλίψης υπολογίστηκε η κρίσιμη τάση (τάση πλατώ), η τιμή παραμόρφωσης έναρξης της πύκνωσης, το ειδικό μέτρο ελαστικότητας, καθώς και ο βαθμός απορρόφησης ενέργειας κατ' όγκο για χαρακτηριστικές τιμές παραμόρφωσης. Οι μηχανικές ιδιότητες των παραχθέντων αφρών εμφάνισαν υψηλές τιμές, οι οποίες αποδίδονται στην ομοιογενή παρουσία της ενισχυτικής νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ στο κράμα αλουμινίου AA5083-H111, καθώς και στη μορφολογία της πορώδους δομής.

ΣΗΜΕΙΑ ΜΕΛΛΟΝΤΙΚΗΣ ΔΙΕΡΕΥΝΗΣΗΣ

Μετά την ανάπτυξη της μεθόδου παραγωγής σύνθετων τοπικών μεταλλικών αφρών, κρίνεται απαραίτητη η ανάπτυξη διάταξης ενσωματωμένης στη μηχανή FSW, η οποία να επιτρέπει την επί τόπου αφροποίηση των δοκιμίων κατά την διάρκεια του τελευταίου περάσματος FSP. Η απαιτούμενη επιπλέον θερμότητα θα πρέπει να παρέχεται μέσω φλόγας αερίου και να είναι ελεγχόμενη και πλήρως ρυθμιζόμενη, έτσι ώστε να αναπτύσσεται τοπικά η απαιτούμενη θερμοκρασία που θα επιτρέπει την επί τόπου αφροποίηση των δοκιμίων.

Επίσης, είναι σημαντικό να αναφέρουμε πως πρόκειται για μια μέθοδο, στην οποία υπεισέρχεται ένας μεγάλος αριθμός παραμέτρων, άρα, είναι αντίστοιχα και πολύ μεγάλο το εύρος των ερευνητικών μελετών που μπορούν να προταθούν, στηριζόμενες στην αναπτυχθείσα μεθοδολογία. Ενδεικτικά, αναφέρεται ο αρκετά μεγάλος συνδυασμός των διαφορετικών υλικών (μητρικών, ενισχυτικών, αφροποιητικών) που δύνανται να εφαρμοστούν και να μελετηθούν.

Τέλος, θεωρούμε ότι είναι ιδιαίτερα σημαντικό να αναπτυχθούν μέθοδοι μοντελοποίησης των εμπλεκόμενων φαινομένων. Δηλαδή, να αναπτυχθούν μοντέλα, τα οποία να μπορούν να υπολογίζουν την τελική πορώδη δομή για δεδομένες συνθήκες, καθώς και μοντέλα τα οποία, με βάση την πορώδη δομή και τις βασικές μηχανικές ιδιότητες του αφρού, να υπολογίζουν την μηχανική απόκριση σε συγκεκριμένες φορτίσεις.

PUBLICATIONS

Journal Papers

- I.G. Papantoniou, H.P. Kyriakopoulou, A. Athanasiou-Ioannou, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos. (2017). “Manufacturing process of AA5083/nano- γ Al₂O₃ composite metal foam fabricated by friction stir processing route (FSP) and microstructural characterization”, *Journal of Materials Science* 53: 3817–3835
- I.G. Papantoniou, H.P. Kyriakopoulou, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos. (2018). “Fabrication of MWCNT-reinforced Al composite local foams using friction stir processing route”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 97:675-686
- I.G. Papantoniou, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos. (2018). “Powder metallurgy route aluminium foams: A study of the effect of powder morphology, compaction pressure and foaming temperature on the porous structure”, *Procedia Structural Integrity* 10:243-248
- I.G. Papantoniou, A.P. Markopoulos, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos. (2018). “Application of Aluminium Flakes in Fabrication of Open-Cell Aluminium Foams by Space Holder Method”, *Materials* 11(8): 142
- I.G. Papantoniou, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos. (2019). “Metal foaming by powder metallurgy process: investigation of different parameters on the foaming efficiency”, *Fracture and Structural Integrity* (DOI: 10.1016/j.prostr.2018.09.034)
- I. G. Papantoniou, A.P. Markopoulos, D.E. Manolakos. (2020) A New Approach in Surface Modification and Surface Hardening of Aluminum Alloys Using Friction Stir Process: Cu-Reinforced AA5083. *Materials*, 13, 1278

International Conferences Papers

- D.I. Pantelis, P.N. Karakizis, N.M. Daniolos, S.A. Alexandratos, I.G. Papantoniou, “Study of Al₂O₃ - Aluminium Matrix Composites fabrication using friction stir processing technique”, *THE A- Coatings and ICMEN*, Thessaloniki, October 2014
- I.G. Papantoniou, H.P. Kyriakopoulou, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos, “Fabrication of AA5083 - Multiwall Carbon Nanotubes (MWCNTs) composite metal foam by friction stir processing route (FSP) and microstructural characterization”, *EUROMAT2017*, Thessaloniki, September 2017
- I.G. Papantoniou, D.E. Manolakos, “Powder metallurgy route aluminium foams: A study of the effect of powder morphology, compaction pressure and foaming temperature on the porous structure”, 1st International Conference of the Greek society of experimental mechanics of materials, Athens, May 2018
- I.G. Papantoniou, N. Vaxevanidis, D.E. Manolakos. (2019). “Fabrication of silicon carbide reinforced aluminium foams using friction stir processing route”, DOI: 10.24874/PES01.01.064 Conference: SERBIATRIB ‘19 16th International Conference on Tribology