



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

ΠΑΡΑΓΩΓΗ, ΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ
ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΣΥΝΘΕΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ ΜΗΤΡΑΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ ΜΕ
ΕΝΙΣΧΥΣΗ ΜΙΚΡΟΚΕΝΟΣΦΑΙΡΩΝ ΜΟΥΛΙΤΗ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΖΑΣΠΑΛΗΣ ΣΤΕΦΑΝΟΣ

Επιβλέπων: Παπαευθυμίου Σπύρος

Αναπληρωτής Καθηγητής

ΑΘΗΝΑ, ΙΟΥΛΙΟΣ 2020



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

ΠΑΡΑΓΩΓΗ, ΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ
ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΣΥΝΘΕΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ ΜΗΤΡΑΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ ΜΕ
ΕΝΙΣΧΥΣΗ ΜΙΚΡΟΚΕΝΟΣΦΑΙΡΩΝ ΜΟΥΛΙΤΗ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΖΑΣΠΑΛΗΣ ΣΤΕΦΑΝΟΣ

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις 24/07/2020

Σπύρος Παπαευθυμίου, Αν. Καθηγητής Ε.Μ.Π. (επιβλέπων)

Αθηνά Τσετσέκου, Καθηγήτρια Ε.Μ.Π.

Δημήτριος Πάνιας, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

ΑΘΗΝΑ, ΙΟΥΛΙΟΣ 2020

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Στο σημείο αυτό θα ήθελα να ευχαριστήσω τον επιβλέποντα Καθηγητή μου κ. Παπαευθυμίου Σπύρο για την εμπιστοσύνη που μου έδειξε και την πολύτιμη καθοδήγησή του, καθώς τον Καθηγητή του Τμήματος Μηχανολόγων Μηχανικών της Πολυτεχνικής Σχολής του Αριστοτελείου Πανεπιστημίου Θεσσαλονίκης κ. Μιχαηλίδη Νικόλαο που με εισήγαγε σε ένα ιδιαίτερα ενδιαφέρον θέμα όπως αυτό των σύνθετων υλικών και συγκεκριμένα των σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας με κενόσφαιρες.

Θερμές ευχαριστίες και στην Επίκουρη Καθηγήτρια του Τμήματος Μηχανολόγων Μηχανικών-ΑΠΘ κ. Στεργιούδη Φανή για τις σημαντικές θεωρητικές αλλά και πρακτικές συμβουλές της και για την καθοδήγησή της κατά τη διάρκεια της εκπόνησης αυτής της διπλωματικής εργασίας.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω το Εργαστήριο Τεχνολογίας των Υλικών του Τμήματος Χημικών Μηχανικών-ΑΠΘ καθώς και το Εργαστήριο Ανόργανων Υλικών του ΕΚΕΤΑ που μου παρείχαν τη δυνατότητα να εκτελέσω συμπληρωματικά πειράματα σύνθεσης δοκιμίων καθώς και χαρακτηρισμού τους (XRD, SEM-EDS).

Η περίοδος εκτέλεσης αυτής της διπλωματικής εργασίας συνέπεσε, σχεδόν ταυτόσημα, με τα έκτακτα μέτρα καραντίνας λόγω του CoVid-19 και η ολοκλήρωσή της θα ήταν αδύνατη αν δεν υπήρχε συντονισμός, συνεννόηση και συνεργασία με όλα τα μέλη και φοιτητές του Εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας τους οποίους και ευχαριστώ εκ βάθους καρδιάς.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία επιχειρήθηκε, με την τεχνική της κονιομεταλλουργίας, η σύνθεση σύνθετων υλικών μεταλλική μήτρας Αλουμινίου με δευτερεύουσα φάση κενόσφαιρες Μουλίτη. Σκοπός είναι η μελέτη της επίδρασης των λειτουργικών παραμέτρων (όπως ποσοστό κενόσφαιρων, πίεση συμπίεσης, θερμοκρασία ή ατμόσφαιρα πύρωσης) στα μορφολογικά χαρακτηριστικά της μικροδομής και στη μηχανική συμπεριφορά δοκιμίων, με στόχο αφενός την κατανόηση των μηχανισμών επίδρασης, αφετέρου τη διεξαγωγή συμπερασμάτων για βέλτιστη διεργασία σύνθεσης.

Η μελέτη των συγκεκριμένων σύνθετων υλικών παρουσιάζει ενδιαφέρον σε ένα μεγάλο εύρος τεχνολογικών εφαρμογών, μεταξύ των οποίων συστήματα απόσβεσης κρουστικής ενέργειας σε οχήματα μεταφοράς (π.χ. τμήματα προφυλακτήρων πολιτικών οχημάτων για προστασία ενάντια σε συγκρούσεις ή/και συντριβές, τμήματα προστασίας στρατιωτικών οχημάτων, προστασία από νάρκες improvised explosive devices (IED)).

Πραγματοποιήθηκαν συνθέσεις με μεταβαλλόμενο ποσοστό κενόσφαιρών, από 10% έως 30% wt.% της μάζας του Αλουμινίου, μεταβαλλόμενη πίεση συμπίεσης καθώς και συνθήκες πύρωσης. Τα υλικά που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία ήταν σκόνες καθαρού Αλουμινίου και κεραμικές κενόσφαιρες Μουλίτη. Για τον έλεγχο της τελικής μικροδομής και διαφόρων φυσικών και μηχανικών ιδιοτήτων τους χρησιμοποιήθηκαν εξοπλισμός και τεχνικές ελέγχου των υλικών όπως οπτική μικροσκοπία, ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, περιθλασίμετρο ακτίνων -Χ, κατανομή μεγέθους σωματιδίων με ακτίνες laser και μικροσκληρόμετρο.

Διαπιστώθηκε πως η τεχνική της μονοαξονικής συμπίεσης οδηγεί αφενός στη συσσώρευση κενόσφαιρών και στη δημιουργία ανομοιογένειας στην κατανομή τους αφετέρου στη θραύση ενός σημαντικού ποσοστού κενόσφαιρών. Για την αντιμετώπιση του προβλήματος προτείνεται η μελέτη της εισαγωγής προσθέτων όπως πλαστικοποιητών ή λιπαντικών καθώς και η μελέτη τεχνικών μορφοποίησης στις οποίες δεν εφαρμόζονται μεγάλα φορτία.

Ένα επιπρόσθετο φαινόμενο που παρατηρήθηκε είναι η διάχυση του Πυριτίου (συστατικού του Μουλίτη) από τις κενόσφαιρες στο εσωτερικό των κόκκων της μεταλλικής μήτρας και το οποίο πιθανότατα επηρεάζει τη μηχανική συμπεριφορά των δοκιμίων. Συνίσταται η μελέτη του κατά πόσο το φαινόμενο συνδέεται με τη θραύση των κενόσφαιρών.

Μεταξύ των δύο ατμοσφαιρών πύρωσης που χρησιμοποιήθηκαν διαφαίνεται πως η ατμόσφαιρα Αργού προτιμάται γιατί οδηγεί σε μικρότερο ακούσιο πορώδες. Αντίθετα κατά την πύρωση σε Άζωτο διαπιστώθηκε ο σχηματισμός Νιτριδίων του Αλουμινίου τα οποία εμποδίζουν την ολοκλήρωση της πύρωσης.

ABSTRACT

In the present Diploma Thesis powder metallurgy technology has been used for the synthesis of Aluminum metal matrix composites having as secondary phase Mullite cenospheres. The goal was the study of the effect of operational parameters (such as cenosphere content, compaction pressure, firing temperature or atmosphere) on the morphological characteristics of the microstructure as well as on the mechanical properties of the fired specimens aiming towards a better understanding of the phenomena taking place and the determination of possible directions towards synthesis process improvement.

The study and development of these specific composite materials is of interest for a broad spectrum of technological applications, among which in impact energy damping systems in transport vehicles (eg civil vehicle bumper parts for protection against collisions and / or crashes, military vehicle protection units, improvised explosive ordnance protection devices (IED)).

Within the experimental specimen synthesis matrix varied parameters included the cenosphere content, from 10% to 30%, the compaction pressure and the firing conditions. Commercial pure aluminum (Al-powder) with commercial ceramic cenospheres from mullite were selected as matrix and reinforcement material, respectively. Microstructural characteristics as well as different kind of physical and mechanical properties were examined by using equipment and techniques like optical microscope, Scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), particle size distribution by laser beams, micro hardness.

It appeared, from the results of this study, that uniaxial compression cenospheres leads to cenosphere accumulation creating therefore inhomogeneities in their distribution within the metal matrix. In addition a significant percentage of cenospheres break by the forces exerted upon compaction. To encounter this problem it is suggested to study the introduction of binders or lubricants in the compacted powder and the study of shaping techniques that do not require the application of strong forces.

An additional phenomenon observed is related with the diffusion of Silicon (a basic Mullite component) from the cenospheres towards the interior of the metal matrix grains. It is expected that this phenomenon affects the mechanical behavior of the material and it is suggested to be examined whether it is related with the breaking of the cenospheres.

Between the two firing atmospheres used in this study, Argon atmosphere seems to be the preferred since it appeared to lead to specimens with reduced intrametallc porosity. Nitrogen, on the other hand, leads to formation of Aluminum Nitrides the presence of which most probably retards densification during firing.

Περιεχόμενα

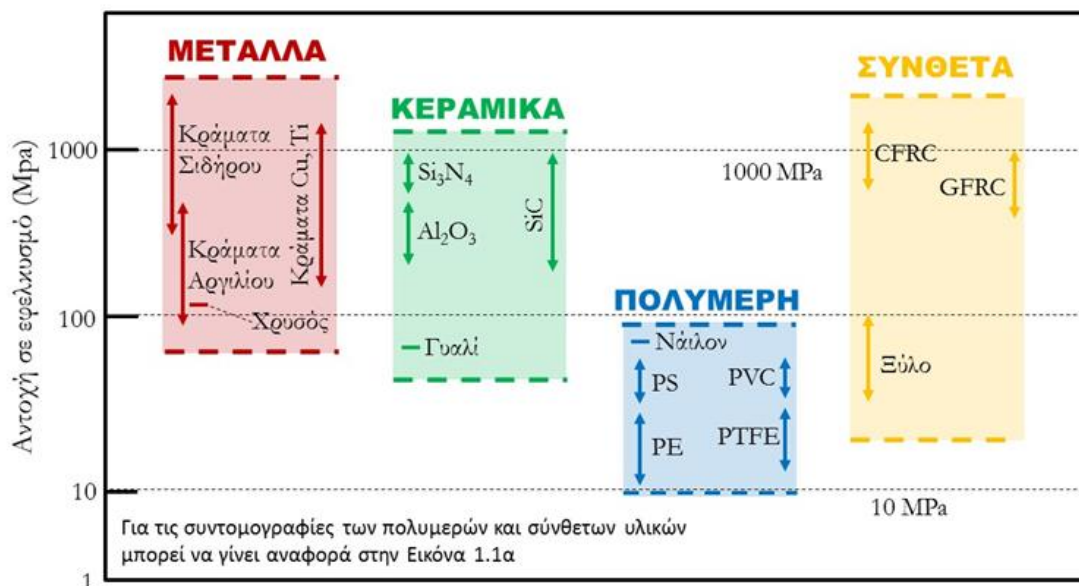
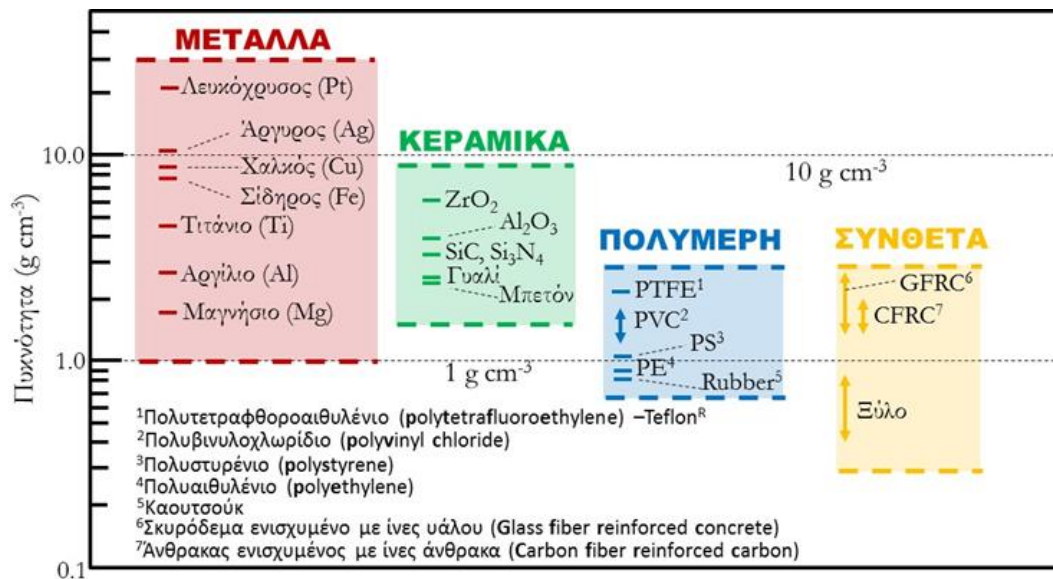
1.	ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	8
1.1	Γενικά.....	8
1.1.1	Μικροκυτταρικά Υλικά.....	10
1.1	Σκοπός της εργασίας.....	14
2.	ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ.....	15
2.1	Μέθοδοι παραγωγής ΣΜΑ.....	15
2.2	Κονιομεταλλουργία – Βασικά Στάδια.....	16
2.3	Διάβρωση ΣΜΑ.....	22
2.4	Τεχνικές χαρακτηρισμού: αρχές και διατάξεις.....	24
3.	ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ.....	32
3.1	Υλικά.....	32
3.2	Διαδικασία παραγωγής ΣΜΑΑκ.....	39
3.3	Υπολογισμοί πυκνοτήτων – πορώδους.....	41
4.	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ.....	47
4.1	Υπολογισμοί πυκνοτήτων – πορώδους.....	47
4.2	Χαρακτηρισμός μικροδομής.....	51
4.2.1	Οπτική Μικροσκοπία.....	51
4.2.2	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης.....	53
4.2.3	Επίδραση της ατμόσφαιρας έψησης.....	59
4.3	Αποτελέσματα δοκιμών σκληρότητας.....	60
4.4	Προτάσεις για περαιτέρω μελέτη.....	61
5.	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	63
6.	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	64

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1.1 Γενικά

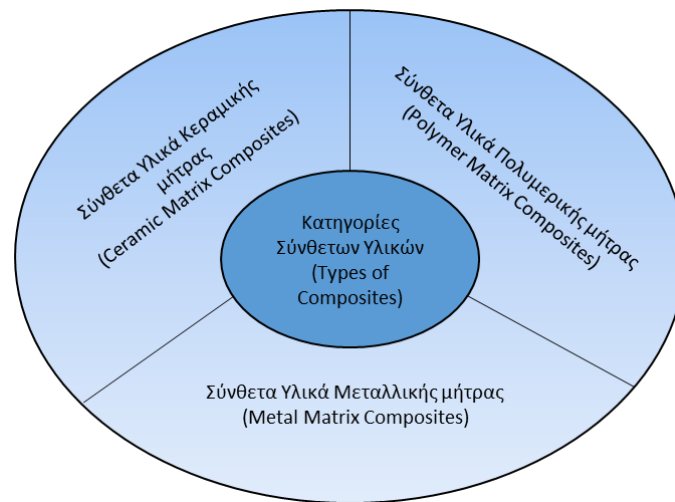
Από τους προϊστορικούς χρόνους το επίπεδο κατανόησης και εφαρμογής των υλικών καθόριζε τόσο το επίπεδο του τεχνολογικού πολιτισμού όσο και τη δυναμική εξέλιξης και ανάπτυξης των κοινωνιών. [1]. Έως σχετικά πρόσφατα οι παραδοσιακές οικογένειες υλικών ήταν τρεις: τα μέταλλα, τα κεραμικά και τα πολυμερή. Κάθε μια από αυτές χαρακτηριζόταν από συγκεκριμένα πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα έναντι κάποιας άλλης. Ενδεικτικά μπορεί να αναφερθεί η ολκιμότητα των μετάλλων έναντι της θερμικής και χημικής αδράνειας των κεραμικών και την ευελιξία των πολυμερών. Οι σύγχρονες τεχνολογικές απαιτήσεις οδήγησαν στη δημιουργία νέων υλικών, ώστε να επιτευχθεί ένας κατάλληλος συνδυασμός ιδιοτήτων καλύτερων από εκείνες τις οποίες βρίσκουμε σε οποιαδήποτε κράματα μετάλλων, κεραμικά και πολυμερή υλικά. Η αναγνώριση αυτής της νέας ιδέας, δηλαδή του συνδυασμού ανόμοιων υλικών με στόχο των συνδυασμό των πλεονεκτημάτων τους οδήγησε στην ταυτοποίηση των σύνθετων υλικών ως μια νέα κατηγορία υλικών, διαφορετική από τα οικεία μέταλλα, κεραμικά και πολυμερή. Ένας ορισμός που μπορεί να δοθεί είναι πως ένα σύνθετο υλικό θεωρείται κάθε πολυφασικό υλικό, το οποίο επιδεικνύει ένα μεγάλο ποσοστό από τις ιδιότητες και των δυο επιμέρους φάσεων, ούτως ώστε να επιτυγχάνεται καλύτερος συνδυασμός των ιδιοτήτων τους [2]. Στο σημείο αυτό αξίζει να αναφερθεί πως τα σύνθετα υλικά είναι τεχνητά υλικά σε αντίθεση με τα πολυφασικά υλικά που υπάρχουν στη φύση. Επιπρόσθετα οι δύο φάσεις πρέπει να αποτελούνται από χημικά ανόμοια υλικά και να διαχωρίζονται μεταξύ τους με διακριτή διεπιφάνεια.

Τα περισσότερα σύνθετα υλικά έχουν δημιουργηθεί για να βελτιωθούν οι συνδυασμοί των μηχανικών χαρακτηριστικών των υλικών όπως η δυσκαμψία, η δυσθραυστότητα αλλά και η μηχανική αντοχή τόσο σε θερμοκρασίες περιβάλλοντος όσο και σε υψηλές θερμοκρασίες. Στις Εικόνες 1.1α και 1.1β παρουσιάζονται ενδεικτικά οι περιοχές αντοχής σε εφελκυσμό και πυκνότητας για τις τρεις παραδοσιακές κατηγορίες υλικών σε αντιπαράθεση με τα σύνθετα. Από τη σύγκριση των δύο εικόνων εύκολα διαπιστώνεται πως η δυνατότητα ανάπτυξης ισχυρών (υψηλή αντοχή σε εφελκυσμό) και ταυτόχρονα ελαφριών (χαμηλή πυκνότητα) υλικών παρέχεται μόνο από τα σύνθετα υλικά τα οποία έτσι έχουν καταφέρει να διεισδύσουν σε μεγάλο πλήθος σύγχρονων εφαρμογών που συνδυάζουν καλή μηχανική αντοχή με μικρό βάρος (π.χ. αεροναυπηγική).

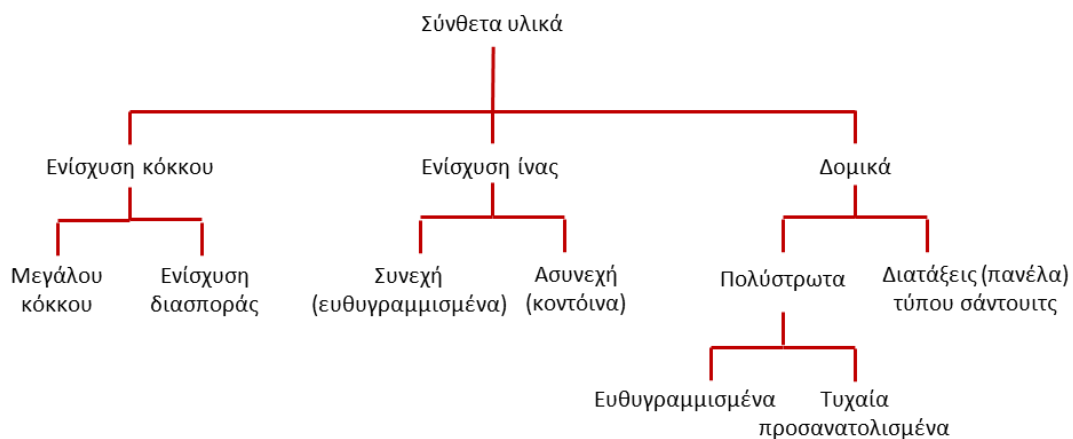


Εικόνα 1.1: Εικόνα 1.1: Σχηματική παράσταση πεδίων τιμών πυκνότητας (α) και αντοχών σε εφέλκυσμό (β) για μέταλλα, κεραμικά, πολυμερή και σύνθετα υλικά

Τα βασικά στοιχεία ενός σύνθετου υλικού είναι: α) το μητρικό υλικό π.χ. κάποιο πολυμερές, μέταλλο ή κεραμικό, β) η διεσπαρμένη φάση ή το ενισχυτικό υλικό/ά π.χ. συνεχείς ή ασυνεχείς ίνες ή σωματίδια [1]. Οι ιδιότητες των σύνθετων υλικών εξαρτώνται από τις ιδιότητες των επί μέρους φάσεων, τις ποσοστιαίες αναλογίες τους και τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά της διεσπαρμένης φάσης όπως το μέγεθος, η κατανομή μεγεθών και ο προσανατολισμός. Στην Εικόνα 1.2 δίνεται μια γενική κατηγοριοποίηση των σύνθετων υλικών σε σχέση με το υλικό της μήτρας και στην Εικόνα 1.3 σε σχέση με τα χαρακτηριστικά της διεσπαρμένης φάσης.



Εικόνα 1.2: Ταξινόμηση των σύνθετων υλικών σύμφωνα με το μητρικό υλικό



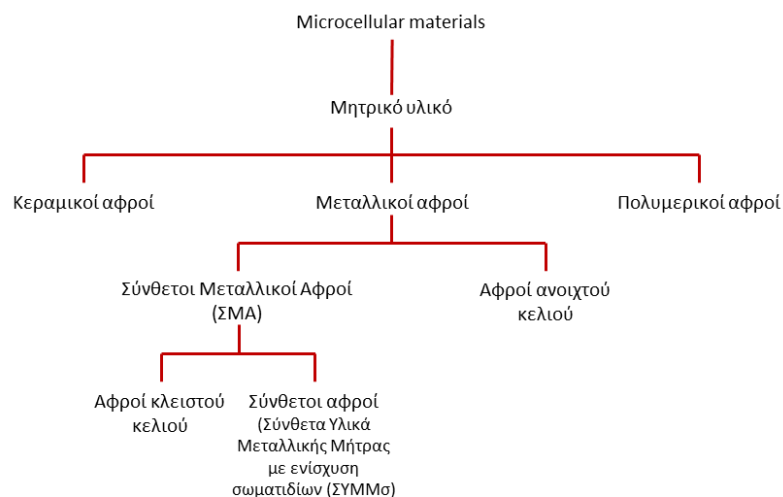
Εικόνα 1.3: Κατηγοριοποίηση σύνθετων υλικών όσον αφορά χαρακτηριστικά της διεσπαρμένης φάσης

1.1.1 Μικροκυτταρικά Υλικά

Μια ιδιαίτερα ενδιαφέρουσα κατηγορία σύγχρονων σύνθετων υλικών στην οποία διεξάγεται αρκετή επιστημονική έρευνα είναι τα λεγόμενα μικροκυτταρικά υλικά στα οποία εντάσσονται και οι μεταλλικοί αφροί. Τα μικροκυτταρικά υλικά και ειδικά οι μεταλλικοί αφροί προσέλκυσαν την προσοχή λόγω του προηγμένου συνδυασμού συγκεκριμένων ιδιοτήτων που προσφέρουν, σε σύγκριση με τα στερεά μέταλλα. Τέτοιες μοναδικές ιδιότητες είναι ο υψηλός λόγος αντοχής προς βάρος, υψηλή ικανότητα απορρόφησης ενέργειας, μεγάλη ειδική επιφάνεια, υψηλή διαπερατότητα αερίων και υγρών και χαμηλή θερμική αγωγιμότητα [3]. Βασικό πλεονέκτημα των αφρών αυτών είναι το πολύ μικρό (σχετικό) ειδικό τους βάρος σε σχέση με την επιθυμητή απόδοσή τους, μια ιδιότητα που τα καθιστά κατάλληλα για εφαρμογές όπου το βάρος αποτελεί μειονέκτημα (π.χ. αυτοκίνηση, αεροναυπηγική κλπ.). Οι

λεγόμενοι αφροί ή υπό μια ποιο ευρεία έννοια τα λεγόμενα πορώδη υλικά, που αποτελούν μια συνάθροιση πολυεδρικών κελιών όπου οι ακμές των κελιών συνδέονται μεταξύ τους με λεπτά στερεά φύλλα του ίδιου υλικού, μπορούν να χαρακτηριστούν βάσει του υλικού κατασκευής τους (μεταλλικοί, κεραμικοί, πολυμερικοί) και να ταξινομηθούν σε τρεις τάξεις: α) αφροί ανοιχτού κελιού, όπου οι πόροι είναι συνεχείς και «σπηλοειδούς» μορφής, β) αφροί κλειστού κελιού, όπου οι πόροι απομονώνονται από τους γειτονικούς τους με στερεά φάση και γ) σύνθετοι αφροί (πορώδη στερεά), όπου κοίλα στερεά σωματίδια εντός του μητρικού υλικού προσδίδουν το επιθυμητό πορώδες.

Σε παγκόσμιο επίπεδο, υπάρχει σημαντικός αριθμός συνεχιζόμενων ερευνητικών έργων που στοχεύουν σε φθηνότερη και πιο σταθερή παραγωγή μεταλλικών αφρών υψηλών προδιαγραφών, λόγω των συνεχώς αυξανόμενων εφαρμογών τους [3]. Στα πλαίσια αυτά βρίσκεται υπό ανάπτυξη μια νέα κατηγορία πορωδών μεταλλικών υλικών οι λεγόμενοι Σύνθετοι Μεταλλικοί Αφροί (ΣΜΑ) ή Συντακτικοί Μεταλλικοί Αφροί (Metal Matrix Syntactic Foams – MMSFs). Οι ΣΜΑ ανήκουν στην κατηγορία των μεταλλικών αφρών κλειστού κελιού όπως επίσης και στην κατηγορία των Σύνθετων Υλικών Μεταλλικής Μήτρας με ενίσχυση σωματιδίων (ΣΥΜΜσ). Όσον αφορά το μητρικό υλικό συνήθως χρησιμοποιούνται κράματα Αλουμινίου, Μαγνησίου, Σιδήρου, Τιτανίου, Ψευδαργύρου και Νικελίου. Στις περισσότερες εφαρμογές της μηχανικής, το Αλουμίνιο και τα κράματα του έχουν τον κύριο λόγο ως μητρικό υλικό, λόγω των εξαιρετικών μηχανικών τους ιδιοτήτων, της εξαιρετικής ολκιμότητας και της καλής αντοχής στη διάβρωση. Επιπλέον, δύο από τα κύρια χαρακτηριστικά των αφρών Αλουμινίου είναι η ανακυκλωσιμότητα και η μη τοξικότητα [3].

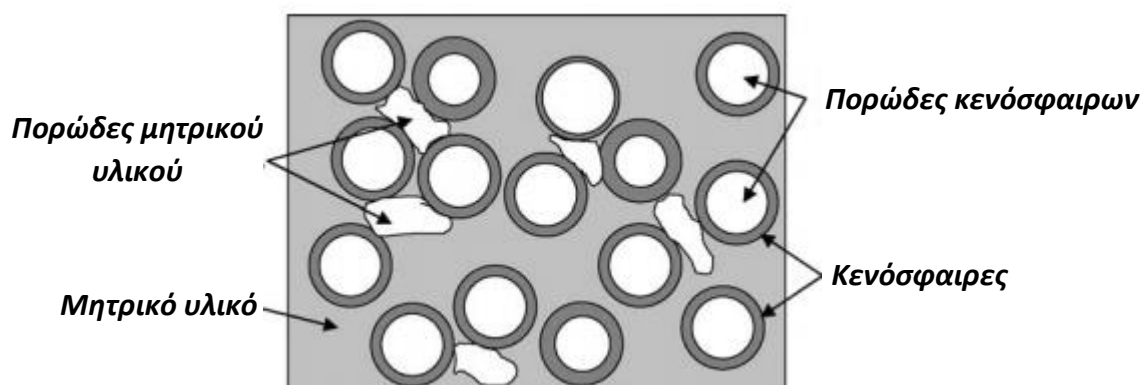


Εικόνα 1.4: Κατηγοριοποίηση των αφρών βάσει του υλικού κατασκευής τους και τη δομή των κελιών τους

Το επιθυμητό πορώδες προκύπτει από την ενσωμάτωση κεραμικών κενόσφαιρών σε συνεχή μεταλλική μήτρα με αποτέλεσμα τη δυνατότητα αυστηρού ελέγχου της μορφολογίας, κατανομής και ποσότητας αυτού (επίτευξη ομοιογένειας και ισοτροπικότητας). Κενόσφαιρες από μεταλλικό υλικό (π.χ. Χάλυβας, Αλουμίνιο) χρησιμοποιούνται σπάνια. Οι κεραμικές κενόσφαιρες, μπορούν να ταξινομηθούν σε δύο μεγάλες κατηγορίες: α) αυτές που παράγονται με τεχνητές διαδικασίες (π.χ. από Al_2O_3 , SiO_2 , SiC , Άνθρακας κλπ.) και β) κενόσφαιρες προερχόμενες από την ιπτάμενη τέφρα μεγάλων ηλεκτροπαραγωγικών μονάδων αποτελούμενες κυρίως από μικτά οξείδια Αργίλιου και Πυριτίου.

Δύο είδη πορώδους υπάρχουν στη δομή ενός ΣΜΑ όπως απεικονίζονται στην Εικόνα 1.5:

1. Το πορώδες εντός των κενόσφαιρών που είναι και το επιθυμητό. Εξαρτάται μόνο από το μέγεθος (διάμετρος, πάχος τοιχωμάτων) και το ποσοστό αυτών εντός του μητρικού υλικού.
2. Το πορώδες του μητρικού υλικού (ακούσιο πορώδες εμφανιζόμενο ανάμεσα στα όρια των σωματιδίων του μητρικού υλικού). Δημιουργείται κατά την διάρκεια της παραγωγικής διαδικασίας του ΣΜΑ όπου μπορεί να εγκλωβιστούν αέρια και είναι μη επιθυμητό διότι αλλοιώνει κυρίως τις υπολογιζόμενες μηχανικές ιδιότητες τους. Σε κάθε περίπτωση υφίστανται δυνατότητες ελαχιστοποίησης του.



Εικόνα 1.5: Σχηματική αναπαράσταση δομής και ειδών πορώδους σύνθετων μεταλλικών αφρών (ΣΜΑ)

Το αυξημένο ερευνητικό ενδιαφέρον για τους ΣΜΑ οφείλεται στους εξής αναφερόμενους συνοπτικά παράγοντες [4]:

- Η πυκνότητα και οι μηχανικές ιδιότητες τους μπορούν να ελεγχθούν με την κατάλληλη επιλογή των συνεργαζόμενων υλικών (είδος, μέγεθος, περιεκτικότητα).
- Οι ηλεκτρικές και μαγνητικές τους ιδιότητες μπορούν να ελεγχθούν.

- Μπορεί να επιτευχθεί απόσβεση μηχανικών και ακουστικών ταλαντώσεων.
- Με κατάλληλη θερμική επεξεργασία μπορεί να επιτευχθεί ένα εύρος μηχανικών ιδιοτήτων διατηρώντας την σύσταση τους.
- Με την προσθήκη επιπλέον πορώδους στο μητρικό υλικό μπορεί να δημιουργηθούν υβριδικοί ΣΜΑ.
- Με την προσθήκη μακρο - και νάνο- ενισχυτικών συστατικών στο μητρικό υλικό μπορεί να βελτιωθούν επιπλέον οι μηχανικές ιδιότητες των ΣΜΑ χωρίς να αλλάξει το πορώδες.
- Η αντοχή τους σε τριβή μπορεί να ελεγχθεί και ως εκ τούτου μπορεί να χρησιμοποιηθούν ως επικαλύψεις με αυξημένη αντοχή σε φθορά.

Η χρήση των Συνθετικών Μεταλλικών Αφρών εξαρτάται από τα βασικά τους χαρακτηριστικά, όπως η σχετική πυκνότητα, η δομή του κελιού, το πάχος τοιχώματος και η ομοιογενής κυτταρική μορφολογία. Γενικά, χρησιμοποιούνται σε συστήματα απόσβεσης κρουστικής ενέργειας σε οχήματα μεταφοράς (π.χ. τμήματα προφυλακτήρων πολιτικών οχημάτων για προστασία ενάντια σε συγκρούσεις ή/και συντριβές, τμήματα προστασίας στρατιωτικών οχημάτων, προστασία από νάρκες improvised explosive devices (IED)). Επίσης, χρησιμοποιούνται ως στοιχεία επίπλευσης σε θαλάσσιες κατασκευές (π.χ. τμήματα βαθυσκαφών) και σε εφαρμογές αεροναυπηγικής (π.χ. τμήματα πτερυγίων). Επιπλέον, μπορεί να χρησιμοποιηθούν σε εφαρμογές όπου η αντοχή σε φθορά είναι σημαντική, όπως στη παραγωγή δισκόφρενων οχημάτων, ως φίλτρα και εμφυτεύματα στην ιατρική, καθώς και από διάφορες κατασκευαστικές ή οικοδομικές βιομηχανίες [3]. Στην Εικόνα 1.6 γίνεται μια πιο σαφής απεικόνιση των εφαρμογών στις οποίες χρησιμοποιούνται οι Σύνθετοι Μεταλλικοί Αφροί.



Εικόνα 1.6: Διαφορετικές εφαρμογές των σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας Αλουμινίου στη βιομηχανία

1.1 Σκοπός της εργασίας

Τα υλικά μελέτης αυτής της διπλωματικής εργασίας είναι σύνθετα υλικά μεταλλικής μήτρας Αλουμινίου με προσθήκη κενοσφαιρών Μουλίτη. Σκοπός αυτής της διπλωματικής εργασίας είναι η μελέτη της επίδρασης των λειτουργικών παραμέτρων (όπως μέγεθος και ποσοστό κενόσφαιρων, πίεση συμπίεσης, θερμοκρασία και ατμόσφαιρα πύρωσης) στα μορφολογικά χαρακτηριστικά της μικροδομής, στη μηχανική συμπεριφορά των παραγόμενων, με τεχνική κονιομεταλλουργίας, δοκιμίων, με στόχο αφενός την κατανόηση των μηχανισμών επίδρασης, αφετέρου τη διεξαγωγή συμπερασμάτων για βέλτιστη διεργασία σύνθεσης. Επιπρόσθετα, η μελέτη των συγκεκριμένων σύνθετων υλικών παρουσιάζει ενδιαφέρον σε ένα μεγάλο εύρος τεχνολογικών εφαρμογών, μεταξύ των οποίων συστήματα απόσβεσης κρουστικής ενέργειας σε οχήματα μεταφοράς.

2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.1 Μέθοδοι παραγωγής ΣΜΑ

Οι μέθοδοι παραγωγής Συνθετικών Μεταλλικών Αφρών (ΣΜΑ), οι οποίοι είναι ευρέως γνωστοί και η χρήση τους τακτική και αποδοτική, είναι οι εξής: χύτευση με ανάδευση, διαποτισμός υπό πίεση και τεχνικές κονιομεταλλουργίας. Φυσικά, κάθε κατηγορία έχει τα πλεονεκτήματα και τα μειονεκτήματά της, ανάλογα με το διαχειριζόμενο σύστημα υλικών και με το απαιτούμενο τελικό αποτέλεσμα.

Οι τεχνικές της χύτευσης με ανάδευσης και διήθησης υπό πίεση είναι οι τυπικές μέθοδοι παραγωγής ΣΜΑ όπου το μητρικό υλικό βρίσκεται σε υγρή κατάσταση πριν την στερεοποίησή του [4].

Η τεχνική της ανάδευσης περιλαμβάνει την τήξη του μητρικού υλικού, διατηρούμενο σε θερμοκρασία μεγαλύτερη της θερμοκρασίας τήξης και την σταδιακή προσθήκη προθερμασμένων σωματιδίων κενόσφαιρας στο τήγμα σε μικρές ποσότητες, κατά τη διάρκεια μηχανικής ανάδευσης. Στη συνέχεια πραγματοποιείται η χύτευση του μίγματος κενόσφαιρων – τήγματος σε ένα επίσης προθερμασμένο καλούπι υπό την εφαρμογή ελαφράς πίεσης. Ένα από τα βασικότερα πλεονεκτήματα της μεθόδου αυτής αποτελεί η σχετική απλότητα στην εφαρμογή της, ενώ ιδιαίτερη προσοχή θα πρέπει να δίνεται στο ποσοστό θραυσμένων κενόσφαιρών κατά την ανάδευση, το οποίο ενδέχεται να αυξηθεί [4-5].

Στην περίπτωση της τεχνικής της διήθησης υπό πίεση για την παραγωγή συνθετικών αφρών Αλουμινίου, οι κενόσφαιρες εμποτίζονται με υγρό μητρικό υλικό (τήγμα) και στη συνέχεια με την εφαρμογή πίεσης επιχειρείται η διείσδυση του υγρού στον κενό χώρο μεταξύ των σφαιρών. Με την ελαχιστοποίηση του επιπέδου του κενού, του ρυθμού θέρμανσης και της θερμοκρασίας διήθησης, παρατηρήθηκε πως μπορούμε να προβούμε στην παραγωγή αφρών με πολύ χαμηλά επίπεδα ανεπιθύμητου πορώδους. Ωστόσο σημαντικό παράγοντα στη χρήση αυτής της μεθόδου αποτελεί η πολυπλοκότητα του εξοπλισμού παραγωγής, καθώς και τα παρατηρούμενα αυξημένα ποσοστά θραυσμένων κενόσφαιρών κατά τη διαδικασία [4,6].

Στη παρούσα μελέτη και για τις ανάγκες αυτής της διπλωματικής εργασίας χρησιμοποιήθηκε η τεχνική της κονιομεταλλουργίας. Κατά τη διαδικασία αυτή, η μεταλλική σκόνη των κραμάτων (μητρική φάση) αναμιγνύεται με διάφορα είδη σωματιδίων (ενισχυτική φάση) και σε διάφορες περιεκτικότητες. Με τον τρόπο αυτόν παράγονται και τα Σύνθετα Υλικά Μεταλλικής Μήτρας με ενίσχυση σωματιδίων.

2.2 Κονιομεταλλουργία – Βασικά Στάδια

Η τεχνική της κονιομεταλλουργίας είναι μια ευρέως χρησιμοποιούμενη τεχνική παραγωγής σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας. Εκτεταμένη επιστημονική έρευνα έχει αποφέρει ικανοποιητική γνώση για τα διάφορα στάδια της τεχνολογίας και για την επίδρασή τους στις τελικές ιδιότητες των παραγόμενων προϊόντων. Παρόλα αυτά οι μελέτες της τεχνικής αυτής σχετικά με την παραγωγή σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας και συγκεκριμένα στην παραγωγή σύνθετων μεταλλικών αφρών ενισχυμένων με κεραμικές κενόσφαιρες, εμφανίζονται κάπως περιορισμένες στη διεθνή βιβλιογραφία παρά τα οικονομικά οφέλη που παρέχει από τη φύση της. Περαιτέρω έρευνα και κατανόηση των φαινομένων που παρατηρούνται κατά τη διεργασία θα οδηγήσει σε σημαντική βελτίωση των ιδιοτήτων των παραγόμενων δοκιμίων. Για τους παραπάνω λόγους στη συγκεκριμένη διπλωματική εργασία η σύνθεση των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε με την τεχνική της κονιομεταλλουργίας [7].

Όπως προαναφέρθηκε, η κονιομεταλλουργία αποτελεί μία από τις εφαρμοζόμενες μεθόδους παραγωγής Σύνθετων Υλικών Μεταλλικής Μήτρας με ενίσχυση σωματιδίων. Είναι μία η τεχνική που μελετάται εκτενώς και σε εντατική βάση, προσπαθώντας να αντληθούν όσο και περισσότερες χρήσιμες πληροφορίες για τα οφέλη που μας προσδίδει. Με τη χρήση της μεθόδου αυτής διαπεραιώθηκε και η παρούσα εργασία. Πραγματοποιήθηκε έρευνα προς όλες τις κατευθύνσεις, για την όσο το δυνατόν μεγαλύτερη εξοικείωση και κατανόηση της.

Γενικότερα, τα βασικά στάδια των τεχνικών κονιομεταλλουργίας παραγωγής ΣΥΜΜσ, τα οποία και ακολουθήθηκαν με ακρίβεια καθ' όλη τη διάρκεια της πειραματικής διαδικασίας, είναι τα εξής:

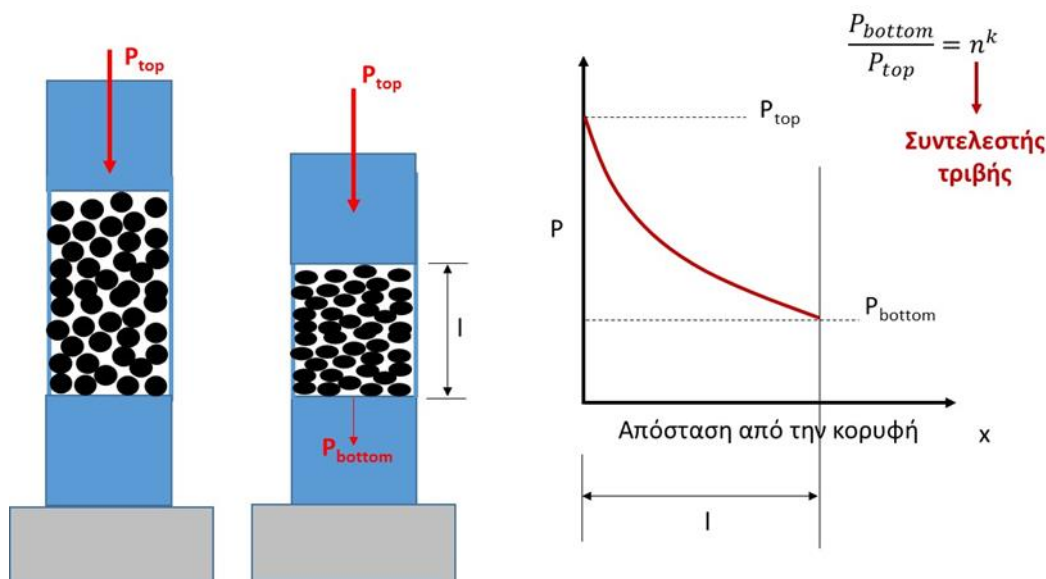
- Ανάμιξη κόνεων – ενισχυτικών σωματιδίων

Σε αυτό το στάδιο, πραγματοποιείται η ανάμιξη των δύο ή περισσότερων συστατικών. Αυτή, γίνεται στις απαιτούμενες ποσότητες και αναλογίες κόνεων – ενισχυτικών σωματιδίων, οι οποίες προφανώς μπορούν να ποικίλουν. Ορισμένες φορές μπορεί να χρειαστεί και η προσθήκη κάποιου ρευστού σε πολύ μικρό ποσοστό, συνήθως απιονισμένο νερό ή Αιθυλενογλυκόλη (ελαφρώς πιο παχύρευστο), με στόχο τη μείωση των δυνάμεων τριβής μεταξύ των σωματιδίων και την επίτευξη πιο επιτυχημένης ανάμιξης. Σκοπός της διεργασίας είναι η δημιουργία ενός κατά το δυνατόν ομογενοποιημένου μίγματος σωματιδίων – κενόσφαιρών.

- Συμπύεση συνεργαζόμενων μερών

Σε αυτό το στάδιο, το ομογενοποιημένο μίγμα σωματιδίων-κενοσφαιρών συμπιέζεται στο εσωτερικό μεταλλικών καλουπιών, των οποίων το μέγεθος και σχήμα ορίζεται με γνώμονα την επιθυμητή γεωμετρία του δοκιμίου. Η συμπύεση

μπορεί να πραγματοποιηθεί παρουσία ή απουσία θέρμανσης. Ιδιαίτερη προσοχή θα πρέπει να δίνεται στις εφαρμοζόμενες πιέσεις, καθώς θέλουμε να αποφύγουμε την αύξηση του ποσοστού των θραυσμένων κενόσφαιρων στο στάδιο της συμπίεσης. Κατά τη διαδικασία αυτή, παράγεται το λεγόμενο πορώδες συσσωμάτωμα. Στόχος είναι η παραγωγή ενός ομογενοποιημένου δοκιμίου με, κατά το δυνατόν, ομοιόμορφη κατανομή πορώδους (πυκνότητας). Η πιο δημοφιλής και διαδεδομένη σε παραγωγικές διαδικασίες τεχνική μορφοποίησης κόνεων είναι η μονοαξονική συμπίεση, η οποία χαρακτηρίζεται εν γένει από σχετικά χαμηλό κόστος. Απαιτεί σκόνης με πολύ καλά ρεολογικά χαρακτηριστικά ώστε η πλήρωση όλων των σημείων του, ενδεχομένως πολύπλοκου, σχήματος της μήτρας να καταλαμβάνεται με ομογενοποιημένο τρόπο από σκόνη. Ενδείκνυται δε, για σχήματα χωρίς μεγάλο μήκος κατά μήκος του άξονα συμπίεσης. Σε τεχνικές μονοαξονικής συμπίεσης, όπως περιγράφεται στην Εικόνα 2.1, η πτώση πίεσης που παρατηρείται κατά μήκος του δοκιμίου ενδέχεται να οδηγήσει στη δημιουργία βαθμίδων πυκνότητας εντός του δοκιμίου. Αυτό το φαινόμενο είναι ανεπιθύμητο γιατί μπορεί να οδηγήσει σε τοπικά διαφορετικούς ρυθμούς πύρωσης και πυκνοποίησης με αποτέλεσμα είτε την γεωμετρική παραμόρφωση των δοκιμίων ή ακόμη και την εμφάνιση ρωγμών. Το φαινόμενο είναι εντονότερο σε δοκίμια με μεγάλο μήκος κατά μήκος του άξονα συμπίεσης για τα οποία προτιμώνται άλλες τεχνικές μορφοποίησης (π.χ. εξώθηση ή εξώλκηση).

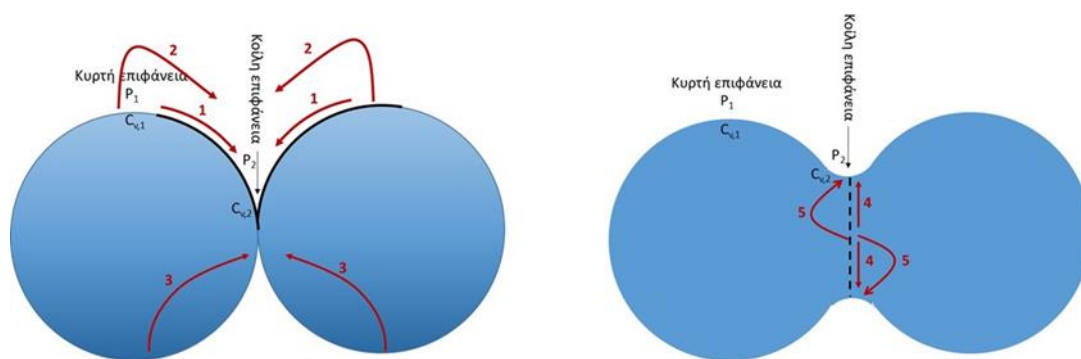


Εικόνα 2.1: Σχηματική απεικόνιση της πτώσης πίεσης κατά μήκος του άξονα συμπίεσης του δοκιμίου που μπορεί να οδηγήσει σε ανομοιογενή κατανομή πυκνότητας

- Πυροσυσσωμάτωση

Η πυροσυσσωμάτωση είναι η διεργασία κατά τη οποία ένα δοκίμιο συμπιεσμένης σκόνης σωματιδίων μετατρέπεται σε ένα ανθεκτικό στερεό υψηλής πυκνότητας και

ο όρος πυροσυσσωμάτωση περιλαμβάνει όλα τα φυσικά φαινόμενα που λαμβάνουν χώρα και ελέγχουν αυτή τη μετατροπή. Πρόκειται για μια ιδιαίτερα περίπλοκη διεργασία, μεταξύ των άλλων και λόγω των πολλών διακριτών φαινομένων ή διεργασιών που λαμβάνουν χώρα ταυτόχρονα [8]. Από θερμοδυναμική άποψη η πυροσυσσωμάτωση λαμβάνει χώρα ώστε να μειωθεί η επιφανειακή ενέργεια του συστήματος. Αυτό γίνεται με μείωση του πορώδους (διεπιφάνεια υλικού-αέρα) καθώς και με μείωση της επιφάνειας των ορίων των κόκκων. Οι οδηγούσες δυνάμεις για να λάβει χώρα μεταφορά μάζας αναπτύσσονται στη βάση του γεγονότος πως το χημικό δυναμικό μιας κοίλης επιφάνειας είναι μικρότερο από το χημικό δυναμικό μιας κυρτής επιφάνειας (εξίσωση Kelvin). Άμεση συνέπεια αυτού του γεγονότος είναι να αναπτύσσονται τόσο διαφορετικές τάσεις ατμών όσο και διαφορετικές συγκεντρώσεις σημειακών ατελειών μεταξύ κοίλων και κυρτών επιφανειών. Σε κάθε περίπτωση οι βαθμίδες είναι τέτοιες ώστε η μάζα να μεταφέρεται από τις κυρτές στις κοίλες επιφάνειες. Ουσιαστικά, σε αυτό το στάδιο, το πορώδες συσσωμάτωμα θερμαίνεται σε θερμοκρασίες πολύ κοντινές της θερμοκρασίας τήξης του μητρικού υλικού. Η θέρμανση αυτή μπορεί να πραγματοποιηθεί με ή χωρίς πίεση και με ή χωρίς την παρουσία κάπου αδρανούς αερίου, όπως Αργού (Ar) ή Αζώτου (N).



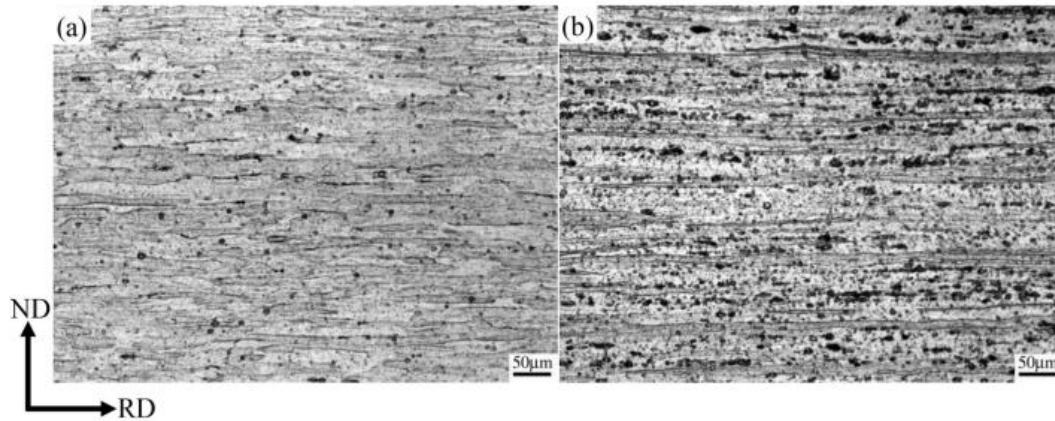
Εικόνα 2.2: Σχηματική απεικόνιση των κύριων μηχανισμών μεταφοράς μάζας που ενεργοποιούνται κατά την πυροσυσσωμάτωση: 1) επιφανειακή διάχυση 2) διάχυση αέριας φάσης 3,5) διάχυση όγκου, 4) διάχυση ορίων των κόκκων. Όλοι τείνουν να μεταφέρουν μάζα από τις περιοχές υψηλού χημικού δυναμικού (κυρτές επιφάνειες) σε περιοχές χαμηλού χημικού δυναμικού (κοίλες επιφάνειες)

Σχετικά εκτεταμένη έρευνα έχει δημοσιευθεί στη διεθνή βιβλιογραφία, σε πολλές κατηγορίες υλικών, όπου η διεργασία της πυροσυσσωμάτωσης δεν λαμβάνει χώρα συμβατικά αλλά μέσω μικροκυμάτων. Τα αποτελέσματα ποικίλλουν κατά περίπτωση έτσι ώστε να μην μπορεί να διατυπωθεί γενικής ισχύος συμπέρασμα για το αν τα μικροκύματα αποτελούν μια καλύτερη τεχνική σε σχέση με τη συμβατική. Σε κάθε περίπτωση τα μορφολογικά χαρακτηριστικά της μικροδομής (κατά συνέπεια και οι ιδιότητες που σχετίζονται άμεσα με αυτά) είναι διαφορετικά μεταξύ πυροσυσσωμάτωσης μικροκυμάτων και συμβατικής.

Μια ενδιαφέρουσα μελέτη που αφορά στην παραγωγή σύνθετων υλικών με μεταλλική μήτρα Αλουμινίου και ενίσχυση κενοσφαιρών κάνοντας χρήση ηλεκτρομαγνητικών κυμάτων – μικροκυμάτων, δημοσιεύθηκε από τους Kumar κ.α. [9]. Από τα αποτελέσματα που προέκυψαν διαπιστώθηκε πως τα συσσωματωμένα δείγματα σε μικροκύματα έχουν καλύτερες θερμικές ιδιότητες από αυτά που πυροσυσσωματώνονται συμβατικά. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στη λεπτή μικροδομή και στις επιμέρους φάσεις που διαμορφώνονται στο συντετηγμένο προϊόν σε περιβάλλον μικροκυμάτων, τα οποία ενισχύουν τις ιδιότητες του σύνθετου υλικού. Η πυροσυσσωμάτωση στα μικροκύματα, επίσης, συμβάλλει στην επίτευξη ιδιοτήτων όπως η υψηλή αντοχή σε σύνθλιψη και η μείωση του πορώδους. Ωστόσο, καθ' όλη τη διάρκεια της διαδικασίας, για την επίτευξη των επιθυμητών ιδιοτήτων, θερμικών και μη, η ποσότητα των κενοσφαιρών που προστίθενται στη μήτρα χρειάζεται να βελτιστοποιείται συνεχώς.

Παρόμοιες έρευνες έχουν επίσης πραγματοποιηθεί, με παραλλαγές όπως το μητρικό υλικό ή την ενισχυτική φάση η οποία προστίθεται σε αυτό. Τα συμπεράσματα που προκύπτουν ωστόσο συνδέονται μεταξύ τους και μπορούν να φανούν χρήσιμα σε κάθε περίπτωση. Ενδιαφέρουσα μελέτη έγινε από τους Mondal κ.α. [10], οι οποίοι διερεύνησαν την παραγωγή Σύνθετων Μεταλλικών Αφρών Τιτανίου με προσθήκη κενοσφαιρών, σε ανάλογες περιεκτικότητες, με την τεχνική της κονιομεταλλουργίας. Η έρευνα επικεντρώθηκε κυρίως γύρω από τις μηχανικές ιδιότητες αυτών (αντοχή σε σύνθλιψη, συντελεστής ελαστικότητας κλπ.). Ωστόσο προέκυψαν χρήσιμα συμπεράσματα σχετικά με την αντοχή σε σύνθλιψη των κενοσφαιρών, καθώς και με το βέλτιστο πορώδες που μπορεί να σχηματιστεί στους αφρούς κάτω από συγκεκριμένη ασκούμενη πίεση. Τέλος, προτάθηκε μαθηματική σχέση, η οποία συνδυάζει το όριο διαρροής των ΣΜΑ Τιτανίου με τις πυκνότητες των επιμέρους συστατικών (μητρικό υλικό, κενόσφαιρες).

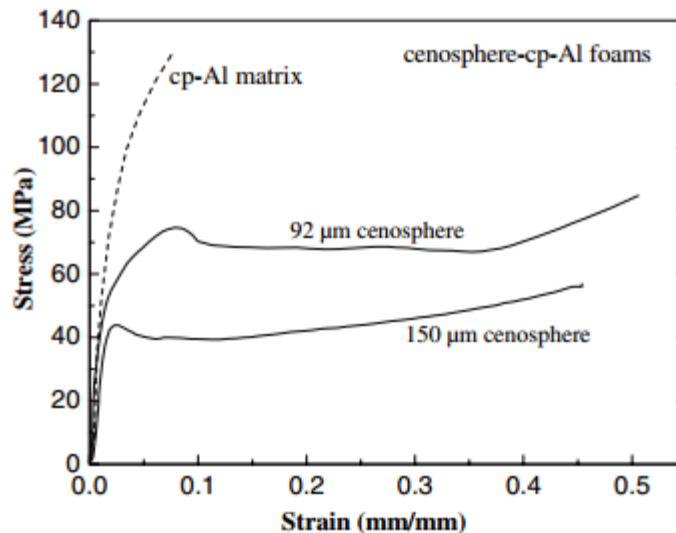
Όσον αφορά το μητρικό υλικό των ΣΜΑΑκ, δηλαδή το Αλουμίνιο, έχουν πραγματοποιηθεί έρευνες σχετικά με τη σχέση που αναπτύσσεται μεταξύ του μεγέθους των κόκκων και των μηχανικών ιδιοτήτων του Αλουμινίου, με διαφορετικές κατανομές ενισχυτικών σωματιδίων. Αυτή των Xiaofeng Wang κ.α. [11], τονίζει πως το μέγεθος των κόκκων παίζει σημαντικό ρόλο στη διαμόρφωση της υφής του υλικού. Η διαμόρφωση αυτή δεν εξαρτάται από την ύπαρξη ή μη, σωματιδίων, ωστόσο αυτά θα μπορούσαν να καθυστερήσουν τον μετασχηματισμό της υφής. Για Αλουμίνιο υψηλής καθαρότητας και χωρίς την προσθήκη σωματιδίων, είναι εύκολο να επιτευχθεί αύξηση του μεγέθους των κόκκων. Σε αυτήν την περίπτωση βέβαια, υπάρχει μείωση της σκληρότητας και της αντοχής σε εφελκυσμό, λόγω της χονδροειδούς δομής των κόκκων. Για κράματα Αλουμινίου (Al-Mg-Si-Cu) με μεγάλα ποσοστά ενισχυτικών σωματιδίων, γίνεται δύσκολη η αύξηση του μεγέθους των κόκκων. Το αποτέλεσμα που προκύπτει είναι η σκληρότητα αρχικά να αυξάνεται μέχρι ένα σημείο από όπου και παραμένει σταθερή.



Εικόνα 2.3: Μικροδομή των υλικών (a) υψηλής καθαρότητας Αλουμινίου, (b) κράματος Al-Mg-Si-Cu

Γενικότερα παρατηρήθηκε πως με την αύξηση της θερμοκρασίας ανόπτησης, προκύπτει μείωση της σκληρότητας και της αντοχής σε εφελκυσμό, η οποία αποδίδεται στην αύξηση του μεγέθους των κόκκων. Στην περίπτωση που χρησιμοποιούμε κόκκους κάποιου κράματος (Al-Mg-Si-Cu), το μέγεθός τους έχει μικρή επίδραση στην σκληρότητα του υλικού. Ο κύριος μηχανισμός ενίσχυσης είναι η σκλήρυνση με κατακρήμνιση.

Τα τελευταία χρόνια, μια νέα μέθοδος έχει καθιερωθεί για την πρόβλεψη της αντοχής σε σύνθλιψη των συνθετικών αφρών Αλουμινίου – κενοσφαιρών, δείχνοντας τη σχέση μεταξύ του πάχους του τοιχώματος της κενόσφαιρας και την αντοχή σε σύνθλιψη των αντίστοιχων αφρών. Σύμφωνα με τη μελέτη των G.H. Wu, Z.Y. Dou κ.α. [12], οι συνθετικοί αυτοί αφροί μπορούν να παραμορφωθούν πλαστικά σε σχετικά υψηλότερες πιέσεις (45-75 MPa), ενώ ταυτόχρονα η ικανότητα απορρόφησης ενέργειας μπορεί να φτάσει έως και τα 20-35 MJ m⁻³. Κάτω από τις συνθήκες της χύτευσης υπό πίεση, για την παρασκευή των συνθετικών αφρών χρησιμοποιήθηκαν κενόσφαιρες μέσου μεγέθους 90 μm και 150 μm καθώς και υψηλής καθαρότητας Αλουμίνιο, όπως φαίνεται και στο διάγραμμα της Εικόνας 2.4.



Εικόνα 2.4:: Απόκριση των Σύνθετων Μεταλλικών Αφρών Αλουμινίου με ενίσχυση κενοσφαιρών στη συμπίεση [12]

Με τη βοήθεια του διαγράμματος της Εικόνας 1.6, προέκυψαν τα εξής συμπεράσματα: η απότομη πτώση της καμπύλης πίεσης/παραμόρφωσης αντιστοιχεί στην έναρξη της σύνθλιψης των κενοσφαιρών, οι περιοχές όπου η καμπύλη παραμένει σταθερή σε μια ευθεία αντιστοιχούν στις περιοχές όπου το μικροπορώδες στο εσωτερικό των κενοσφαιρών πυκνώνει πλαστικά και πως στο τέλος η καμπύλη σταδιακά αυξάνει, γεγονός που δηλώνει την ολοκλήρωση της πύκνωσης αυτής.

Μια έρευνα που πραγματοποιήθηκε από τους Y. M. Chordiya και M. D. Goel [13], εξέτασε τη συμπεριφορά των ΣΜΑΑκ κατά τις δοκιμές κρούσης χαμηλής ταχύτητας. Οι δοκιμές αυτές έγιναν μέσω της ελεύθερης πτώσης κάποιου βάρους προς τους αφρούς, μελετώντας στη συνέχεια τη συμπεριφορά τους, καθώς και το αποτύπωμα που επέφερε η πτώση αυτή. Παρόμοια τεστ έχουν πραγματοποιηθεί σε πλήθος διαφόρων υλικών που έχουν υποστεί χαμηλή ή υψηλή καταπόνηση, με σκοπό να προκύψουν συμπεράσματα για τη συμπεριφορά τους κατά την κρούση. Επίσης, εξετάστηκε και η ικανότητα απορρόφησης ενέργειας των ΣΜΑΑκ κατά την κρούση, μια ιδιότητα που αποτελεί βασικό πυλώνα των υλικών αυτών και της καθημερινής τους εξέλιξης. Με βάση τη μελέτη αυτή λοιπόν, εξάχθηκαν χρήσιμα συμπεράσματα, όπως το ότι με την αύξηση του ύψους πτώσης, παρατηρείται επίσης αύξηση της παραμόρφωσης και της αντίδρασης της δύναμης κρούσης. Αυτό, ισχύει για όλα τα είδη των σύνθετων αφρών που εξετάστηκαν. Επίσης, με την αύξηση της ταχύτητας πτώσης, προκύπτει αύξηση της απορρόφησης ενέργειας του σύνθετου αφρού. Γενικότερα, ο χρόνος που απαιτείται για τη μέγιστη παραμόρφωση είναι ίδιος για όλα τα είδη αφρών που εξετάστηκαν και ο λόγος του απαιτούμενου χρόνου για μηδενική δύναμη προς αυτόν που απαιτείται για τη μέγιστη δύναμη, είναι 1,6, 1,87 και 2, για θρυμματισμένους αφρούς, Deshrande-Fleck αφρούς και είδη αφρών γραμμικής πλαστικότητας αντίστοιχα.

Τα σύνθετα υλικά Αλουμινίου είναι φυσικά γνωστό πως διαθέτουν υψηλότερη ειδική αντοχή σε σκληρότητα, υψηλή ακαμψία και χαμηλό συντελεστή θερμικής διαστολής, όταν αυτά ενισχύονται με τα κατάλληλα σωματίδια. Επομένως, πέρα από το μητρικό υλικό, οι κενόσφαιρες συμβάλλουν σημαντικά στις όποιες μεταβολές στις αρχικές μηχανικές ιδιότητες του υλικού. Το μέγεθός τους, το πάχος των τειχών τους, προσδίδουν στο σύνθετο υλικό πρόσθετες ιδιότητες, όπως μεγαλύτερη διαστατική σταθερότητα στις υψηλές θερμοκρασίες [9]. Έχουν αναφερθεί ήδη δύο είδη κενόσφαιρών: αυτές που παράγονται τεχνητά και αυτές που προέρχονται από την ιπτάμενη τέφρα. Στην παρούσα έρευνα επιλέχθηκαν τεχνητά παραγόμενες κενόσφαιρες Μουλίτη. Ο Μουλίτης ουσιαστικά είναι η μοναδική σταθερή φάση στο σύστημα του οξειδίου του Αργιλίου (Al_2O_3) – διοξειδίου του Πυριτίου (SiO_2), σε ατμοσφαιρική πίεση. Καθώς οι φυσικές και μηχανικές ιδιότητες των κενόσφαιρών δεν μπορούν να θεωρηθούν δεδομένες, ώστε να μπορέσουν να πραγματοποιηθούν ολοκληρωμένες αναλύσεις, πραγματοποιήθηκε η μικροσκοπική τους ανάλυση με σκοπό να γίνουν διακριτά τα γεωμετρικά τους χαρακτηριστικά. Μέσω των αποτελεσμάτων των αναλύσεων, όσον αφορά τις χρησιμοποιούμενες κενόσφαιρες, έγινε εφικτή η διευκρίνιση σημείων που αφορούν κυρίως τους μηχανισμούς στερεοποίησης των ΣΜΑΑκ.

2.3 Διάβρωση ΣΜΑ

Όπως έχει ήδη αναφερθεί σε προηγούμενες παραγράφους, τα Σύνθετα Υλικά Μήτρας Αλουμινίου χρησιμοποιούνται σε μεγάλο εύρος εφαρμογών και σε πολλούς τομείς, όπως η αεροναυπηγική, η αυτοκινητοβιομηχανία και άλλες. Οι πιο σημαντικοί λόγοι, για τους οποίους η χρήση των υλικών αυτών είναι ευρεία και τόσο συνηθισμένη στους τομείς αυτούς, είναι το κόστος και οι εξαιρετικές φυσικές, μηχανικές, χημικές και θερμικές ιδιότητες που κατέχουν. Ωστόσο, μια εξίσου σημαντική ιδιότητα που προσδίδεται σε αυτούς τους Σύνθετους Μεταλλικούς Αφρούς, είναι η ανθεκτικότητα στη διάβρωση. Το Αλουμίνιο γενικότερα, από θερμοδυναμική άποψη, θεωρείται ένα δραστικό μέταλλο, για αυτό και σχηματίζει ένα πυκνό στρώμα οξειδίου κατά τη διάρκεια έκθεσής του σε περιβάλλον αέρα ή νερού. Αυτό το στρώμα αποτρέπει το μέταλλο από το να υποστεί διάβρωση [14]. Μια ευρέως χρησιμοποιούμενη τεχνική για την προσαρμογή και βελτίωση των ιδιοτήτων της επιφάνειας, είναι η χρήση τεχνολογιών επικάλυψης για την απόκτηση προστατευτικών επιφανειακών στρωμάτων [15].

Μετά από μια πιο εστιασμένη έρευνα, προέκυψε η ένδειξη ότι τα ΣΥΜΑ είναι πιθανό να διαβρωθούν σε τοπικό επίπεδο, σε περιοχές όπου είναι ισχυρή η παρουσία ιόντων Cl^- [16]. Ο τοπικός χαρακτήρας της διάβρωσης αυτής, εξαρτάται από την σύσταση του σύνθετου υλικού (το είδος ή τα είδη της διεσπαρμένης φάσης, οι περιεκτικότητες στις οποίες αυτή προστίθεται), καθώς και από την μικροδομή του ΣΥΜΑ (κατανομή σωματιδίων, ύπαρξη πόρων κ.α.).

Γενικά, οι πιθανοί μηχανισμοί διάβρωσης οι οποίοι μπορούν να λάβουν χώρα, περιλαμβάνουν:

- την ύπαρξη μικρογαλβανικών φαινομένων μεταξύ μητρικού και ενισχυτικού υλικού ή/και άλλων φάσεων,
- την διάλυση οποιουδήποτε προστατευτικού στρώματος οξειδίων λόγω μικροδιαχωρισμού φάσεων σε επίπεδο μητρικού υλικού ή λόγω ύπαρξης επιφανειακών μικροτρημάτων και
- τον συνδυασμών των άνω [15,16].

Όσον αφορά τους ΣΜΑΑκ, η έρευνα εστίασε επίσης γύρω από τη διαβρωτική τους συμπεριφορά και πιθανούς τρόπους προστασίας τους. Όπως προκύπτει μετά από πειράματα, με την αύξηση του ποσοστού της περιεκτικότητας σε ενισχυτικό υλικό, επέρχεται αύξηση της σκληρότητας και μείωση της πυκνότητας του αφρού. Το ίδιο συμβαίνει και με την αντοχή στη διάβρωση, η οποία επίσης αυξάνεται με την αύξηση της διεσπαρμένης φάσης μέσα στο υλικό. Μάλιστα, σύμφωνα και με μια μελέτη που πραγματοποιήθηκε το 2017 από τους V. Ravi kumar, C. R. Prakash Rao, Poornachandra και R. Suresh, μετά την εφαρμογή αιωρήματος αλατιού (σπρέι) στον σύνθετο αφρό μήτρας Αλουμινίου για την εξέταση της αντοχής του στη διάβρωση, προέκυψε πως αυτή αυξάνει καθώς αυξάνει και το ποσοστό των κενοσφαιρών που προστίθενται στο υλικό, χωρίς ωστόσο να εξηγηθεί αυτή η συμπεριφορά. Επίσης, σε μεγαλύτερη διάρκεια υποβολής του υλικού στο αιώρημα αλατιού, σημειώθηκε, όπως ήταν αναμενόμενο, και μεγαλύτερος ρυθμός διάβρωσης [17].

Μία εξίσου ενδιαφέρουσα έρευνα είναι αυτή των Ferreira, S.C., Velhinho, A., Silva, R.J.C. and Rocha, L.A., [18] οι οποίοι μελέτησαν τη διαβρωτική συμπεριφορά ΣΜΑΑκ παραγόμενων με την τεχνική της φυγοκεντρικής χύτευσης. Στόχος ήταν οι ιδιότητες (π.χ. πορώδες) του παραγόμενου σύνθετου υλικού να διαφέρουν τουλάχιστον κατά μήκος μιας διάστασης (functionally graded material). Ως μητρικό υλικό χρησιμοποιήθηκε το κράμα Αλουμινίου A356 (Al – 7Si – 0.3 Mg) και ως ενίσχυση προστέθηκαν κενόσφαιρες $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$, σε συνολική ποσότητα 10% κ.ο.. Με τη χρήση οπτικού και ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (scanning electron microscope – SEM), έγιναν οπτικοί έλεγχοι διαφόρων περιοχών με διαφορετικά ποσοστά κενοσφαιρών. Οι ηλεκτροχημικές μετρήσεις των περιοχών με διαφορετικά ποσοστά κενοσφαιρών διεξήχθησαν με ηλεκτρολυτικό κελί τριών ηλεκτροδίων σε υδατικό διάλυμα 3.5 % κ.β. NaCl και σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ($\approx 25^\circ\text{C}$). Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι, σε γενικές γραμμές, η διάβρωση εντείνεται όσο το ποσοστό των κενοσφαιρών αυξάνεται στον Σύνθετο Μεταλλικό Αφρό, λόγω της αύξησης του αριθμού των αναβαθμισμένων ενεργειακά περιοχών (όρια σωματιδίων - μητρικού υλικού, όρια κενοσφαιρών ή θραυσμάτων αυτών - μητρικού υλικού). Επίσης, η αντοχή στη διάβρωση της εσωτερικής κυρίως ζώνης βελτιώνεται καθώς ο χρόνος εμβάπτισης αυξάνεται, γεγονός που ίσως οφείλεται σε πιθανούς φραγμούς στην πρόοδο της ενδοκοκκικής διάβρωσης, οι οποίοι δημιουργούνται από την παρουσία των κενοσφαιρών.

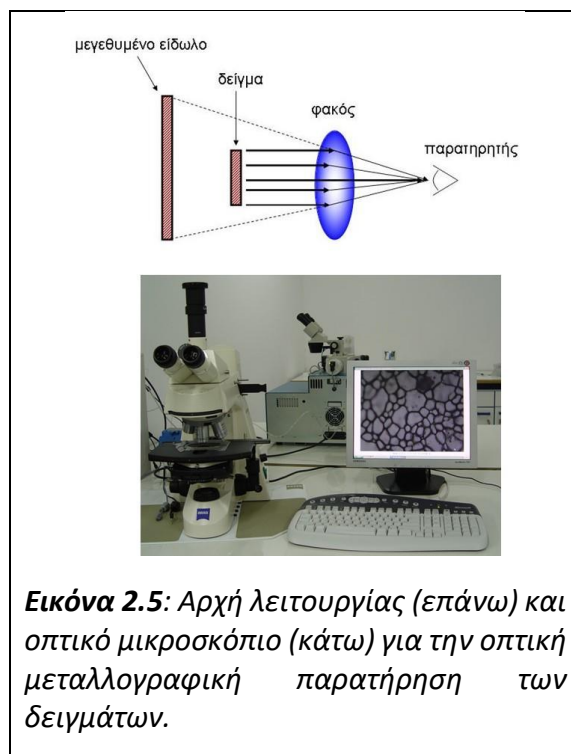
Αξιόλογη μελέτη έγινε και το 2014 από τους Singh, I.B., Mondal, D.P., Singh, M., Bhadkui, A., Jha, N. [19] οι οποίοι μελέτησαν τη διαβρωτική συμπεριφορά Συνθετικών Μεταλλικών Αφρών Αλουμινίου με ενίσχυση κενοσφαιρών, παραγόμενων με την τεχνική της χύτευσης με ανάδευση. Ως μητρικό υλικό στην περίπτωση αυτή χρησιμοποιήθηκε το κράμα Αλουμινίου AA2014 (0.76 % κ.β. Si, 4.7 % κ.β. Cu, 0.78 % κ.β. Mg κ.α.) με ενίσχυση από 30 % έως 45 % κ.ο. σε κεραμικές κενόσφαιρες από Μουλίτη. Διεξήχθησαν οπτικοί έλεγχοι με τη βοήθεια του οπτικού αλλά και του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης SEM, καθώς και ηλεκτροχημικοί έλεγχοι. Οι ηλεκτροχημικές μετρήσεις διεξήχθησαν με ηλεκτρολυτικό κελί τριών ηλεκτροδίων σε υδατικό διάλυμα 3.5 % κ.β. NaCl και θερμοκρασία περιβάλλοντος (≈ 25 °C). Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι η προσθήκη κενοσφαιρών σε ποσοστό έως 40 % κ.ο. στο κράμα Αλουμινίου, μειώνει τον ρυθμό διάβρωσης σε αυτό το περιβάλλον, συγκριτικά με την αντοχή σε διάβρωση που έχει το μητρικό κράμα από τη φύση του. Η μείωση του ρυθμού διάβρωσης συσχετίστηκε με την έκταση της διαβρεχόμενης επιφάνειας του μητρικού υλικού. Η έκταση αυτή σε αυτή την εργασία [35] φαίνεται να μειώνεται όσο το ποσοστό των κενοσφαιρών αυξάνεται. Η προσθήκη κενοσφαιρών πάνω από 40 % κ.ο. είχε ως αποτέλεσμα τη μείωση της αντοχής του ΣΜΑΑΚ σε διάβρωση σε σχέση με το μητρικό υλικό λόγω της σημαντικής αύξησης των αναβαθμισμένων ενεργειακά περιοχών, όπως οι δημιουργούμενες διεπιφάνειες κενοσφαιρών και μητρικού υλικού και η ύπαρξη ακούσιου πορώδους μεταξύ των κενοσφαιρών.

2.4 Τεχνικές χαρακτηρισμού: αρχές και διατάξεις

• Οπτική Μικροσκοπία

Η οπτική μεταλλογραφική εξέταση των δειγμάτων πραγματοποιήθηκε με μεταλλογραφικό μικροσκόπιο τύπου Olympus AX70 εξοπλισμένο με ψηφιακή κάμερα και υπολογιστή. Η επιστημονική αρχή λειτουργίας του οπτικού μικροσκοπίου βασίζεται στις αρχές της οπτικής κατόπτρων και παρουσιάζεται σχηματικά στην Εικόνα 2.5.

Οπτική παρατήρηση πραγματοποιήθηκε στις επιφάνειες ή σε διατομές πυροσυσσωματωμένων δισκίων. Πριν την παρατήρηση η επιφάνεια των δειγμάτων η επιφάνεια των δειγμάτων υποβλήθηκε σε επεξεργασίες λείανσης, στίλβωσης και

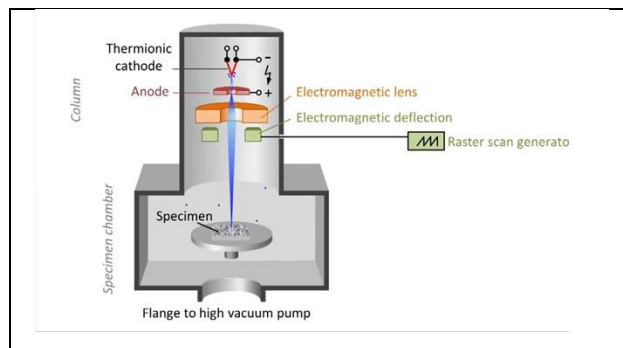


Εικόνα 2.5: Αρχή λειτουργίας (επάνω) και οπτικό μικροσκόπιο (κάτω) για την οπτική μεταλλογραφική παρατήρηση των δειγμάτων.

χημικής προσβολής ώστε να γίνουν εμφανή τα μορφολογικά χαρακτηριστικά της μικροδομής. Η επεξεργασία περιλαμβάνει λείανση με λειαντικά χαρτιά SiC από 300 έως 1200 grid ακολουθούμενη από στίλβωση με πάστα Αλουμίνιας (Al_2O_3 ,). Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε χημική προσβολή με αντιδραστήριο Keller's (95 ml απιονισμένο νερό, 2.5 ml HNO_3 , 1.5 ml HCl και 1 ml HF). Μετά το πέρας της διαδικασίας τα δείγματα ξεπλύθηκαν με απιονισμένο νερό και στεγνώθηκαν ώστε να απομακρυνθεί υγρασία που ενδεχομένως είχε απομείνει σε αυτά.

- **Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης**

Σε αντίθεση με την οπτική μικροσκοπία η ηλεκτρονική μικροσκοπία δεν χρησιμοποιεί οπτική ακτινοβολία αλλά δέσμη ηλεκτρονίων σχετικά υψηλής τάσης (π.χ. 30 kV). Μέσα στον κύλινδρο του μικροσκοπίου ο οποίος βρίσκεται υπό κενό τα ηλεκτρόνια παράγονται, επιταχύνονται, εστιάζονται μέσω μαγνητικών πηνίων εστίασης και προσπίπτουν με υψηλή ταχύτητα στην επιφάνεια του δείγματος (Εικόνα 2.6)



Εικόνα 2.6: Σχηματική παράσταση των βασικών χαρακτηριστικών στο εσωτερικό ενός μικροσκοπίου σάρωσης.

Αυτή η πρόσπτωση δημιουργεί πλήθος διαφόρων κατηγοριών ηλεκτρονίων από το δείγμα τα οποία ανιχνεύονται και καταμετρούνται μέσω ειδικών ανιχνευτών. Καθώς η δέσμη των προσπιπτόντων (πρωτογενών) ηλεκτρονίων σαρώνει μια επιλεγμένη περιοχή του δείγματος από σημείο σε σημείο καταγράφεται η ένταση των παραγόμενων (δευτερογενών) από το δείγμα ηλεκτρονίων η οποία εξαρτάται από τα μορφολογικά χαρακτηριστικά της επιφάνειας. Με αυτόν τον τρόπο δημιουργείται η εικόνα των μορφολογικών χαρακτηριστικών του δείγματος.

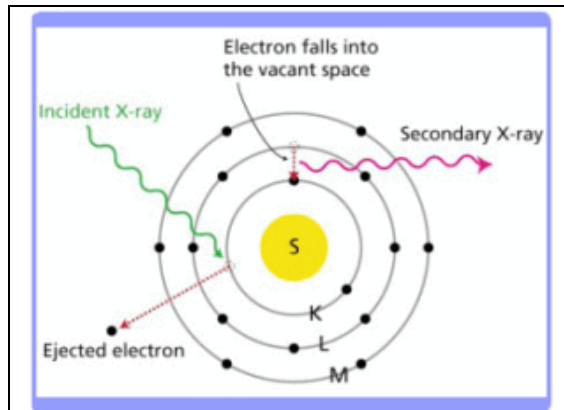
Ένα άλλο σημαντικό φαινόμενο που λαμβάνει χώρα όταν ηλεκτρόνια προσπέσουν με υψηλή ταχύτητα στο δείγμα είναι αυτά να συγκρουστούν και να εκδιώξουν ηλεκτρόνια από ενεργειακές στοιβάδες των ατόμων του δείγματος τα οποία καθίστανται ασταθή (Εικόνα 2.7). Άμεσο επακόλουθο αυτής της αστάθειας είναι η μετάπτωση ηλεκτρονίων από ανώτερες ενεργειακές στοιβάδες. Αυτή η μετάπτωση απελευθερώνει ενέργεια η οποία εκπέμπεται υπό μορφή ακτίνων x , η δε ενέργεια των ακτίνων είναι χαρακτηριστική του ατόμου στο οποίο λαμβάνει χώρα η μετάπτωση. Τοποθετώντας, στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, πάνω από το δείγμα, ειδικούς ανιχνευτές που να συλλαμβάνουν και να μετρούν τις ενέργειες

αυτής της ακτινοβολίας μπορούμε να έχουμε και μια χημική ανάλυση του δείγματος και μάλιστα με ενδεχόμενες τοπολογικές διαφοροποιήσεις.

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε σε αυτήν την διπλωματική εργασία ήταν τύπου JEOL 6300 εξοπλισμένο με σύστημα ενεργειακής ανάλυσης εκπεμπόμενων ακτίνων x-EDS (Εικόνα 2.8). Τα προς εξέταση δείγματα ήταν μεταλλικού χαρακτήρα με σχετικά υψηλή ηλεκτρική αγωγιμότητα οπότε δεν χρησιμοποιήθηκαν επικαλύψεις χρυσού ή άνθρακα στην επιφάνεια. Τα

προς εξέταση δοκίμια ήταν εμβαπτισμένα σε μήτρα ρητίνης και η επιφάνειά τους είχε εκ των προτέρων υποβληθεί σε λείανση, στίλβωση και χημική προσβολή με διαδικασία ίδια με αυτήν που αναφέρθηκε σε προηγούμενη παράγραφο.

Για την πρόσδοση καλύτερης αγωγιμότητας στην επιφάνεια και την λήψη καλής ποιότητας εικόνων σε όλα τα δοκίμια πραγματοποιήθηκε επικάλυψη με Χρυσό ο οποίος εναποτέθηκε από την αέρια φάση με την τεχνική «sputtering» (AGAR SPUTTER COATER)



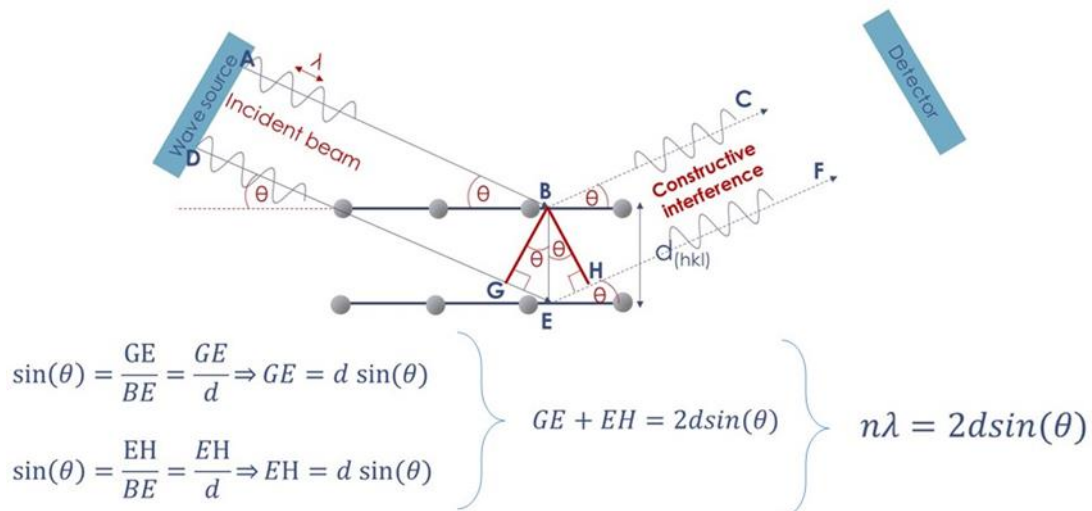
Εικόνα 2.7: Σχηματική παράσταση μηχανισμού εκπομπής ακτίνων x όταν ηλεκτρόνια με υψηλή ενέργεια προσπίπτουν στο δείγμα



Εικόνα 2.8: Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης JEOL6300

- **Περίθλαση Ακτίνων X**

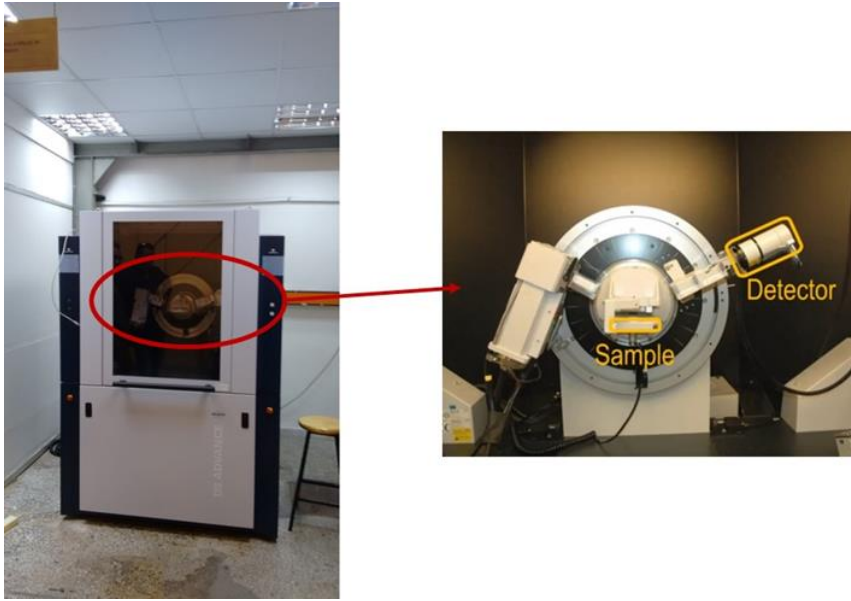
Η περίθλαση ακτίνων x είναι η δημοφιλέστερη μέθοδος για τον προσδιορισμό της δομής κρυσταλλικών στερεών. Η επιστημονική αρχή πάνω στην οποία στηρίζεται η μέθοδος είναι ο νόμος του Bragg ο οποίος παρουσιάζεται σχηματικά στην Εικόνα 2.9. Σύμφωνα με τον νόμο του Bragg περίθλαση προσπίπτουσας υπό γωνία θ μονοχρωματικής ακτινοβολίας μήκους κύματος λ λαμβάνει χώρα όταν η απόσταση $d_{(hkl)} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$ μεταξύ δύο διαδοχικών επιπέδων μιας κρυσταλλογραφικής οικογένειας με δείκτες Miller (hkl) ισούται με ακέραιο αριθμό n μηκών κύματος. Η μαθηματική διατύπωση του παραπάνω νόμου είναι:



Εικόνα 2.9: Σχηματική παράσταση της επιστημονικής αρχής της περίθλασης ακτίνων χ και της διεξαγωγής του νόμου του Bragg

Μεταβάλλοντας την γωνία πρόσπτωσης (θ) των ακτινών για κάθε οικογένεια κρυσταλλογραφικών επιπέδων προκύπτει περιθλώμενη δέσμη σε εκείνη τη γωνία για την οποία ικανοποιείται η συνθήκη του Bragg και με αυτόν τον τρόπο δημιουργείται το φάσμα κορυφών περίθλασης ενός υλικού. Επειδή τα διάφορα κρυσταλλικά υλικά έχουν μοναδιαίες κυψελίδες με διαφορετικές συμμετρίες και διαστάσεις το φάσμα περίθλασης είναι χαρακτηριστικό για κάθε υλικό. Μέσω ψηφιακών βάσεων δεδομένων φασμάτων περίθλασης σχεδόν όλων των γνωστών υλικών και αντιπαραθέσής τους με τα ληφθέντα φάσματα πραγματοποιείται η ταυτοποίηση του υπό εξέταση υλικού και της δομής του.

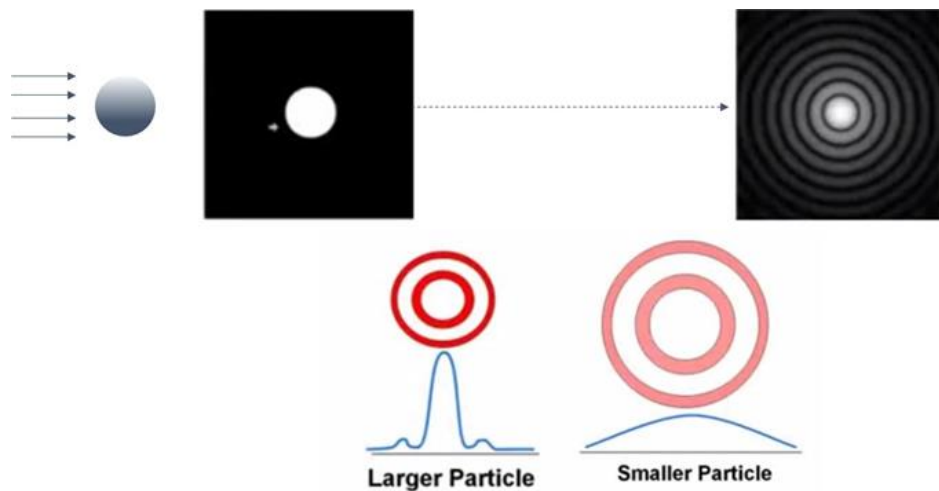
Στη συγκεκριμένη διπλωματική εργασία οι μετρήσεις περίθλασης ακτινών X πραγματοποιήθηκαν με συσκευή Siemens D8 Advance εξοπλισμένη με δυνατότητα προγραμματιζόμενης μεταβολής της θερμοκρασίας (Εικόνα 2.10) σε σκόνες και στην επιφάνεια πυροσυσσωματωμένων δισκίων.



Εικόνα 2.10: Συσκευή περίθλασης ακτίνων x που χρησιμοποιήθηκε σε αυτήν την διπλωματική εργασία

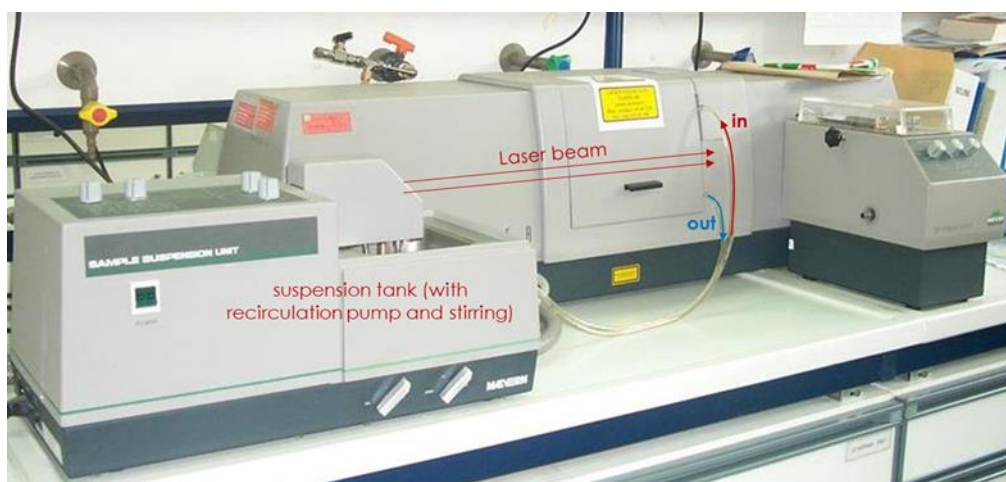
- **Κατανομή Μεγέθους Σωματιδίων**

Ο προσδιορισμός της κατανομής μεγέθους σωματιδίων πραγματοποιήθηκε με τη μέθοδο της σκέδασης ακτίνων laser. Η επιστημονική αρχή της μεθόδου στηρίζεται στο γεγονός πως καθώς η ακτινοβολία προσπίπτει σε ένα σωματίδιο δημιουργείται σκέδαση με το πατρών σκέδασης (η αλληλουχία περιοχών αυξομειούμενης έντασης) να εξαρτάται από το μέγεθος του σωματιδίου (Εικόνα 2.11). Αναλύοντας τα πατρών σκέδασης μέσω πολύπλοκων μαθηματικών μοντέλων (δημοφιλέστερο εκ των οποίων είναι το μοντέλο του Gustav Mie) μπορούμε να οδηγηθούμε στην κατανομή μεγέθους σωματιδίων του δείγματος σωματιδίων το οποίο διέρχεται μπροστά από τη δέσμη της ακτινοβολίας υπό μορφή αιωρήματος.



Εικόνα 2.11: Σχηματική παράσταση της επιστημονικής αρχής προσδιορισμού κατανομής μεγέθους σωματιδίων με την τεχνική της σκέδασης ακτίνων laser

Η συσκευή που χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό κατανομής μεγέθους σωματιδίων σε αυτήν την διπλωματική εργασία ήταν τύπου Malvern Mastersizer (Εικόνα 2.12)



Εικόνα 2.12: Συσκευή σκέδασης ακτίνων laser για τον προσδιορισμό κατανομής μεγέθους σωματιδίων

Το υδατικό αιώρημα των σωματιδίων (συγκέντρωσης 0.5-1.0 wt.%) μετά την προσθήκη διασπαρτικού (Disprex A40) με στόχο την ηλεκτροστατική φόρτιση των σωματιδίων υποβλήθηκε για 5 λεπτά σε επεξεργασία υπερήχων ώστε να εξασφαλιστεί η απουσία συσσωματωμάτων που ενδεχομένως να επηρεάσουν τα αποτελέσματα της μέτρησης.

- **Προσδιορισμός πυκνοτήτων**

Η πυκνότητα των δοκιμίων πριν η μετά την πυροσυσσωμάτωση προσδιορίστηκε με δύο τρόπους; i) γεωμετρικά ii) βάσει της Αρχής του Αρχιμήδη.

Ο γεωμετρικός προσδιορισμός συνίσταται στη ζύγιση του δείγματος σε ζυγό ακριβείας και στον γεωμετρικό προσδιορισμό του όγκου του με τη βοήθεια παχυμέτρου.

Ο προσδιορισμός της πυκνότητας σύμφωνα με την αρχή του Αρχιμήδη πραγματοποιήθηκε με τη βοήθεια της διάταξης που παρουσιάζεται στην Εικόνα 2.13 και η οποία επιτρέπει τον προσδιορισμό του βάρους (μάζας) του δοκιμίου στον αέρα (θέση Α) καθώς και όταν είναι πλήρως βυθισμένο στο νερό (θέση Β). Σύμφωνα με την αρχή του Αρχιμήδη η διαφορά αυτών των δύο ζυγίσεων (δηλαδή η απώλεια βάρους) ισούται με το βάρος του εκτοπιζόμενου υγρού (νερό). Κατά συνέπεια η διαφορά βάρους διαιρούμενη με την πυκνότητα του υγρού δίνει τον όγκο του εκτοπιζόμενου υγρού ο οποίος ισούται με τον ολικό όγκο του δοκιμίου. Ουσιαστικά η μέθοδος αυτή μετατρέπει τον υποκειμενικό και μη ακριβή προσδιορισμό του όγκου π.χ. μέσω παχυμέτρου σε ακριβή προσδιορισμό μέσω ζυγίσεων ακριβείας.

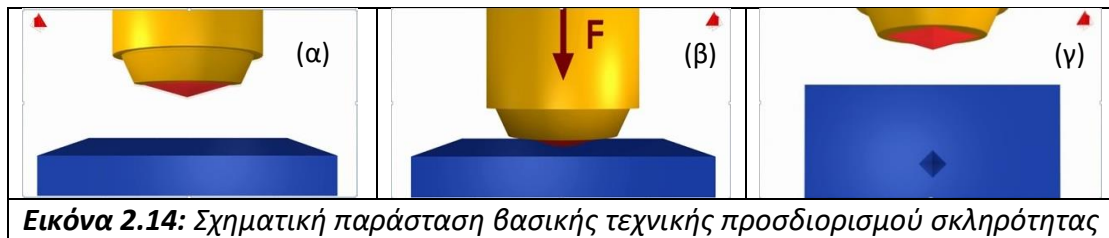


Εικόνα 2.13: Διάταξη για τον προσδιορισμό πυκνότητας σύμφωνα με την αρχή του Αρχιμήδη

Επειδή στόχος ήταν ο προσδιορισμός της ολικής πυκνότητας και σε αρκετά από τα δοκίμια η πυροσυσσωμάτωση δεν είχε προχωρήσει αρκετά με αποτέλεσμα τα δείγματα να εμφανίζουν ανοικτό πορώδες, κατά τον προσδιορισμό της πυκνότητας με αυτήν την μέθοδο λαμβανόταν η αρχική τιμή του βάρους αμέσως μετά την εμφάνιση στο υγρό, δεδομένου ότι σταδιακά λάμβανε χώρα διείσδυση του υγρού στο εσωτερικό των πόρων.

- **Προσδιορισμός σκληρότητας**

Η σκληρότητα εκφράζει την αντίσταση του υλικού σε πλαστική παραμόρφωση. Υπάρχουν πολλές μέθοδοι μέτρησης σκληρότητας και όλες στηρίζονται στην ίδια αρχή (Εικόνα 2.14).



Εικόνα 2.14: Σχηματική παράσταση βασικής τεχνικής προσδιορισμού σκληρότητας

Διεσδύτης κάποιας συγκεκριμένης γεωμετρίας (Εικόνα 2.14α) πιέζεται στη επιφάνεια του δοκιμίου με κάποιο συγκεκριμένο φορτίο F για συγκεκριμένο χρόνο (Εικόνα 2.14β). Η συμπίεση αυτή προκαλεί πλαστική παραμόρφωση στο δείγμα η οποία οδηγεί στη δημιουργία κάποιου αποτυπώματος (Εικόνα 2.14γ). Μετρώντας τις διαστάσεις του αποτυπώματος και μέσω κάποιων εμπειρικών σχέσεων οι οποίες μεταβάλλονται ανάλογα με τη μέθοδο που χρησιμοποιείται, αποδίδεται ένας συγκεκριμένος αριθμός σκληρότητας. Είναι προφανές πως όσο μεγαλύτερη η επιφάνεια ή το βάθος του αποτυπώματος τόσο μικρότερη η σκληρότητα του υλικού (τόσο μικρότερη η αντίστασή του σε πλαστική παραμόρφωση).

Οι μέθοδοι σκληρότητας είναι εμπειρικές. Είναι ιδιαίτερα δημοφιλείς στα μέταλλα αφενός λόγω του ότι είναι σχετικά απλές, γρήγορες, μη καταστροφικές και δεν απαιτούν ιδιαίτερα δαπανηρό εξοπλισμό, κυρίως όμως λόγω του ότι σε πολλά συστήματα μετάλλων έχει αποδειχθεί πειραματικά πως σχετίζονται με σημαντικές μηχανικές ιδιότητες των υλικών ο προσδιορισμός των οποίων είναι χρονοβόρος και δαπανηρός όπως π.χ. η αντοχή διαρροής ή η αντοχή σε εφελκυσμό

Οι μετρήσεις αυτής της διπλωματικής εργασίας πραγματοποιήθηκαν με τη δοκιμή σκληρότητας Rockwell. Κατά τη μέθοδο αυτή μπορούν να χρησιμοποιηθούν διαφορετικές κλίμακες σκληρότητας από όλους τους δυνατούς συνδυασμούς διαφόρων διεσδυτών και φορτίων. Με αυτόν τον τρόπο η διαδικασία επιτρέπει ουσιαστικά τη δοκιμή όλων των μετάλλων και κραμάτων, από τα σκληρότερα ως τα πιο μαλακά. Οι διεσδυτές περιλαμβάνουν μικρές σφαίρες από σκληρυμένο χάλυβα διαμέτρου μερικών χιλιοστών, καθώς και κωνικούς διεσδυτές από διαμάντι, που χρησιμοποιούνται σε σκληρότερα υλικά [2].

Για τη δοκιμή Rockwell χρησιμοποιήθηκε το μηχάνημα που απεικονίζεται στην Εικόνα 2.15. Πραγματοποιήθηκαν επιφανειακές δοκιμές με φορτίο 30 kg. Ανάλογα με τον διεσδυτή, ο αριθμός του φορτίου ακολουθείται από τα γράμματα N, T, W, X ή Y. Το σύμβολο της κλίμακας στις δοκιμές αυτής της μελέτης λοιπόν, ήταν HR 30T (διεσδυτής από μικρή χαλύβδινη σφαίρα) [2].



Εικόνα 2.15: Μηχάνημα στο οποίο διεξάγονται οι δοκιμές επιφανειακής σκληρότητας Rockwell

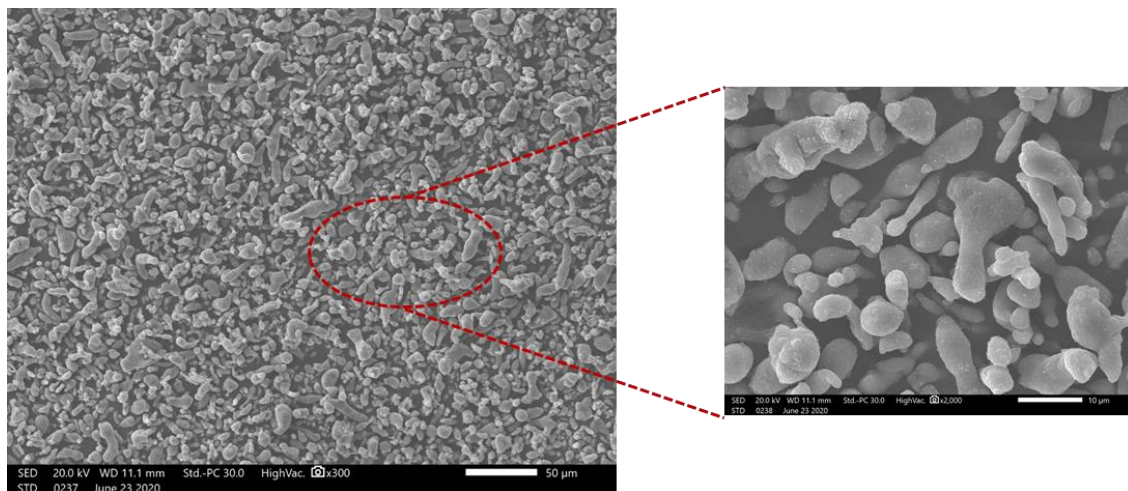
3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

3.1 Υλικά

Σκόνες Αλουμινίου

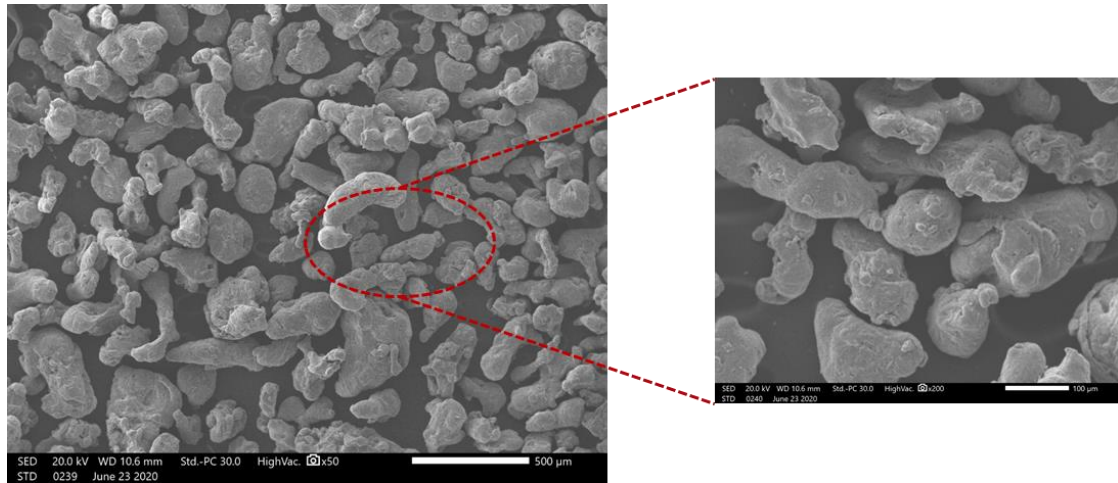
Ως μητρικό υλικό των ΣΜΑΑκ χρησιμοποιήθηκαν δύο τύποι εμπορικής σκόνης καθαρού Αλουμινίου (Al) αποτελούμενη (σύμφωνα με τις προδιαγραφές του προμηθευτή) από 99.8 % Al, 0.099 % κ.β. Fe, 0.035 % κ.β. Si, 0.016 % κ.β. Ga και < 0.007 % κ.β. για κάθε ένα από τα στοιχεία Cu, Mn, Pb, Mg, Zn, Ni, Ti, Zr και Cr. Ο ένας τύπος αφορούσε σε λεπτόκοκκη σκόνη και ο άλλος σε χονδρόκοκκη.

Στην Εικόνα 3.1 παρουσιάζονται φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης της λεπτόκοκκης σκόνης. Παρατηρούμε ότι αποτελείται από μικρότερα σφαιροειδή και κάπως μεγαλύτερα επιμήκη σωματίδια Αλουμινίου.



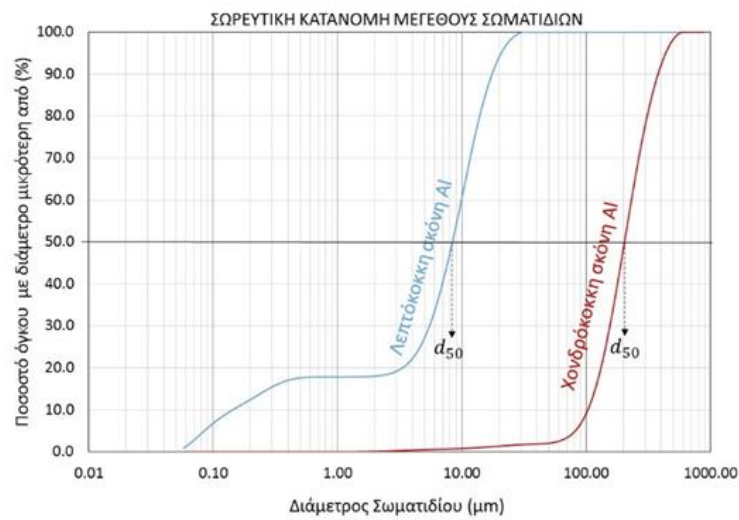
Εικόνα 3.1: Φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης λεπτόκοκκης σκόνης Αλουμινίου

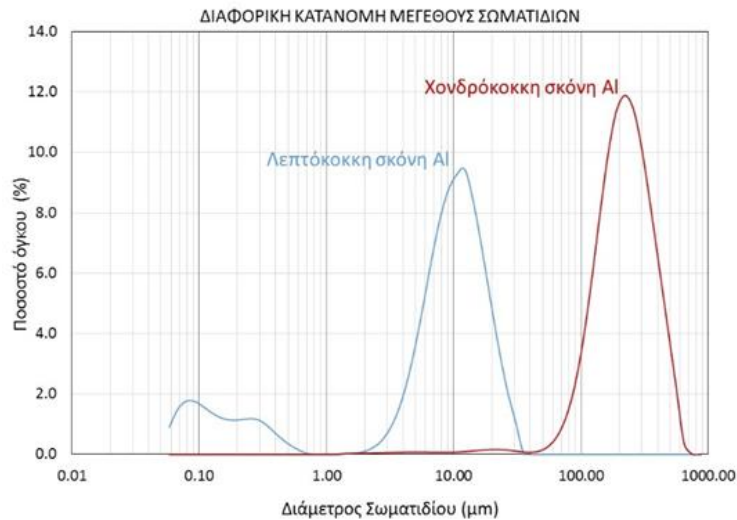
Στην Εικόνα 3.2 παρουσιάζονται τυπικές φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης της χονδρόκοκκης σκόνης Αλουμινίου.



Εικόνα 3.2: Φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης λεπτόκοκκης σκόνης Αλουμινίου

Παρακάτω, στις Εικόνες 3.3 α και β παρουσιάζονται τα αποτελέσματα κατανομής μεγέθους σωματιδίων για τις δύο σκόνες Αλουμινίου





Εικόνα 3.3: Σωρευτική (α) και διαφορική (β) κατανομή μεγέθους σωματιδίων για τις δύο σκόνες Αλουμινίου που χρησιμοποιήθηκαν

Στον Πίνακα 3.1 παρατίθενται οι χαρακτηριστικές διαμέτροι σωματιδίων των δύο κόνεων.

Πίνακας 3.1: Χαρακτηριστικές διαμέτροι κόνεων Αλουμινίου όπως προσδιορίστηκαν με τη μέθοδο περίθλασης ακτίνων laser

Σκόνη Αλουμινίου	d_{10} (μm)*	d_{50} (μm)*	d_{90} (μm)*
Λεπτόκοκκη	0.14	8.39	17.49
Χονδρόκοκκη	103.18	203.01	377.87

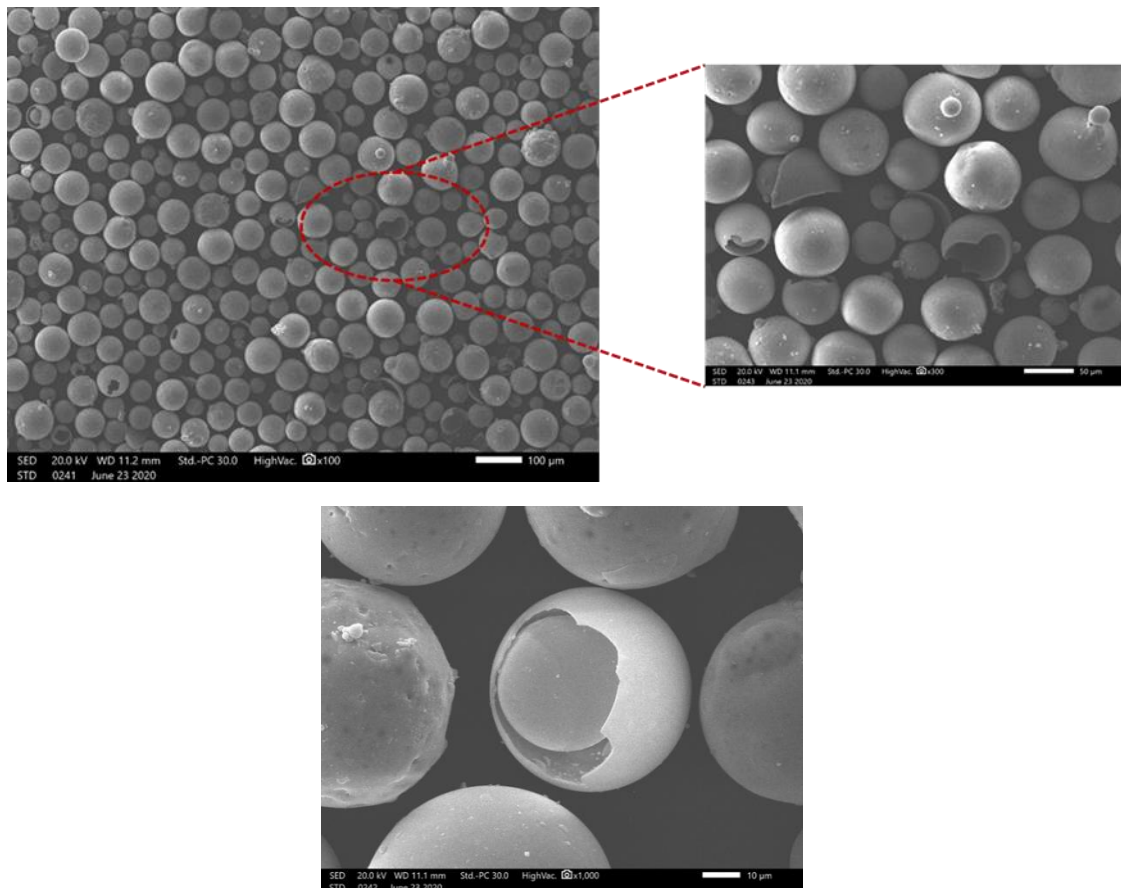
* d_{xx} είναι η διάμετρος για την οποία ισχύει πως ποσοστό $xx\%$ του όγκου του δείγματος έχει διαμέτρους μικρότερες από αυτήν, δηλαδή για την λεπτόκοκκη σκόνη ισχύει πως το 50% του όγκου έχει διαμέτρους μικρότερες από 8.39 nm (ενώ το υπολειπόμενο 50% μεγαλύτερες).

Τα αποτελέσματα των Εικόνων 3.3(α) και (β) καθώς και αυτά του Πίνακα 3.1 είναι σε συμφωνία με τις φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου από τις οποίες θα μπορούσε να εκτιμηθεί ποιοτικά ένα μέσο μέγεθος περί τα 10 μm για την λεπτόκοκκη σκόνη και ένα μέσο μέγεθος περί τα 200 μm για την χονδρόκοκκη σκόνη. Αξίζει να σημειωθεί πως η λεπτόκοκκη σκόνη παρουσιάζει μια τριαδική κατανομή μεγέθους σωματιδίων στα 0.1 και 0.3 μm. Από τις εικόνες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου διαπιστώνεται πως πρόκειται για μικρότερου μεγέθους σφαιροειδούς σχήματος σωματίδια η προέλευση των οποίων είτε οφείλεται στη διεργασία παραγωγής της σκόνης είτε σε θραύση των μεγαλύτερων και επιμήκους σχήματος σωματιδίων.

Κενόσφαιρες

Ως ενισχυτική κεραμική φάση των ΣΜΑΑκ επιλέχθηκαν κενόσφαιρες της εταιρείας Omega mineral – Germany (τύπος W125).

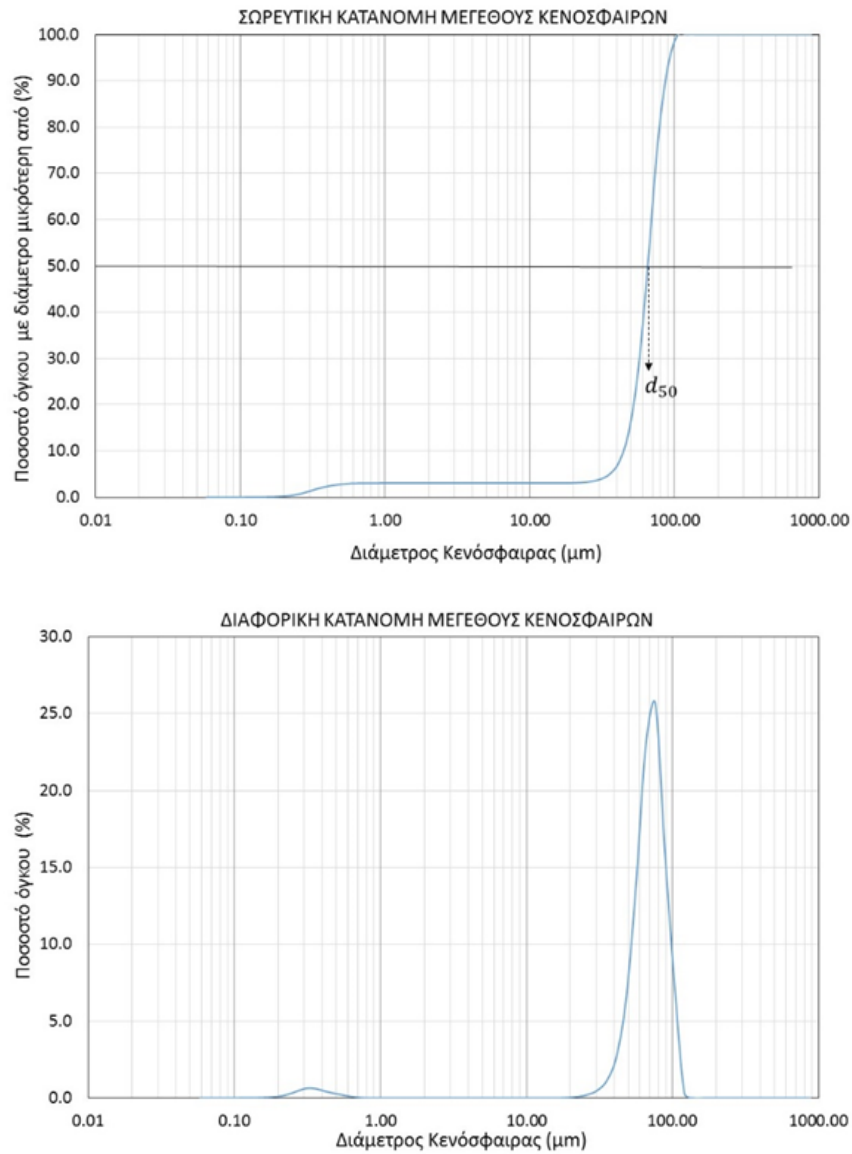
Στις Εικόνες 3.4 παρουσιάζονται τυπικές φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου από τις οποίες διαπιστώνεται το σχεδόν ιδανικό σφαιρικό σχήμα των κενοσφαιρών.



Εικόνα 3.4: (Επάνω) Μικροδομή κενοσφαιρών τύπου W125, (Κάτω) Εικόνα 3.12: Αντιπροσωπευτική εικόνα θραυσμένης κενόσφαιρας

Από τις εικόνες παρατηρείται πως πολύ συχνά στο εσωτερικό των κενοσφαιρών υπάρχουν μικρότερες κενόσφαιρες και πως ένα σχετικά μικρό ποσοστό των κενοσφαιρών παρουσιάζει θραύση. Εκτιμάται πως το ποσοστό των θραυσμένων κενοσφαιρών δεν υπερβαίνει το 10%.

Στις Εικόνες 3.5(α) και (β) παρουσιάζονται τα αποτελέσματα διαφορικής ή σωρευτικής κατανομής μεγέθους των κενοσφαιρών με περίθλαση ακτίνων laser, και στον Πίνακα 3.2 οι χαρακτηριστικές διάμετροι των κενοσφαιρών.



Εικόνα 3.5: Σωρευτική (α) και διαφορική (β) κατανομή μεγέθους κενοσφαιρών

Πίνακας 3.2: Χαρακτηριστικές διαμέτρους κόνεων κενοσφαιρών όπως προσδιορίστηκαν με τη μέθοδο περίθλασης ακτίνων laser

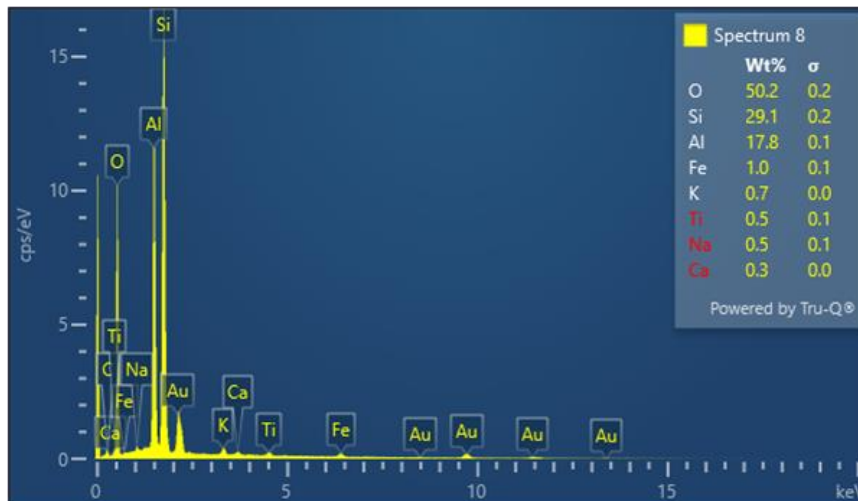
Κενόσφαιρες	d_{10} (μm)*	d_{50} (μm)*	d_{90} (μm)*
	44.7	65.12	86.19

* d_{xx} είναι η διάμετρος για την οποία ισχύει πως ποσοστό $xx\%$ του όγκου του δείγματος έχει διαμέτρους μικρότερες από αυτήν, δηλαδή για την λεπτόκοκκη σκόνη ισχύει πως το 50% του όγκου έχει διαμέτρους μικρότερες από 65.12 μm (ενώ το υπολειπόμενο 50% μεγαλύτερες).

Παρατηρούμε πως οι κενόσφαιρες παρουσιάζουν μια σχετικά στενή κατανομή μεγεθών γύρω από ένα μέσο μέγεθος περίπου 65 μm σε ποιοτική συμφωνία με τις

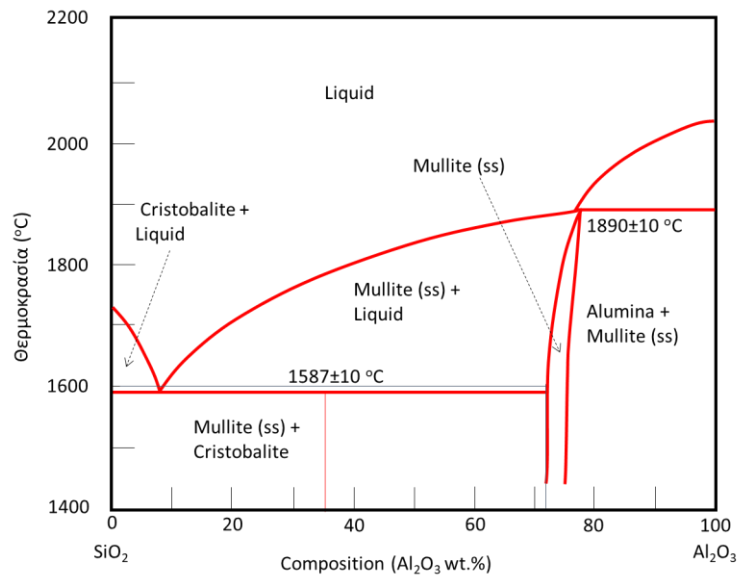
φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης. Η κορυφή που παρουσιάζεται στην κατανομή της εικόνας 3.5(β) σε μεγέθη 0.3-0.4 μm οφείλεται είτε σε θραύσματα που αποκολλήθηκαν από τις κενόσφαιρες κατά τη διάρκεια της μέτρησης είτε πιθανόν σε μικρές φυσαλίδες που ενδέχεται να δημιουργούνται κατά την ανακύκλωση του αιωρήματος.

Στην Εικόνα 3.6 παρουσιάζεται ένα τυπικό φάσμα ενεργειακής ανάλυσης ακτίνων x (EDS) των κενόσφαιρών.



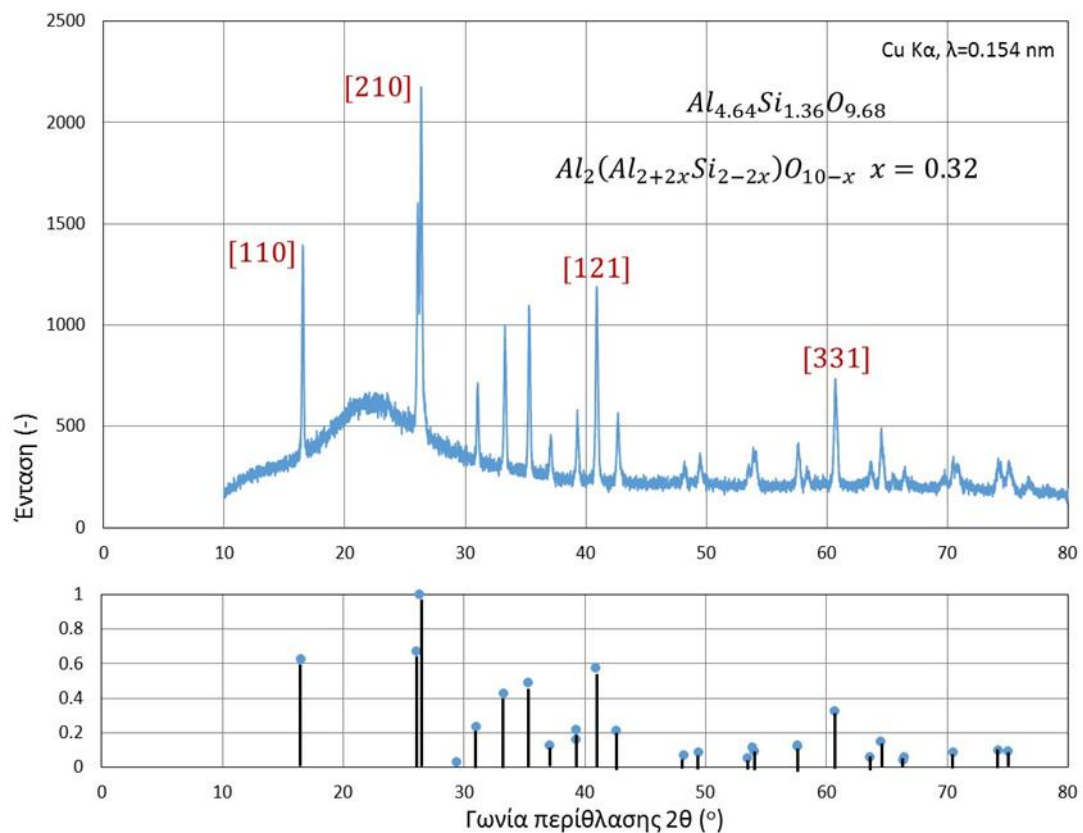
Εικόνα 3.6: Τυπικό φάσμα στοιχειακής ανάλυσης κενόσφαιρών

Στα πλαίσια του ορίου ανίχνευσης της τεχνικής EDS και αγνοώντας τις μικρές περιεκτικότητας προσμίξεις διαπιστώνεται πως οι κενόσφαιρες αποτελούνται κυρίως από Πυρίτιο (29.1 wt.%) και Αργίλιο (17.8 wt.%) ή σε ισοδύναμα οξειδία: SiO_2 : 64.9 wt.% και Al_2O_3 : 35.1 wt.%. Σύμφωνα με το διάγραμμα φάσης (Εικόνα 3.7) η θερμοκρασία τήξης των κενόσφαιρών είναι πολύ υψηλή (>1500°C) και σίγουρα πολύ υψηλότερη από τις θερμοκρασίες που χρησιμοποιήθηκαν για την πυροσυσσωμάτωση των δοκιμίων.



Εικόνα 3.7: Διάγραμμα φάσεων συστήματος $Al_2O_3 - SiO_2$ [63-64].

Στην Εικόνα 3.8 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα περίθλασης ακτίνων x(XRD)-με χρήση ακτινοβολίας $CuK\alpha$ -των κενοσφαιρών.



Εικόνα 3.8: Διάγραμμα περίθλασης ακτίνων - X (XRD) των κενοσφαιρών (χρήση ακτινοβολίας $CuK\alpha$)

Η ανάλυση του φάσματος περίθλασης δείχνει πως οι κενόσφαιρες έχουν την κρυσταλλική δομή του Μουλίτη και επιπρόσθετα περιέχουν και κάποια ποσότητα άμορφου ανόργανου υλικού, πιθανόν οξειδίου του Πυριτίου (SiO_2). Η ηλεκτρονική αντιπαραβολή των αποτελεσμάτων με βάσεις δεδομένων έδειξε πως η καλύτερη συσχέτιση επιτυγχάνεται με υλικό του χημικού τύπου $\text{Al}_{4.64}\text{Si}_{1.36}\text{O}_{9.68}$ που στο γενικότερο τύπο περιγραφής του Μουλίτη $\text{Al}_2(\text{Al}_{2+2x}\text{Si}_{2-2x})\text{O}_{10-x}$ αντιστοιχεί σε $x=0.32$. το οποίο χαρακτηρίζει τον αριθμό των οξυγόνων τα οποία λείπουν ανά μονάδα επιφάνειας, ενώ για το $x = 0$ αντιστοιχεί στον Σιλιμανίτη (Sillimanite) και το $x = 0.4$ αντιστοιχεί στον 2:1 Μουλίτη [20]. Η φάση $\text{Al}_2(\text{Al}_{2.5}\text{Si}_{1.5})\text{O}_{9.75}$ ή $4/3(3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2)$ αντιστοιχεί στον 3:2 Μουλίτη: έναν Μουλίτη πλούσιο σε Πυρίτιο (Si) με ποσοστό $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 72\%$ κ.β. [20,21].

Όπως αναφέρθηκε, ο Μουλίτης αποτελεί τη μοναδική σταθερή φάση στο σύστημα οξειδίου του Αργιλίου (Al_2O_3) – διοξειδίου του Πυριτίου (SiO_2) σε ατμοσφαιρική πίεση και είναι ένα από τα πιο σημαντικά κεραμικά υλικά.

Η αντοχή σε σύνθλιψη των κενόσφαιρών σύμφωνα με τον κατασκευαστή είναι της τάξεως των 25 MPa. Τα εν λόγω υλικά (κενόσφαιρες) πέρα από το σχετικά χαμηλό τους κόστος, μπορούν να βρεθούν σε αφθονία και ως φυσικό παραπροϊόν της ιπτάμενης τέφρας. Η ιπτάμενη τέφρα προέρχεται κυρίως από τα εργοστάσια παραγωγής ηλεκτρικής ενέργειας τα οποία χρησιμοποιούν στερεά καύσιμη ύλη (π.χ. λιγνίτη).

3.2 Διαδικασία παραγωγής ΣΜΑΑκ

Σε πρώτο στάδιο τα συστατικά τοποθετήθηκαν σε ξηραντήριο φούρνο στους 110 °C και για 30 min, με σκοπό την απομάκρυνση πιθανής υγρασίας που μπορεί να υπήρχε σε αυτά.

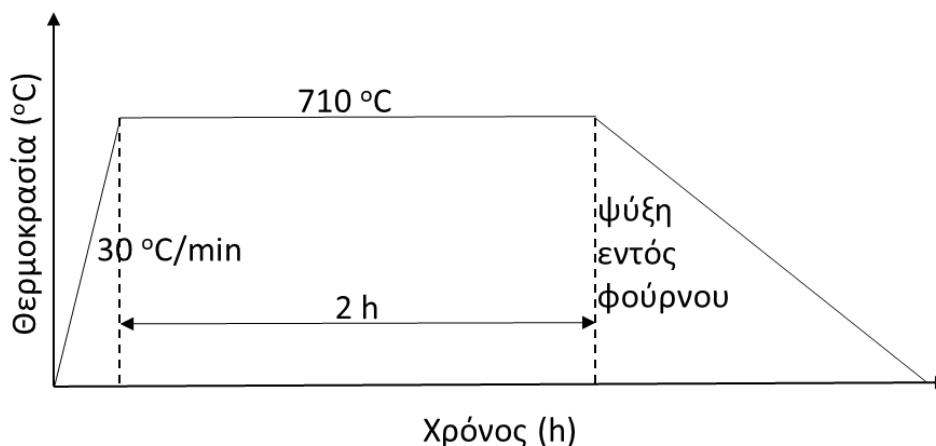
Η αρχική σκόνη καθαρού Αλουμινίου (Al) που χρησιμοποιήθηκε αποτελούταν κατά 30% από λεπτόκοκκη σκόνη (μέγεθος σωματιδίων $\leq 44 \mu\text{m}$) και κατά 70% από χονδρόκοκκη σκόνη Αλουμινίου. Σε αυτό το μείγμα έγινε η προσθήκη των κεραμικών κενόσφαιρών σε ποσοστά 10%, 20% και 30% κ.β.. Ως σημείο αναφοράς χρησιμοποιήθηκε η παρασκευή δείγματος χωρίς ενισχυτική φάση, αποτελούμενου από καθαρό Αλουμίνιο. Η ανάμειξη των συστατικών αυτών πραγματοποιήθηκε χειρωνακτικά, με την προσθήκη μικρής ποσότητας απιονισμένου νερού, ώστε να εξασφαλιστεί μια ικανοποιητική αναμειξιμότητα.

Στη συνέχεια το μείγμα σκόνης Αλουμινίου – κενόσφαιρών οδηγήθηκε στο στάδιο της συμπίεσης. Η συμπίεση πραγματοποιήθηκε εν ψυχρώ. Για την παρασκευή όλων των δειγμάτων χρησιμοποιήθηκε κυλινδρική μήτρα ανοξειδωτού χάλυβα διαστάσεων $\Phi 16 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$. Η διάρκεια άσκησης της σταθερής μονοαξονικής πίεσης ήταν 10 sec, με αφετηρία την πρώτη επαφή του εμβόλου με τη μήτρα. Οι

πιέσεις πορώδους συμπιέσματος που ασκήθηκαν ήταν 200 MPa, 250 MPa και 300 MPa.

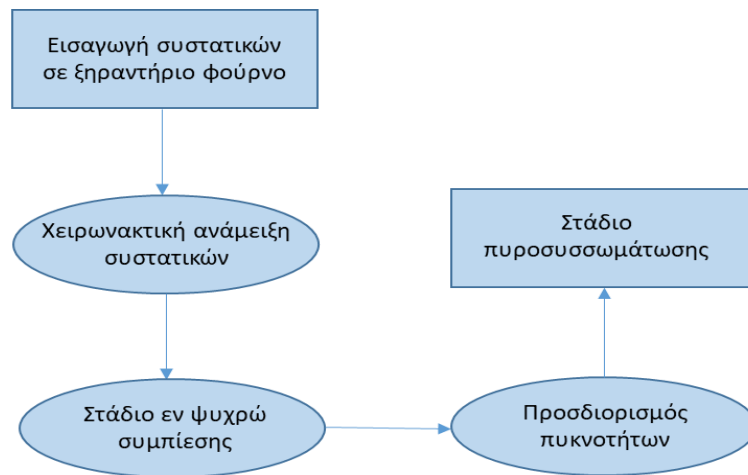
Ο προσδιορισμός των πειραματικών πυκνοτήτων των πορώδων συμπιεσμάτων προσδιορίστηκε γεωμετρικά, μετρώντας τη μάζα τους σε ηλεκτρονική ζυγαριά ακριβείας 10^{-3} και τις διαστάσεις τους με τη βοήθεια ηλεκτρονικού παχυμέτρου.

Ο θερμικός κύκλος πυροσυσσωμάτωσης των πορώδων συμπιεσμάτων που ακολουθήθηκε, παρουσιάζεται στην Εικόνα 3.9. Η θερμική κατεργασία διεξήχθη παρουσία Αζώτου (N) και Αργού (Ar). Κατά Schaffer κ.α. [22], η παρουσία κάποιου αδρανούς αερίου, όπως Αργό (Ar) ή Άζωτο (N) κατά την διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης ευνοεί την ως έναν βαθμό εξάλειψη των πόρων στο μητρικό υλικό.



Εικόνα 3.9: Θερμικός κύκλος πυροσυσσωμάτωσης των πορώδων συμπιεσμάτων για την παραγωγή των ΣΜΑΑκ.

Η βασική θερμοκρασία που επιλέχθηκε στην παρούσα εργασία ήταν αυτή των 710 °C. Η επιλογή της έγινε λαμβάνοντας υπόψιν το γεγονός πως οι κόκκοι του Αλουμινίου είναι σχεδόν πάντα καλυμμένοι από ένα πολύ λεπτό στρώμα οξειδίου. Το στρώμα αυτό όμως, παρουσιάζει υψηλή σταθερότητα σε ατμοσφαιρική πίεση και το σημείο τήξεως του είναι εξαιρετικά υψηλό (το Al_2O_3 έχει σημείο τήξης τους 2072 °C). Επομένως, για να πραγματοποιηθεί η διαδικασία της πυροσυσσωμάτωσης με επιτυχία πρέπει το στρώμα οξειδίου αυτό, είτε να μειωθεί σε πάχος, είτε να καταστραφεί, ώστε να είναι εφικτή η διάχυση μετάλλου μέσα από αυτό και εν συνεχεία η ένωση των κόκκων μεταξύ τους. Αυτό, βέβαια, μπορεί να συμβεί εν μέρει από τη θραύση του επιφανειακού στρώματος οξειδίου λόγω της πλαστικής παραμόρφωσης των σωματιδίων Αλουμινίου και στη συνέχεια λόγω της έλλειψης οποιασδήποτε πίεσης κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης, αυξάνοντας τη θερμοκρασία πάνω από τη θερμοκρασία τήξεως του Αλουμινίου (660.3 °C) ώστε να επιτύχουμε τη μέγιστη θραύση του οξειδίου κατά τη διάρκεια της θέρμανσης.



Εικόνα 3.10: Γραφική απεικόνιση της διαδικασίας παραγωγής ΣΜΑΑκ.

3.3 Υπολογισμοί πυκνοτήτων – πορώδους

Προκειμένου να πραγματοποιηθούν οι απαιτούμενοι υπολογισμοί πορώδους και πυκνοτήτων, τα δείγματα μετρήθηκαν γεωμετρικά. Έτσι, με τη χρήση ηλεκτρικού παχύμετρου, μετρήθηκαν το βάρος και οι διαστάσεις όλων των δειγμάτων. Για τον υπολογισμό της θεωρητικής πυκνότητας (ρ_{th}) των Σύνθετων Μεταλλικών Αφρών Αλουμινίου με κενόσφαιρες, έγινε χρήση του κανόνα μείξεως [7]:

$$\rho_{th} = V_{ceno} \times \rho_{ceno} + (1 - V_{ceno}) \times \rho_{Al}$$

όπου ρ_{ceno} και ρ_{Al} είναι η πυκνότητα των κενοσφαιρών (700 kg/m^3) και του Αλουμινίου (2710 kg/m^3), αντιστοίχως. Επίσης, για τον προσδιορισμό της πυκνότητας των δοκιμίων, έγινε χρήση και της μεθόδου μέτρησης πυκνοτήτων βάσει του νόμου του Αρχιμήδη. Μάλιστα, σύμφωνα με τους Orbulon κ.α. [23], οι αποκλείσεις που ενδεχομένως προκύπτουν μεταξύ των δυο αυτών μεθόδων, είναι λιγότερο από 1%, όσον αφορά τους ΣΜΑΑκ.

Επίσης, παρατηρήθηκε πως το τελικό σχήμα των ΣΜΑΑκ μεταβάλλεται ελάχιστα, συγκριτικά με το αρχικό σχήμα που αποκτούν μετά το στάδιο της συμπίεσης. Γενικότερα, στις περιπτώσεις στις οποίες τα σύνθετα υλικά προέρχονται από τη μέθοδο της κονιομεταλλουργίας, είναι συνηθισμένη η μικρή αυτή μεταβολή του μεγέθους. Για λόγους ακρίβειας των μετρήσεων, όταν αυτές έγιναν γεωμετρικά, οι επίπεδες επιφάνειες των κυλινδρικών δοκιμίων λειάνθηκαν (χρήση 1000 grid SiC χαρτί) ώστε να απομακρυνθούν οι οποιεσδήποτε επιφανειακές ανωμαλίες. Επιπλέον, προσδιορίστηκε μια μέση τιμή διαμέτρου για κάθε δείγμα μέσω μετρήσεων των διαμέτρων τους σε διάφορα ύψη.

Ο υπολογισμός του πορώδους των ΣΜΑΑκ έγινε ακολουθώντας την παρακάτω διαδικασία. Το πάχος του τοιχώματος των κενοσφαιρών χαρακτηρίζεται από την παράμετρο $\eta = r_1/r_2$ όπου r_1 η εσωτερική και r_2 η εξωτερική ακτίνα των κενοσφαιρών.

Το ποσοστό κενού κάθε κενόσφαιρας (V_c) μπορεί να υπολογιστεί με βάση την Εξίσωση [3]:

$$V_c = \eta^3$$

Αυτό, έχει ως αποτέλεσμα, το (θεωρητικό) ποσοστό πορώδους (V_c') σε έναν ΣΜΑΑκ να είναι

$$V_c' = V_{ceno} \times \eta^3$$

Στη συνέχεια, για τον προσδιορισμό του πορώδους στο μητρικό υλικό V_v (μικροπορώδες το οποίο οφείλεται στην τεχνική της κονιομεταλλουργίας) σε κάθε περίπτωση είναι αποδεκτό να χρησιμοποιηθεί η διαφορά της θεωρητικά υπολογιζόμενης πυκνότητας με την πειραματική πυκνότητα:

$$V_v = \frac{\rho_{th} - \rho_m}{\rho_{th}}$$

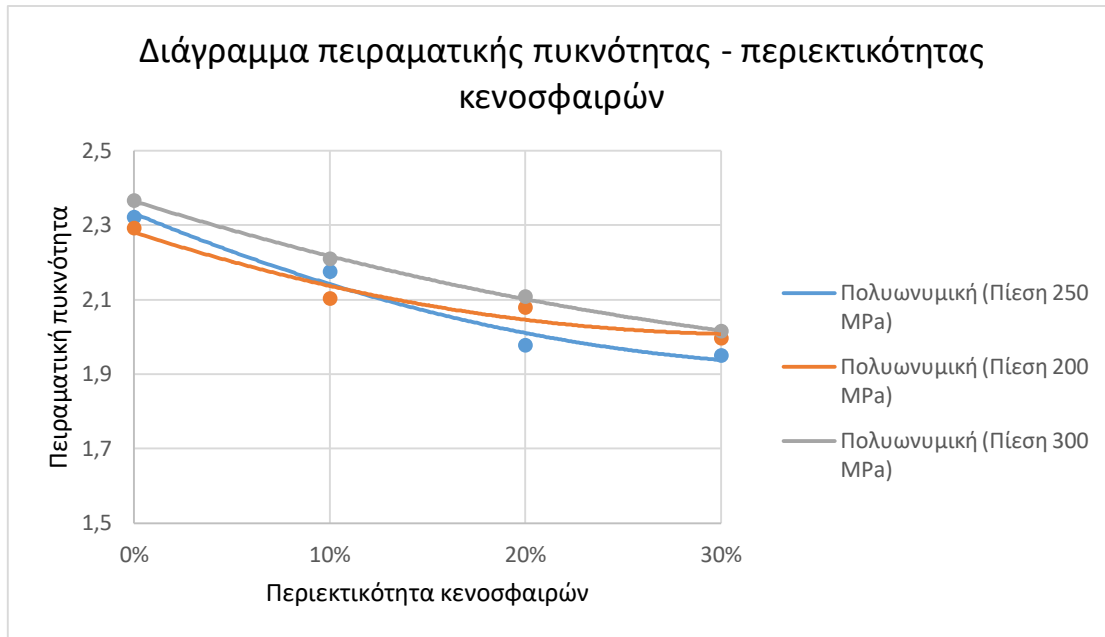
Προφανώς, από την παραπάνω σχέση προκύπτει ότι η τιμή του V_v μπορεί να είναι είτε αρνητική είτε θετική, ανάλογα με το εάν στο εσωτερικό της δομής του μητρικού υλικού υπάρχει μεγάλο ποσοστό θραυσμένων κενοσφαιρών.

Τέλος, αθροίζοντας το θεωρητικό ποσοστό πορώδους (V_c') και το μικροπορώδες που περιέχεται στο μητρικό υλικό (V_v), έχουμε ως αποτέλεσμα το ολικό πορώδες των ΣΜΑΑκ (V_{total}), όπως δείχνει η Εξίσωση:

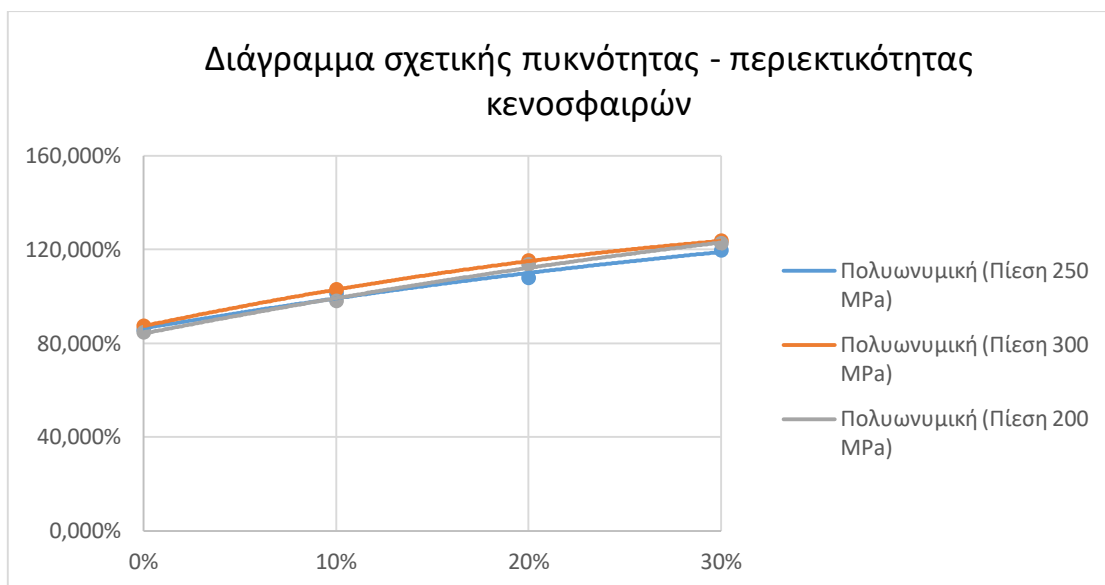
$$V_{total} = V_c' + V_v$$

Στην Εικόνα 3.11 παρουσιάζονται τα πειραματικά αποτελέσματα σε μορφή διαγραμμάτων, στα οποία περιλαμβάνονται οι υπολογισμοί πυκνότητας, πειραματικής αλλά και σχετικής, με βάση την προαναφερόμενη διαδικασία. Το πορώδες, όπως έχει αναφερθεί πολλές φορές, παίζει κύριο ρόλο στις φυσικές αλλά και στις μηχανικές ιδιότητες των ΣΜΑ.

(α)



(β)



Εικόνα 3.11: Διάγραμμα (α) πειραματικής και (β) σχετικής πυκνότητας των ΣΥΜΜσ σε σχέση με το ποσοστό των κενοσφαιρών ή σωματιδίων ιπτάμενης τέφρας.

Γίνεται εύκολα αντιληπτό πως οι τιμές πυκνότητας των ΣΜΑΑκ που λαμβάνουμε είναι μικρότερες από τις θεωρητικά υπολογιζόμενες. Το γεγονός αυτό οφείλεται κυρίως στην ύπαρξη ακούσιου πορώδους – μικροπορώδους στο εσωτερικό της δομής του μητρικού υλικού. Δυστυχώς η δημιουργία ακούσιου πορώδους είναι ένα σύνηθες φαινόμενο που παρουσιάζεται στην τεχνική της κονιομεταλλουργίας και καταβάλλεται όλο και μεγαλύτερη προσπάθεια για την εξάλειψή του. Οι κύριοι λόγοι της δημιουργίας του, όταν γίνεται χρήση της τεχνικής αυτής, είναι η ύπαρξη του

αρχικού μικροπορώδους στο πορώδες συμπιεσμένο προϊόν, οι συνθήκες που επικρατούν κατά την πυροσυσσωμάτωση (όπως η θερμοκρασία, το είδος της ατμόσφαιρας, η διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης) καθώς επίσης και το ποσοστό θραυσμένων κενοσφαιρών στο εσωτερικό του σύνθετου υλικού [24,25].

Άλλη πιθανή αιτία δημιουργίας πορώδους είναι η παρουσία υγρασίας στο εσωτερικό του σύνθετου υλικού. Ο λόγος είναι πως κατά τη διάρκεια των σταδίων της πυροσυσσωμάτωσης, δημιουργείται αέριο υδρογόνου (H_2), το οποίο και εγκλωβίζεται ανάμεσα στους κόκκους χωρίς να μπορεί να διαφύγει. Με παρόμοιο τρόπο είναι πιθανόν να παγιδευτεί εντός του μητρικού υλικού και ο αέρας που βρίσκεται στο εσωτερικό των κενοσφαιρών, σε περίπτωση θραύσης αυτών [23].

Για χάριν ευκολίας, το στάδιο της ψυχρής συμπίεσης των μεταλλικών κόνεων αποτελείται από συγκεκριμένες ενέργειες, μέσω των οποίων λαμβάνουμε ως τελικό αποτέλεσμα το πορώδες συσσωμάτωμα. Οι ενέργειες αυτές, κατά τη σειρά με την οποία λαμβάνουν χώρα, είναι: η αρχική συμπίεση, η ελαστική – πλαστική παραμόρφωση των μεταλλικών σωματιδίων και τέλος η εργοσκήρυνση αυτών. Κατά τη διάρκεια αυτή, το πορώδες που ενδέχεται να δημιουργηθεί, δεν κατανέμεται ομοιόμορφα στο εσωτερικό του σύνθετου υλικού, λόγω ορισμένων τριβών που ενδέχεται να αναπτυχθούν μεταξύ των μεταλλικών σωματιδίων. Επίσης δυνάμεις, πιέσεις και τριβές είναι πιθανό να αναπτυχθούν μεταξύ των σωματιδίων και των τοιχωμάτων του καλουπιού, μέσα στο οποίο πραγματοποιείται η συμπίεση [26].

Στη συνέχεια το πορώδες συσσωμάτωμα οδηγείται στο στάδιο της πυροσυσσωμάτωσης. Το υγρό μέταλλο (του μητρικού υλικού ή διάφορων πρόσθετων υλικών κατά περίπτωση, με χαμηλότερο σημείο τήξης) τήκεται και διαχέεται στο εσωτερικό του συσσωματώματος με στόχο να γεμίσει με αυτό το δημιουργούμενο πορώδες. Προφανώς, όπως έχει ήδη αναφερθεί, για να επιτευχθεί αυτό πρέπει οι συνθήκες που επικρατούν κατά την πυροσυσσωμάτωση να είναι κατάλληλες και όσο το δυνατόν πιο ευνοϊκές. Για τον λόγο αυτό, ιδιαίτερη προσοχή δίνεται στην προγραμματισμένη θερμοκρασία και στην εφαρμοζόμενη πίεση κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης. Ειδικά για το Αλουμίνιο, το είδος της ατμόσφαιρας κατά την πυροσυσσωμάτωση παίζει πολύ σημαντικό ρόλο. Στη συγκεκριμένη μελέτη, το στάδιο αυτό ολοκληρώθηκε παρουσία αδρανούς αερίου και πιο συγκεκριμένα παρουσία είτε Αζώτου (N) είτε Αργού (Ar). Ο κυριότερος λόγος ήταν, όπως αναφέρεται κατά Schaffer κ.α. [22], πως η παρουσία κάποιου τέτοιου είδους αερίου παίζει καταλυτικό ρόλο στην εξουδετέρωση των πόρων που έχουν δημιουργηθεί στο μητρικό υλικό.

Με γνώμονα τα παραπάνω πορίσματα, μπορούμε να καταλήξουμε σε ανάλογα ασφαλή συμπεράσματα. Για παράδειγμα, φαίνεται πως ορισμένες σχετικά μεγάλες αποκλίσεις που έχουμε λάβει μεταξύ θεωρητικών και πειραματικών τιμών της πυκνότητας (συνεπώς και του πορώδους), μπορούν να αποδοθούν:

- Στη μη επαρκή συμπίεση μεταξύ κόνεων και σωματιδίων, με αποτέλεσμα τη παρουσία μικροπορώδους στο εσωτερικό του σύνθετου υλικού ή/και

- Στην ανεπαρκή διευθέτηση των κόνεων Αλουμινίου κατά τη διάρκεια και του σταδίου της πυροσυσσωμάτωσης, με αποτέλεσμα, πάλι, την ύπαρξη πορώδους εντός της μητρικής δομής.

Ανάλογα με τις εφαρμοζόμενες πιέσεις, τροποποιείται και το τελικό αποτέλεσμα που προκύπτει. Παρατηρούμε, (Εικόνα 3.6), πως όσο αυξάνεται το ποσοστό της ενισχυτικής φάσης μέσα στο υλικό, αυξάνεται και η σχετική πυκνότητα αυτού. Αυτό, μπορεί να αποδοθεί κυρίως στο γεγονός πως όσο περισσότερο αυξάνεται η περιεκτικότητα του σύνθετου αφρού σε κενόσφαιρες, τόσες περισσότερες πιθανότητες υπάρχουν να σπάσει ένας αριθμός από αυτές. Το φαινόμενο που δημιουργείται σε τέτοιες περιπτώσεις, είναι οι κενόσφαιρες να έρχονται σε επαφή μεταξύ τους, δίχως η μεταλλική σκόνη να τις διαχωρίζει. Έτσι, τη στιγμή που εφαρμόζεται μεγάλη πίεση στο πορώδες συσσωμάτωμα, δεν υπάρχουν μεταλλικά σωματίδια να απορροφήσουν την πίεση, την οποία τελικά δέχονται ολοκληρωτικά οι κενόσφαιρες, που τελικώς οδηγούνται στη θραύση. Για το λόγο αυτό, πρέπει να δίνεται ιδιαίτερη προσοχή κατά την ανάδευση, έτσι ώστε να έχουμε ένα όσο το δυνατόν πιο ομογενοποιημένο μείγμα μεταλλικών κόνεων – κενοσφαιρών. Παρόμοια εξήγηση μπορεί να δοθεί και στο γεγονός πως όσο αυξάνεται το φορτίο της πίεσης που ασκείται, αυξάνεται και το δημιουργούμενο πορώδες στο εσωτερικό των ΣΜΑΑκ.

Γενικά, η απόκλιση μεταξύ των θεωρητικά υπολογιζόμενων τιμών και των προερχόμενων πειραματικά μπορεί να αποδοθεί και:

- σε απλοποιήσεις των παραπάνω Εξισώσεων που δεν μπορεί εύκολα να αποφευχθούν, λόγω περιπλοκότητας στους ακριβείς υπολογισμούς των θραυσμένων ή γεμισμένων με μητρικό υλικό κενοσφαιρών μέσα στο σύστημα και
- στο ότι όσο αυξάνεται το ποσοστό των κενοσφαιρών παρατηρείται μια ανεπάρκεια στο γέμισμα των ορίων των μεταλλικών σωματιδίων εφόσον ανάμεσά τους παρεμβάλλονται κενόσφαιρες. Όσο το ποσοστό των κενοσφαιρών αυξάνεται, αυτές έρχονται τόσο κοντά μεταξύ τους με αποτέλεσμα να παρεμποδίζεται ως έναν βαθμό η ένωση των μεταλλικών σωματιδίων και ως εκ τούτου η εξάλειψη των πόρων.

Έπειτα από εκτενή βιβλιογραφική έρευνα, έγινε κατανοητό πως πλήθος παραγόντων επηρεάζουν τις τελικές ιδιότητες των ΣΜΑΑκ, τα οποία προέρχονται από την τεχνική της κονιομεταλλουργίας. Οι παράμετροι διακρίνονται και μπορούν να ταξινομηθούν σε τρεις κατηγορίες:

- αυτοί οι οποίοι σχετίζονται με το μητρικό και ενισχυτικό υλικό (μέγεθος σωματιδίων, χημική σύσταση, πορώδες, ενεργότητα κ.λπ.),

- αυτοί οι οποίοι σχετίζονται με την παραγωγή του πορώδους συμπιέσματος (πυκνότητα συμπιέσματος, κατανομή πορώδους κ.λπ.) και
- αυτοί οι οποίοι σχετίζονται με τη θερμική διαδικασία (θερμοκρασία, ατμόσφαιρα, πίεση κ.λπ.) [25,27].

Από τις παραμέτρους που κατέχουν τον πρωταγωνιστικό ρόλο είναι φυσικά η θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης, η χημική σύσταση και το ποσοστό των εμπλεκόμενων μερών σε ένα Σύνθετο Υλικό Μεταλλικής Μήτρας, για αυτό και αποτελούν τις πιο σημαντικές μεταβλητές σε μια διαδικασία κονιομεταλλουργίας. Ένας από τους λόγους που αποτελούν παραμέτρους μείζονος σημασίας για το σύστημα, είναι το γεγονός πως επιδρούν στις ιδιότητες των ΣΜΑ τόσο σε μακροσκοπικό επίπεδο (π.χ. διατήρηση εξωτερικών διαστάσεων) όσο και σε μικροσκοπικό επίπεδο (π.χ. μικροδομή) [28].

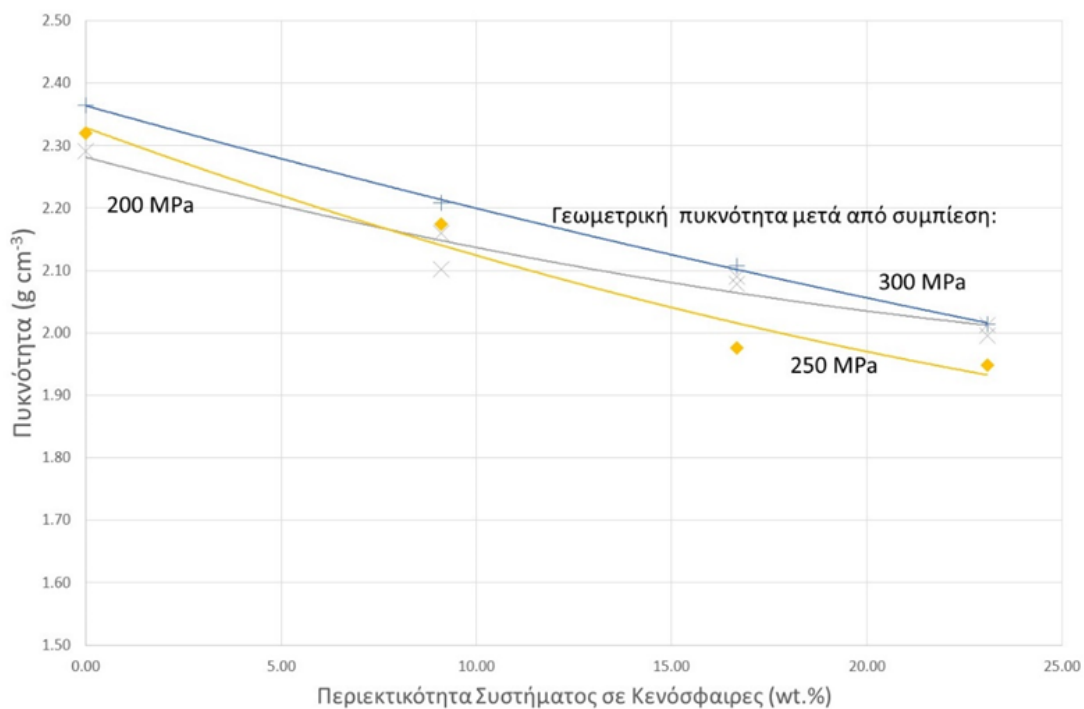
Όσον αφορά την επίδραση αυτών των χημικών αλληλεπιδράσεων και παραγόντων που συσχετίζονται με τις κενόσφαιρες στην παραγωγική διαδικασία της κονιομεταλλουργίας έχει παρατηρηθεί ένα μικρό ερευνητικό κενό. Το ίδιο ισχύει και για τις χημικές αλληλεπιδράσεις που αφορούν στον μηχανισμό ενοποίησης της δομής (ανάλυση σταδίων πυροσυσσωμάτωσης) των ΣΜΑΑκ. Έτσι για μια καλύτερη διερεύνηση των επιδράσεων αυτών, επί πλέον των ΣΜΑΑκ που παρήχθησαν με τελική θερμοκρασία στον κύκλο της κονιομεταλλουργίας 710 °C, παρήχθησαν και ΣΜΑΑκ με αντίστοιχες θερμοκρασίες 680 °C και 690 °C για κάθε ποσοστό κενοσφαιρών.

Όπως έχει αναφερθεί σε προηγούμενη ενότητα, το σχήμα των κενοσφαιρών είναι σχεδόν σφαιρικό και ως εκ τούτου οποιαδήποτε παρατηρούμενη διαφοροποίηση από το σφαιρικό σχήμα στα ΣΜΑΑκ (όπως μπορεί να παρατηρείται σε διάφορες Εικόνες) δεν μπορεί να αποδοθεί εξ ολοκλήρου στις συνθήκες παραγωγής τους.

4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ

4.1 Υπολογισμοί πυκνοτήτων – πορώδους

Στην Εικόνα 4.1 παρουσιάζονται οι γεωμετρικά προσδιοριζόμενες πυκνότητες των συμπιεσμένων δισκίων συναρτήσει της κατά βάρος περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες, για τις τρεις πιέσεις συμπίεσης 200, 250 και 300 MPa.



Εικόνα 4.1: Πυκνότητες συμπιεσμένων δειγμάτων συναρτήσει της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες για τρεις πιέσεις συμπίεσης (200, 250 και 300 MPa)

Αρχικά παρατηρείται πως αυξανόμενης της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες μειώνεται η ολική πυκνότητα. Αυτό είναι αναμενόμενο δεδομένου ότι οι κενόσφαιρες έχουν σαφώς μικρότερη πυκνότητα (0.7 g cm^{-3}) από το Αλουμίνιο (2.71 g cm^{-3}) και κατά συνέπεια η ολική πυκνότητα του μίγματος θα πρέπει να μειώνεται.

Στην περίπτωση του καθαρού μετάλλου (0 wt.%) η πυκνότητα αυξάνεται αυξανόμενης της πίεσης συμπίεσης, π.χ. από 2.32 g cm^{-3} στα 200 MPa μέχρι 2.37 g cm^{-3} στα 300 MPa. Η τάση αυτή παρόλο που είναι παρούσα δεν διαφαίνεται με σαφήνεια όσο αυξάνει η περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες. Ο λόγος είναι πως με την παρουσία των κενόσφαιρών αυξάνει η ψαθυρότητα των δειγμάτων με αποτέλεσμα να υπάρχει απώλεια μάζας από τα άκρα τόσο κατά την έξοδο από τη μήτρα συμπίεσης όσο και κατά τη μεταγενέστερη διαχείριση. Αυτό οδηγεί σε μεταβολή του

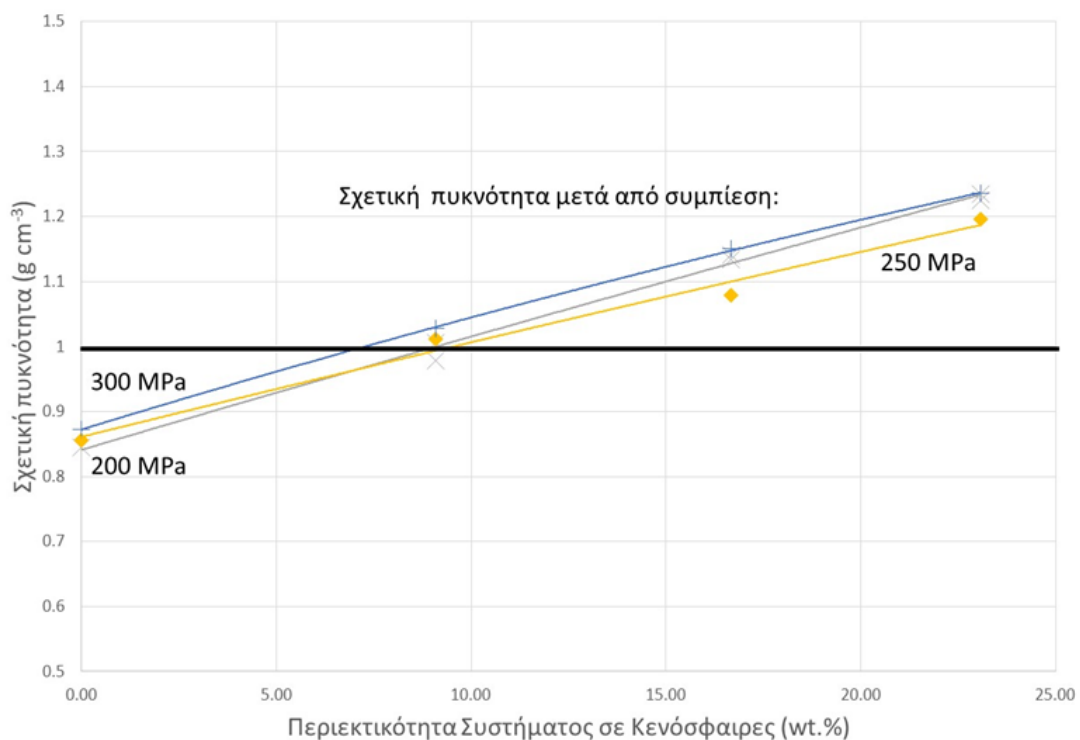
όγκου του δείγματος ο οποίος παρουσιάζει αποκλίσεις από αυτόν ενός τέλει κυλινδρικού σχήματος όπως υπολογίζεται στον γεωμετρικό προσδιορισμό πυκνότητας. Αυτά τα πειραματικά σφάλματα είναι πιθανόν ο κύριος λόγος που σε υψηλές πυκνότητες κενόσφαιρών δεν παρουσιάζεται συστηματική μεταβολή της πυκνότητας συναρτήσει της πίεσης συμπίεσης.

Για τον προσδιορισμό της σχετικής πυκνότητας (ρ_{th}) απαιτείται ο ορισμός και ο προσδιορισμός μιας θεωρητικής πυκνότητας. Προφανώς αυτή η θεωρητική πυκνότητα θα εξαρτάται από την περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες και θα υπολογίζεται από τη σχέση:

$$\rho_{th} = (v_{ceno} \times \rho_{ceno}) + (v_{al} \times \rho_{al})$$

όπου v_{ceno} , v_{al} και ρ_{ceno} , ρ_{al} είναι τα κλάσματα όγκου και οι θεωρητικές πυκνότητες των κενόσφαιρών και του Αλουμινίου, αντίστοιχα.

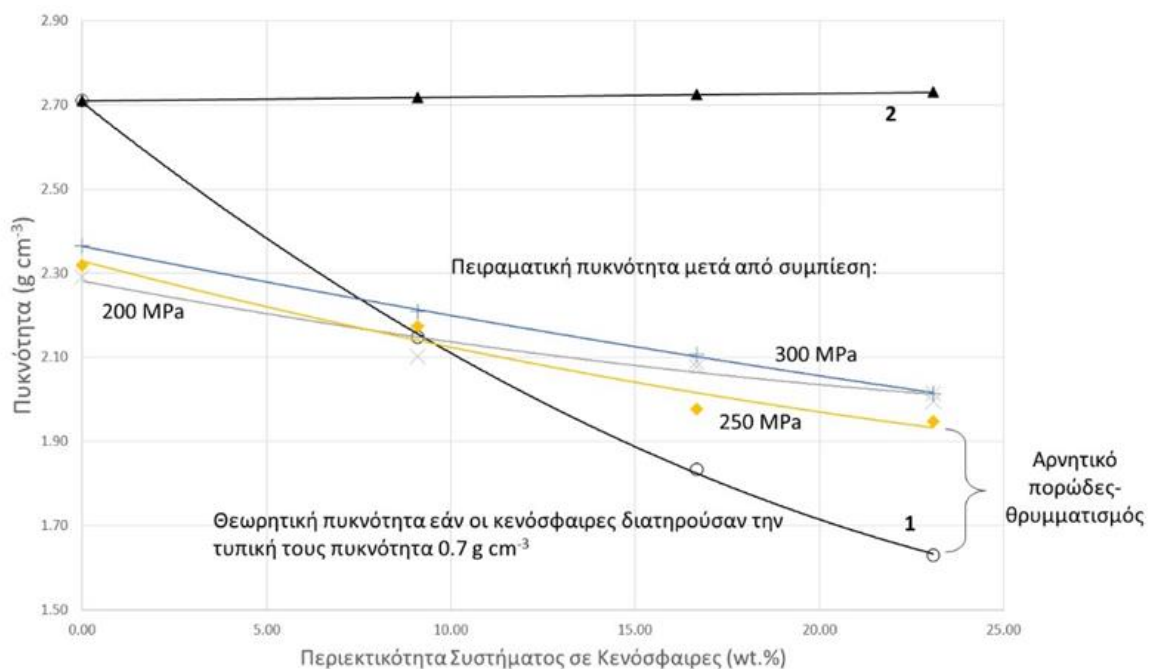
Χρησιμοποιώντας για τις κενόσφαιρες θεωρητική πυκνότητα 0.7 g cm^{-3} και για το Αλουμίνιο τη θεωρητική πυκνότητα 2.71 g cm^{-3} δημιουργούνται οι καμπύλες σχετικής πυκνότητας οι οποίες παρουσιάζονται στην Εικόνα 4.2.



Εικόνα 4.2: Σχετικές πυκνότητες συμπιεσμένων δειγμάτων συναρτήσει της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες για τρεις πιέσεις συμπίεσης (200, 250 και 300 MPa)

Από τα αποτελέσματα της Εικόνας 4.2 διαφαίνεται πως η σχετική πυκνότητα αυξάνεται αυξανόμενης της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες. Στο καθαρό Αλουμίνιο παρατηρούνται σχετικές πυκνότητες της τάξης του 85%, πράγμα που σημαίνει πως υπάρχει στο συμπιεσμένο δισκίο πορώδες της τάξης του 15%.

Με την εισαγωγή κενοσφαιρών στο μίγμα παρατηρείται το παράδοξο να εμφανίζονται σχετικές πυκνότητες μεγαλύτερες του 100% που σημαίνει ότι στα δείγματα υπάρχει «αρνητικό πορώδες». Πρόκειται για ένα υπολογιστικό παράδοξο το οποίο μπορεί να εξηγηθεί ως εξής:



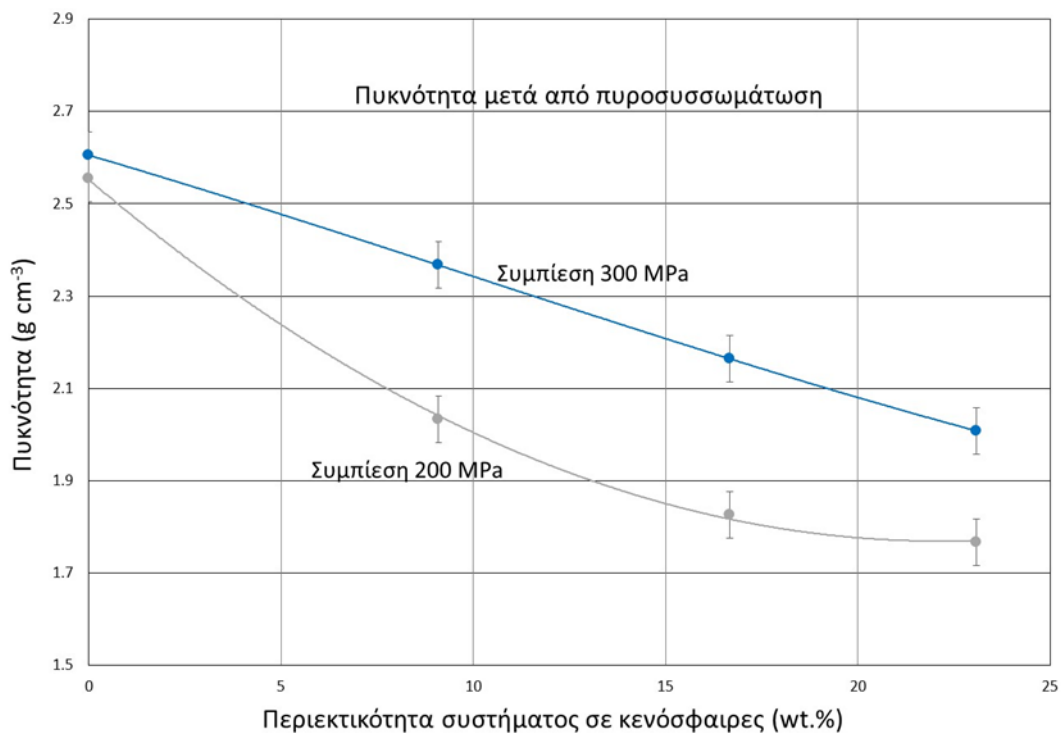
Εικόνα 4.3: Πυκνότητες συμπιεσμένων δειγμάτων συναρτήσει της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες για τρεις πιέσεις συμπίεσης (200, 250 και 300 MPa) με ταυτόχρονη παρουσίαση της θεωρητικής πυκνότητας

Στην Εικόνα 4.3 παρουσιάζονται οι πυκνότητες συμπίεσης καθώς και η θεωρητική πυκνότητα (καμπύλη 1) στη βάση της υπόθεσης πως οι κενόσφαιρες έχουν πυκνότητα 0.7 g cm^{-3} . Παρατηρείται πως η θεωρητική πυκνότητα μειώνεται έντονα καθώς αυξάνεται η περιεκτικότητα του συστήματος σε κενόσφαιρες και γίνεται μικρότερη από την πειραματικά προσδιοριζόμενη πυκνότητα. Αυτό σημαίνει πως η πραγματική θεωρητική πυκνότητα του συστήματος δεν είναι 0.7 g cm^{-3} αλλά μεγαλύτερη (μεταξύ 0.7 και 2.8 g cm^{-3} που είναι η πυκνότητα του Μουλίτη), και οφείλεται στο γεγονός πως ένα κλάσμα των κενοσφαιρών έχει θρυμματιστεί είτε

κατά την συμπίεση ή εκ των προτέρων. Έτσι το συστατικό «κενόσφαιρες» δεν έχει πυκνότητα 0.7 g cm^{-3} αλλά μεγαλύτερη.

Στην ακραία και θεωρητική περίπτωση που όλες οι κενόσφαιρες ήταν θρυμματισμένες σε σωματίδια χωρίς πορώδες και είχαν τη θεωρητική πυκνότητα του Μουλίτη, η θεωρητική πυκνότητα του συστήματος θα περιγραφόταν από την καμπύλη 2 της Εικόνας 4.3. Σε μια τέτοια περίπτωση θα υπολογίζαμε θετικό πορώδες της τάξης του 30% γιατί η πειραματική πυκνότητα είναι σαφώς μικρότερη της θεωρητικής.

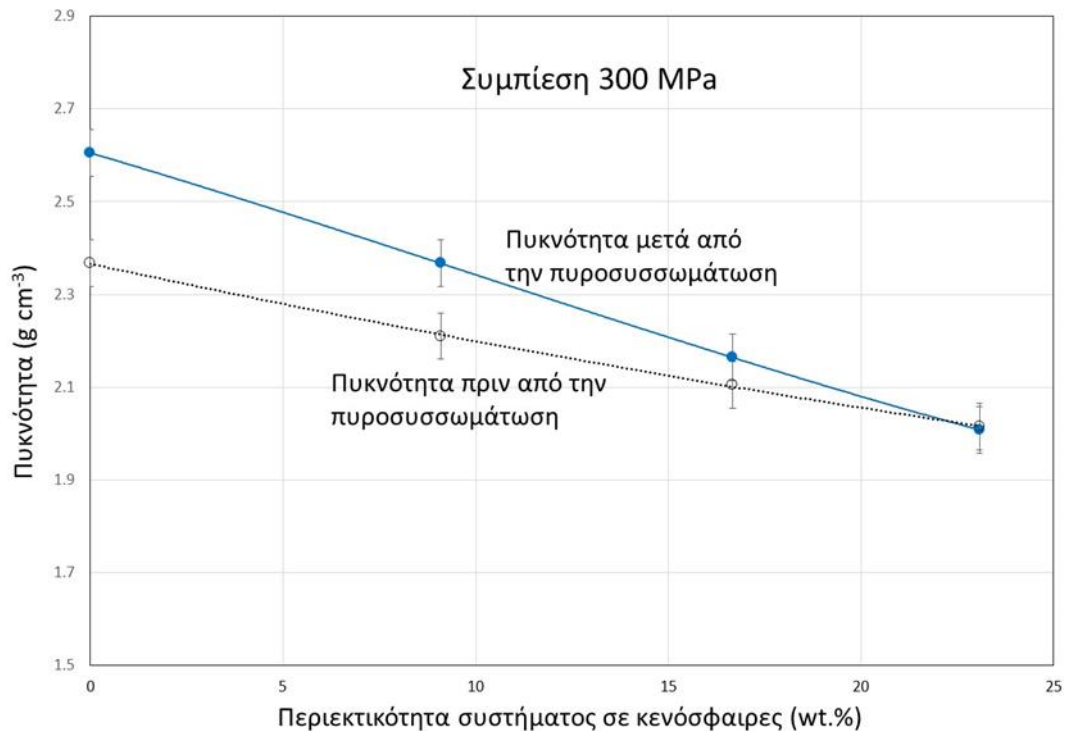
Στην Εικόνα 4.4 παρουσιάζονται οι πυκνότητες μετά την διεργασία της πυροσυσσωμάτωσης σε αδρανή ατμόσφαιρα αζώτου στους 680°C , συναρτήσει της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες και της πίεσης συμπίεσης.



Εικόνα 4.4: Πυκνότητες μετά την διεργασία της πυροσυσσωμάτωσης σε αδρανή ατμόσφαιρα αζώτου στους 680°C , συναρτήσει της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες και της πίεσης συμπίεσης.

Παρατηρείται πως αύξηση της πίεσης συμπίεσης οδηγεί σε μεγαλύτερες τελικές πυκνότητες κάτι που είναι αναμενόμενο δεδομένου ότι κατά κανόνα υψηλές πυκνότητες συμπίεσης οδηγούν σε υψηλότερους ρυθμούς πυροσυσσωμάτωσης και τελικά σε υψηλότερες πυκνότητες. Επίσης παρατηρείται πως όσο μεγαλύτερη η περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες τόσο μικρότερη η πυκνότητα. Αυτό είναι προφανές δεδομένου ότι όσο μεγαλύτερη η πυκνότητα των κενόσφαιρών τόσο μεγαλύτερο το κλάσμα του όγκου του δοκιμίου που καταλαμβάνεται από αέρα.

Στην Εικόνα 4.5 παρουσιάζονται συγκριτικά, για την πίεση συμπίεσης των 300 MPa, οι πυκνότητες πριν και μετά την πυροσυσσωμάτωση για διάφορες περιεκτικότητες σε κενόσφαιρες.



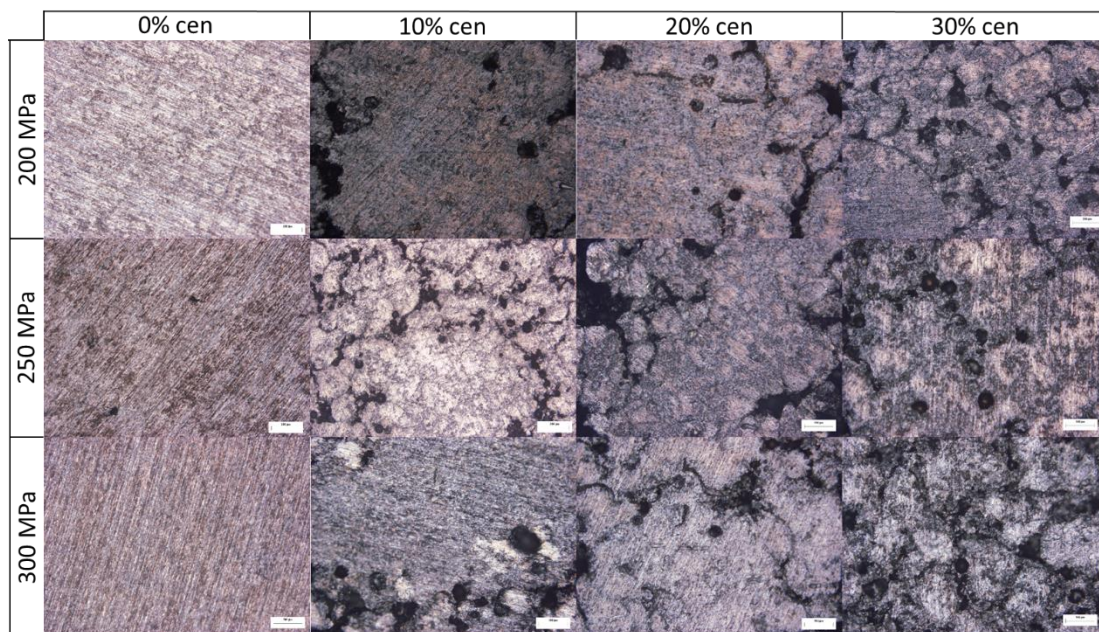
Εικόνα 4.5: Συγκριτικό διάγραμμα πυκνοτήτων πριν και μετά την πυροσυσσωμάτωση συναρτήσεως της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες για πίεση συμπίεσης 300 MPa.

Παρατηρείται πως αυξανόμενης της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες, μικραίνει η διαφορά πυκνοτήτων πριν και μετά την πυροσυσσωμάτωση. Αυτό σημαίνει πως μικραίνει ο ρυθμός πυκνοποίησης και εξάλειψης του πορώδους, δηλαδή οι κενόσφαιρες λειτουργούν ανασταλτικά στο ρυθμό πυροσυσσωμάτωσης των δοκιμίων. Για περιεκτικότητα κενόσφαιρών 30 wt.% φαινομενικά σχεδόν δεν υπάρχει διαφορά μεταξύ της πυκνότητας πριν και μετά την πυροσυσσωμάτωση.

4.2 Χαρακτηρισμός μικροδομής

4.2.1 Οπτική Μικροσκοπία

Στην Εικόνα 4.6 που ακολουθεί, παρουσιάζονται οι μικροδομές αντιπροσωπευτικών δειγμάτων ΣΜΑΑκ συναρτήσεως της περιεκτικότητας σε κενόσφαιρες (οριζόντιος άξονας) και συναρτήσεως της πίεσης που ασκήθηκε κατά τη συσσωμάτωση (κάθετος άξονας).



Εικόνα 4.6: Μικροδομή ΣΜΑΑκ για διάφορα ποσοστά % κ.ο. κενοσφαιρών και Ρc πίεσης (αντιπροσωπευτικά δείγματα στο οπτικό μικροσκόπιο).

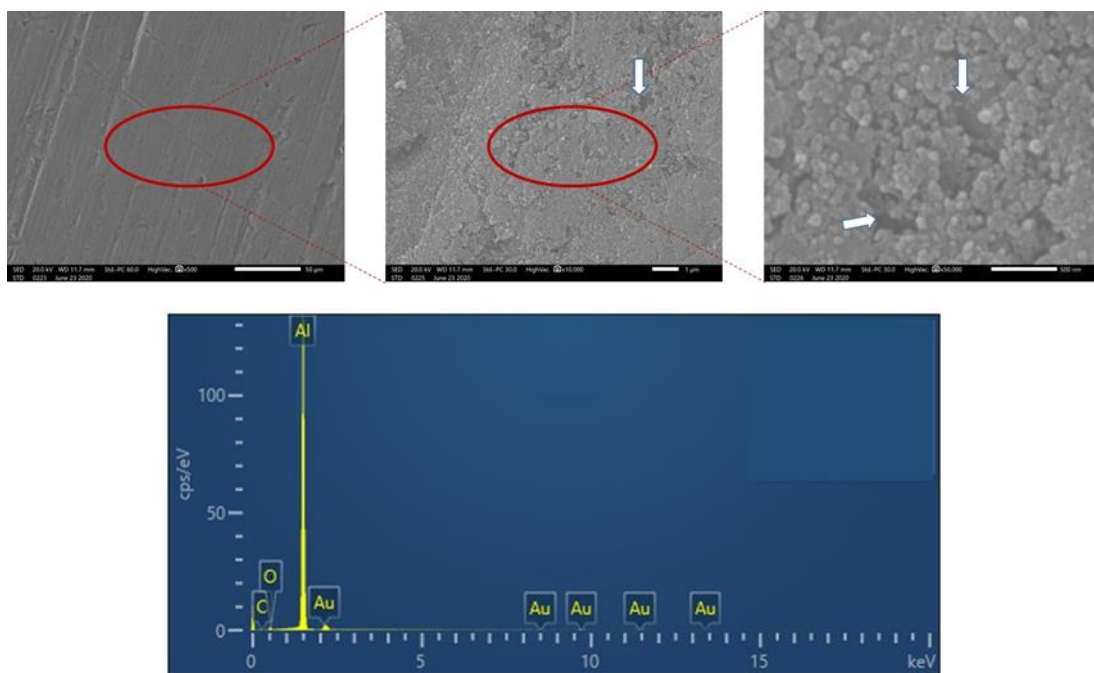
Τα δείγματα που δεν περιέχουν κενόσφαιρες χαρακτηρίζονται από μια σχετικά ομοιόμορφη μικροδομή με το λεγόμενο ακούσιο πορώδες να κατανέμεται ομοιόμορφα σε πολλούς μικρούς πόρους μεταξύ των σωματιδίων, οι οποίοι είναι κάπως δυσδιάκριτοι στις μεγεθύνσεις του οπτικού μικροσκοπίου. Σύμφωνα με τα δεδομένα πυκνότητας αυτό το ακούσιο πορώδες κυμαίνεται από 5 έως 14% μετά την πυροσυσσώματωση ανάλογα με την πίεση συμπίεσης.

Καθώς εισάγονται κενόσφαιρες στο μίγμα, η μικροδομή των δοκιμίων χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη σχετικά μεγάλων κενών τα οποία οφείλονται στις κενόσφαιρες. Η συγκέντρωση αυτού του πορώδους αυξάνεται, όπως αναμένεται, καθώς αυξάνεται η περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες, κάτι που είναι ορατό στην Εικόνα 4.6 καθώς μετακινούμαστε από αριστερά προς τα δεξιά. Αξίζει επίσης να αναφερθεί πως η συγκέντρωση των κενοσφαιρών δεν χαρακτηρίζεται από ομοιομορφία σε μικροσκοπικό επίπεδο. Παρατηρούνται σχετικά μεγάλες περιοχές με σχεδόν μηδενική συγκέντρωση κενοσφαιρών και παράλληλα κάποιες άλλες περιοχές όπου παρατηρείται συσσώρευση και υψηλή συγκέντρωση κενοσφαιρών. Δημιουργείται η εντύπωση κόκκων με συμπαγές εσωτερικό και υψηλή συσσώρευση κενοσφαιρών στα όριά τους.

4.2.2 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης

Για την αποκόμιση λεπτομερέστερης πληροφορίας σχετικά με τα μορφολογικά χαρακτηριστικά των δοκιμίων τα πυροσυσσωματωμένα δοκίμια εξετάστηκαν στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης.

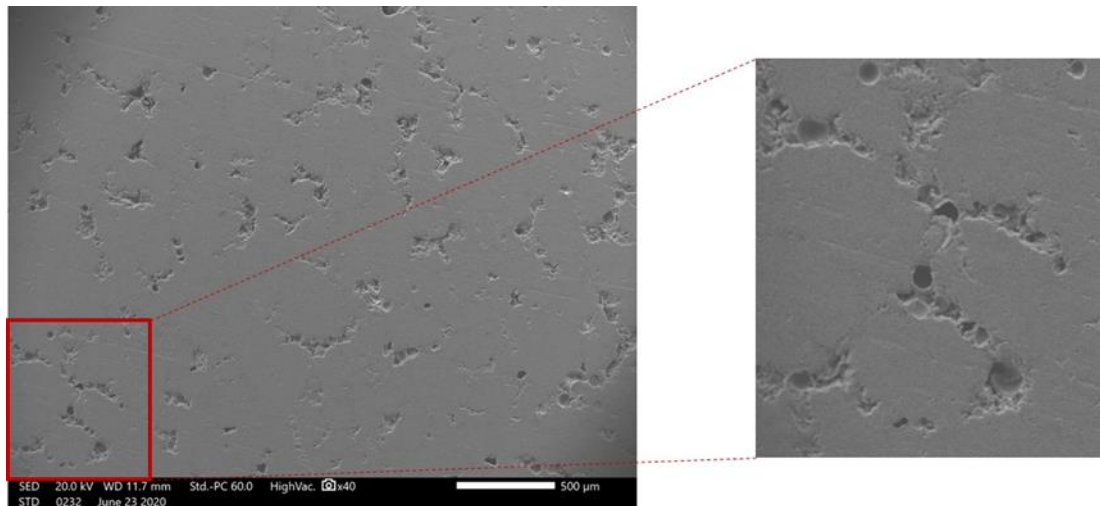
Στην Εικόνα 4.7 παρουσιάζονται τα μορφολογικά χαρακτηριστικά ενός δοκιμίου καθαρού Αλουμινίου. Το συγκεκριμένο δοκίμιο αναφέρεται σε πίεση συμπίεσης 250 MPa και θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης 680 °C. Τα χαρακτηριστικά της μικροδομής είναι όμως ανάλογα και στα δοκίμια καθαρού Αλουμινίου των άλλων πιέσεων που χρησιμοποιήθηκαν.



Εικόνα 4.7: Τυπικές εικόνες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου Αλουμινίου χωρίς την παρουσία της ενισχυτικής φάσης (Πίεση 250 MPa Θερμοκρασία 680°C), Κάτω: Φάσμα ενεργειακής ανάλυσης ακτίνων x

Σε συμφωνία με τις παρατηρήσεις του οπτικού μικροσκοπίου παρατηρούμε και εδώ μια σχετικά ομογενοποιημένη μικροδομή η οποία χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη κάποιου πορώδους (Εικόνα 4.7, γ) που αφορά στο λεγόμενο ακούσιο πορώδες (ενδεικτικά βέλη στις Εικόνες). Στη μικροδομή των πυροσυσσωματωμένων δοκιμίων δεν είναι η δυνατή πλέον η διάκριση μεταξύ μικρών και μεγάλων σωματιδίων από τους δύο τύπους κόνων που χρησιμοποιήθηκαν. Ενεργειακή ανάλυση ακτίνων x έδειξε, όπως άλλωστε αναμενόταν, την ύπαρξη μόνο Αλουμινίου (στα πλαίσια των ορίων ανιχνευσιμότητας της μεθόδου).

Στις Εικόνες 4.8(α) και (β) παρουσιάζεται εποπτική εικόνα της μικροδομής δοκιμίου με λόγο μαζών κενοσφαιρών/Αλουμινίου 10/100, πίεση συμπίεσης 200 MPa και θερμοκρασία έψησης στους 680 °C.

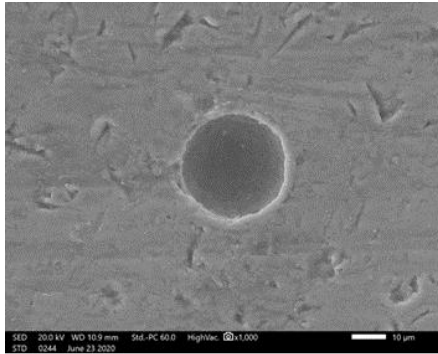


Εικόνα 4.8: Χαρακτηριστικά μικροδομής δοκιμίου περιεκτικότητας 10% σε κενόσφαιρες, συμπιεσμένου σε 200 MPa και ψημένο σε θερμοκρασία 680°C)

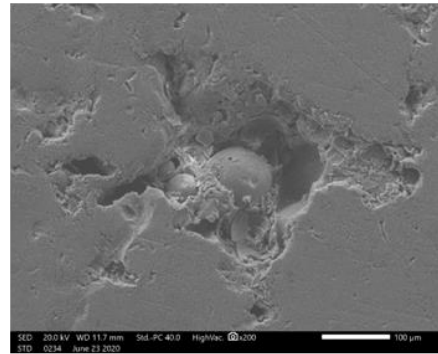
Τα γενικά χαρακτηριστικά της μικροδομής που παρουσιάζεται στην Εικόνα 4.8 είναι γενικά κοινά για όλα τα δοκίμια και ως εκ τούτου συζητούνται ενιαία.

Σε αντίθεση με τα χαρακτηριστικά του καθαρού Αλουμινίου (Εικόνα 4.7) εδώ είναι ορατές οι διαταραχές που προκαλεί στη μικροδομή η παρουσία των κενοσφαιρών. Οι κενόσφαιρες δεν παρουσιάζουν ομοιόμορφη κατανομή. Ένα σχετικά μικρό κλάσμα τους είναι μεμονωμένο ενώ το μεγαλύτερο μέρος τους είναι συσσωρευμένο σε ομάδες οι οποίες περιβάλλουν νησίδες (κόκκους) υψηλής πυκνότητας που αποτελούνται μόνο από το μέταλλο. Η παρατήρηση αυτή είναι σε συμφωνία με αντίστοιχες παρατηρήσεις μέσω οπτικής μικροσκοπίας.

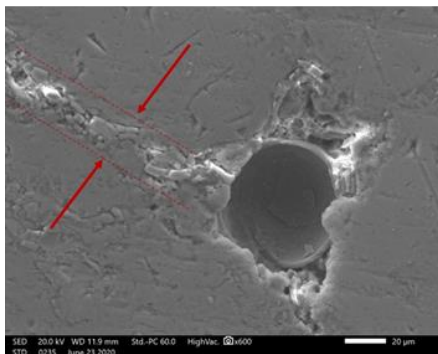
Κάπως λεπτομερέστερες εικόνες εντός των διαταραχών παρουσιάζονται στην Εικόνα 4.9 που ακολουθεί.



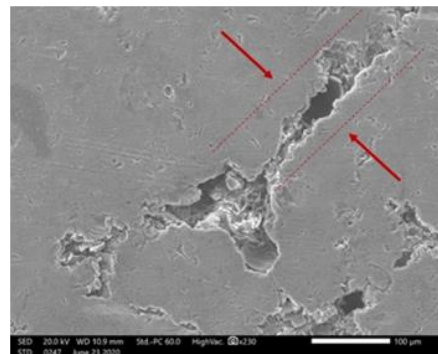
Μεμονωμένη κενόσφαιρα εντός μεταλλικής μήτρας



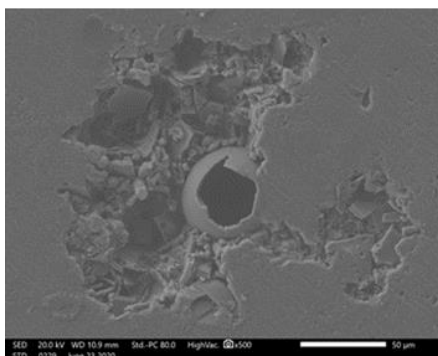
Ολόκληρες και θραυσμένες κενόσφαιρες εντός ενός συσσωματώματος κενόσφαιρών



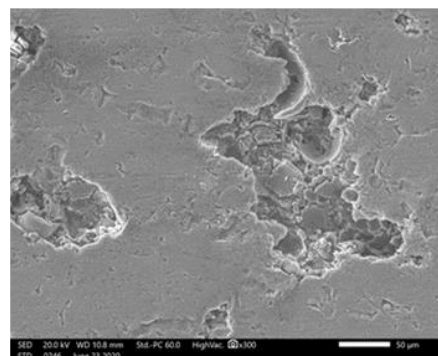
Θραύσματα κενόσφαιρών στο όριο συνάντησης δύο κόκκων Αλουμινίου



Θραύσματα κενόσφαιρών στο όριο συνάντησης δύο κόκκων Αλουμινίου



Ολόκληρες και θραυσμένες κενόσφαιρες εντός ενός συσσωματώματος κενόσφαιρών



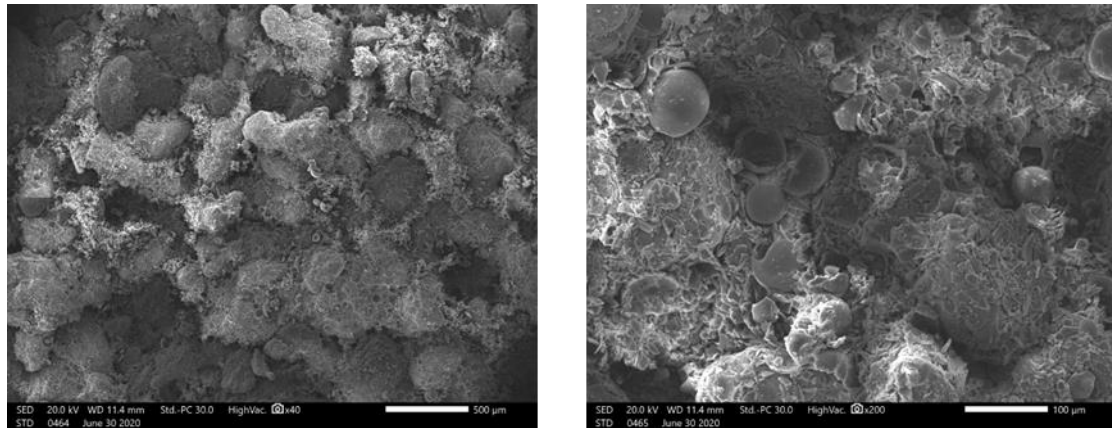
Ολόκληρες και θραυσμένες κενόσφαιρες εντός ενός συσσωματώματος κενόσφαιρών

Εικόνα 4.9: Χαρακτηριστικές φωτογραφίες μικροδομής συσσωματωμάτων κενόσφαιρών

Οι παραπάνω παρατηρήσεις ερμηνεύουν και το φαινόμενο του «αρνητικού πορώδους» που υπολογίστηκε σε προηγούμενη παράγραφο και οδηγούν στην ακόλουθη περιγραφή. Κατά τη συμπίεση του αρχικά ομογενούς μη συμπιεσμένου μίγματος οι κενόσφαιρες πλησιάζουν η μια την άλλη εξωθώντας τα πολύ μικρότερα σωματίδια της σκόνης Αλουμινίου. Η διαδικασία αυτή οδηγεί και σε θραύση ενός σημαντικού αριθμού κενόσφαιρών. Αυτό σημαίνει πως κατά την εκτίμηση μιας

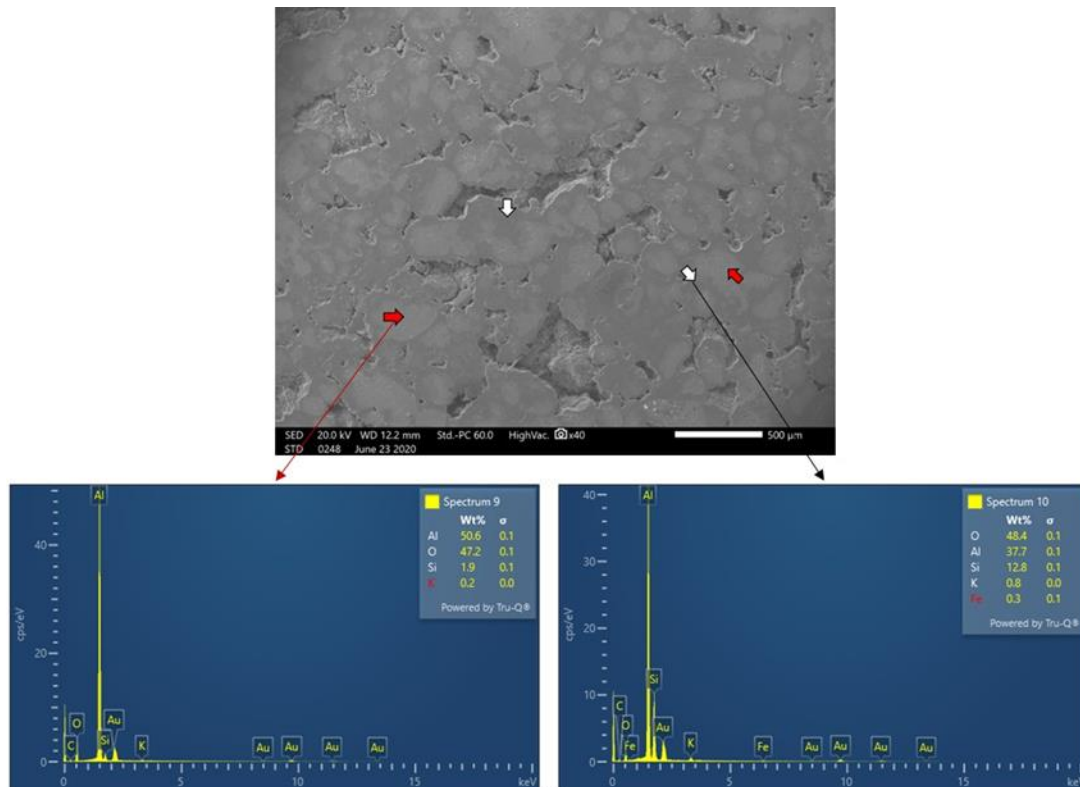
θεωρητικής πυκνότητας, η τιμή 0.7 g cm^{-3} για την φάση των κενοσφαιρών δεν είναι απόλυτα σωστή γιατί δεν αντιπροσωπεύει την πραγματική πυκνότητα της φάσης.

Για να διαπιστωθεί κατά πόσο η συσσώρευση των κενοσφαιρών λαμβάνει χώρα κατά την συμπίεση και όχι κατά την έψηση, πραγματοποιήθηκε μικροσκοπική εξέταση δοκιμίου μετά την συμπίεση. Ενδεικτικά αποτελέσματα παρουσιάζονται στην Εικόνα 4.10.



Εικόνα 4.10: (α): Επισκοπική φωτογραφία μικροδομής συμπιεσμένου δοκιμίου όπου διακρίνονται τα μεγάλα σωματίδια Αλουμινίου, τα μικρότερα καθώς και οι κενόσφαιρες (β) φωτογραφία μεγαλύτερης μεγέθυνσης όπου διαπιστώνεται η ύπαρξη θραυσμένων κενοσφαιρών μεταξύ των μεγάλων σωματιδίων Αλουμινίου

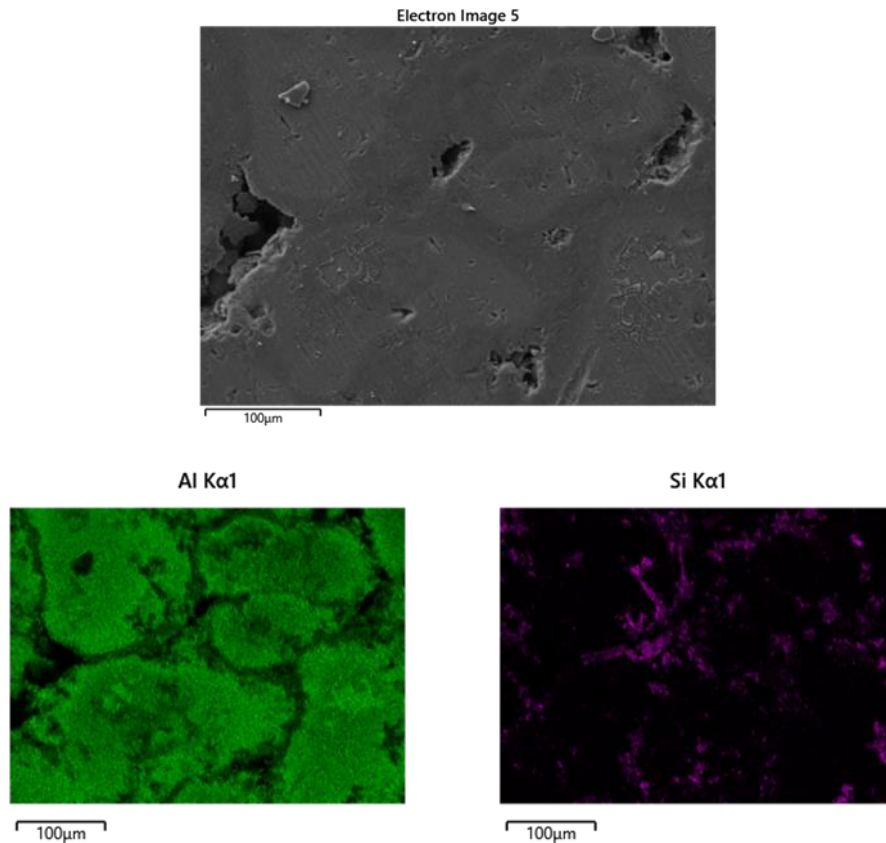
Η θραύση των κενοσφαιρών ενισχύει και ένα άλλο φαινόμενο, αυτό της διάχυσης του Πυριτίου στη μήτρα Αλουμινίου.



Εικόνα 4.11: (Πάνω) Μικροδομή δείγματος με 20% περιεκτικότητα κ.ο. σε κενόσφαιρες. Θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης 680 °C για 2h. Εφαρμοζόμενη πίεση 300 MPa. Με άσπρα βέλη σημειώνεται η ανοιχτόχρωμη φάση της μητρικής δομής, ενώ με κόκκινα η σκουρόχρωμη περιοχή στην οποία έχει πραγματοποιηθεί διάχυση Πυριτίου (Si), (Κάτω) Φάσματα ενεργειακής ανάλυσης ακτίνων x που αποδίδουν τις διαφορετικές περιεκτικότητες σε πυρίτιο των δύο περιοχών.

Παρατηρώντας τη μικροδομή της Εικόνας 4.11 παρατηρούμε μια συστηματική μεταβολή στην αντίθεση (contrast) των νησίδων Αλουμινίου. Το κέντρο παρουσιάζεται ανοιχτόχρωμο ενώ περιμετρικά περιβάλλονται από μια σκουρόχρωμη ζώνη. Τυπικές ενεργειακές αναλύσεις αυτών των δύο περιοχών παρουσιάζονται επίσης στο κάτω μέρος της Εικόνας 4.11. Από τις αναλύσεις αυτές διαπιστώθηκε μια σημαντική μεταβολή στην περιεκτικότητα σε Πυρίτιο μεταξύ αυτών των δύο περιοχών. Οι ανοιχτόχρωμες περιοχές χαρακτηρίζονται από περιεκτικότητες σε Πυρίτιο όχι μεγαλύτερες από 2 wt.% ενώ οι σκουρόχρωμες ζώνες χαρακτηρίζονται από περιεκτικότητες σε Πυρίτιο της τάξης του 12-15%. Η διαφορά αυτή διαπιστώθηκε σε επαναλαμβανόμενες μετρήσεις και είναι σαφώς μεγαλύτερη από το πειραματικό σφάλμα της μεθόδου. Το συμπέρασμα στο οποίο οδηγούμαστε είναι πως οι θραυσμένες κενόσφαιρες κατά μήκος των ορίων των κόκκων του Αλουμινίου αποτελούν πηγή από την οποία λαμβάνει χώρα διάχυση Πυριτίου στο εσωτερικό των κόκκων. Αυτή η διάχυση κατά πάσα πιθανότητα θα επηρεάσει τις μηχανικές ιδιότητες του Αλουμινίου.

Για να πιστοποιηθεί περισσότερο η σχέση μεταξύ διάχυσης Πυριτίου και χρωματικής αντίθεσης πραγματοποιήθηκε χαρτογράφηση περιοχής με ενεργειακή ανάλυση ακτίνων x. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στην Εικόνα 4.12.



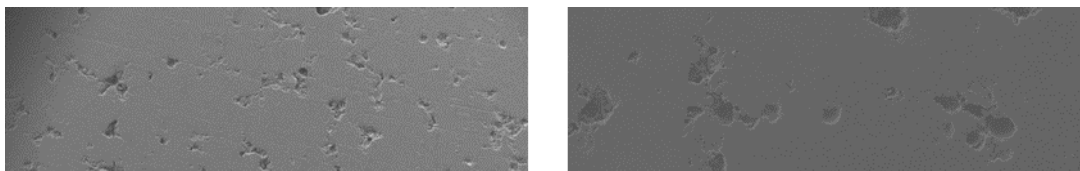
Εικόνα 4.12: Χαρτογράφηση δείγματος περιεκτικότητας 20% σε κενόσφαιρες με ενεργειακή ανάλυση ακτίνων X. Παρατήρηση του φαινομένου διάχυσης πυριτίου και προβολή του με χρωματική αντίθεση. Με πράσινο χρώμα απεικονίζεται το Αλουμίνιο, με μωβ χρώμα το Πυρίτιο.

Από τα αποτελέσματα της Εικόνας 4.12 παρατηρούμε πως οι σκουρόχρωμες ζώνες συνδέονται με σαφή μείωση της έντασης του σήματος Αλουμινίου (άρα με την περιεκτικότητά του) ενώ παράλληλα αυξάνει η ένταση του Πυριτίου (το σήμα του οποίου είναι ασθενέστερο λόγω της μικρότερης, σε σχέση με το Αλουμίνιο, περιεκτικότητάς του).

4.2.3 Επίδραση της ατμόσφαιρας έψησης

Σε προηγούμενη ενότητα έχει αναφερθεί, πως οι συνθήκες πυροσυσσωμάτωσης των δοκιμίων για την αποφυγή οξειδωσης, προϋποθέτουν τη δημιουργία ατμόσφαιρας αδρανούς αερίου. Ένας από τους βασικότερους λόγους, είναι όπως έχουμε ξαναπεί [22], πως η παρουσία κάποιου αδρανούς αερίου, όπως Αργό (Ar) ή Άζωτο (N) κατά την διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης ευνοεί την ως έναν βαθμό εξάλειψη των πόρων στο μητρικό υλικό. Στην πράξη, έγινε η χρήση και των δυο αερίων, στα πλαίσια της προσπάθειας επίτευξης του βέλτιστου αποτελέσματος. Ταυτόχρονα, στόχος ήταν η παρακολούθηση τυχόν διαφορών στη μικροδομή των δειγμάτων (εάν και εφόσον παρατηρούνται), οι οποίες προέρχονταν λόγω της ατμόσφαιρας έψησης.

Κατά την πυροσυσσωμάτωση των δοκιμίων η θερμοκρασία παρέμεινε σταθερή, με τη μόνη μεταβαλλόμενη παράμετρο του συστήματος να είναι αυτή της ατμόσφαιρας. Στην εικόνα 4.13(α και β) παρατίθενται φωτογραφίες δοκιμίων με την ίδια περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες (10 g /100 g Al), ίδια πίεση συμπίεσης (250 MPa) ίδια θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης (710°C), αλλά διαφορετική ατμόσφαιρα. Η έψηση του δοκιμίου της Εικόνας 4.13(α) πραγματοποιήθηκε σε ατμόσφαιρα Αζώτου ενώ η έψηση του δοκιμίου της Εικόνας 4.13(β) πραγματοποιήθηκε σε ατμόσφαιρα Αργού.

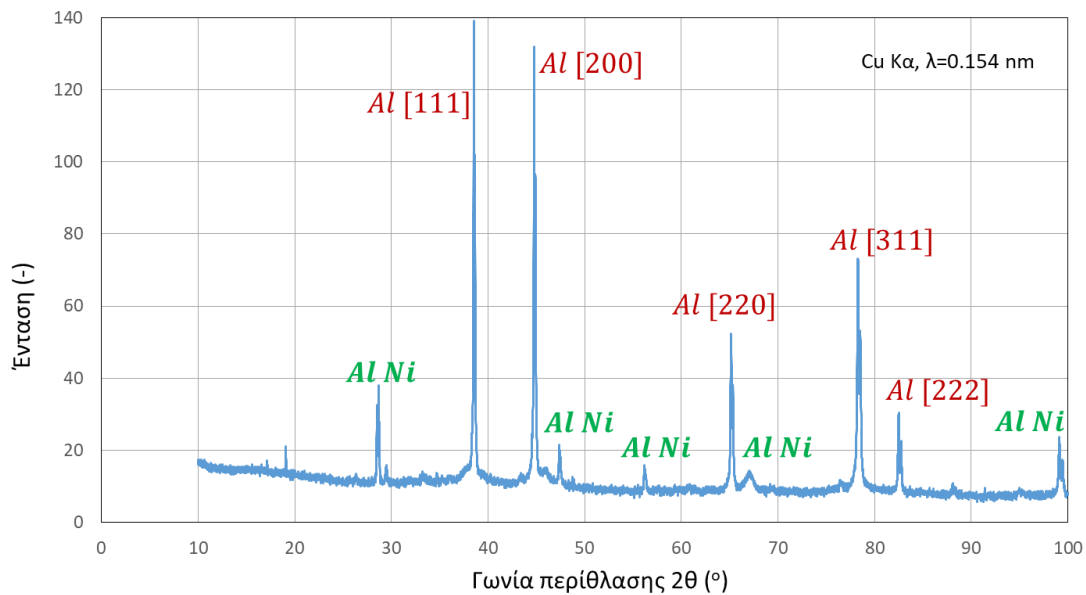


Εικόνα 4.13: Φωτογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης τυπικής μικροδομής δοκιμίων με περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες (10g/100g Al), πίεση συμπίεσης 250 MPa και θερμοκρασία έψησης 710° C σε ατμόσφαιρα (α) Αζώτου και (β) Αργού.

Από τις Εικόνες παρατηρείται πως η έψηση σε Αργό οδηγεί σε μικρότερο ακούσιο πορώδες από την έψηση σε Άζωτο.

Ένας πιθανός λόγος μπορεί να είναι ο σχηματισμός Νιτριδίων του Αλουμινίου όταν η έψηση γίνεται σε ατμόσφαιρα Αζώτου. Το φαινόμενο αυτό έδειχνε να μεταβάλλεται ανάλογα με την περιεκτικότητα των δοκιμίων σε κενόσφαιρες. Πιο συγκεκριμένα, όσο λιγότερες ήταν οι κενόσφαιρες στο εσωτερικό της μήτρας του Σύνθετου υλικού, τόσο πιο έντονη και εκτενής ήταν η δημιουργία των Νιτριδίων του Αλουμινίου και αντίστροφα.

Στην Εικόνα 4.14 παρουσιάζεται μέτρηση περίθλαση ακτίνων Χ σε δοκίμιο πυροσυσσωματωμένο σε ατμόσφαιρα Αζώτου στην οποία διακρίνονται χαρακτηριστικές κορυφές Νιτριδίων του Αργιλίου.

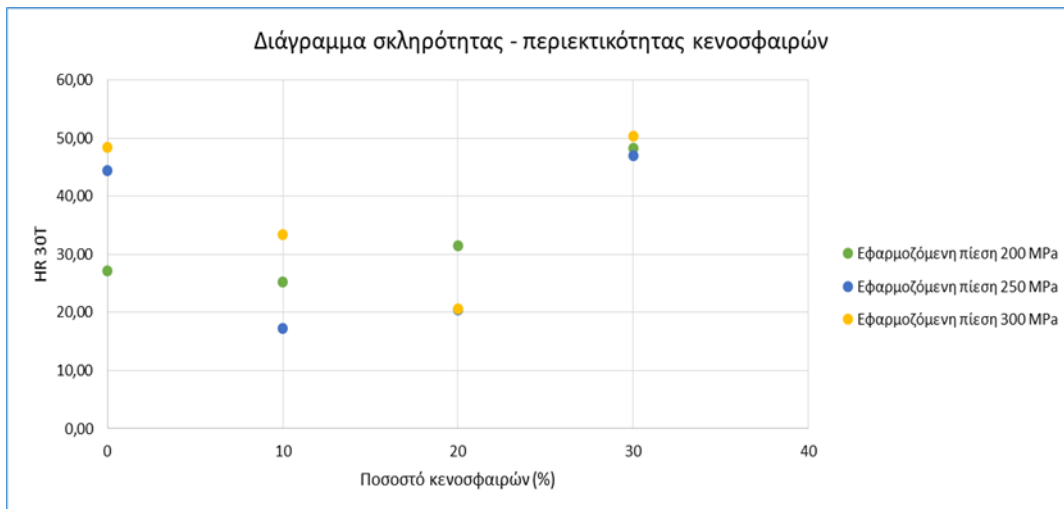


Εικόνα 4.14: Διάγραμμα περίθλασης ακτίνων Χ (XRD) σε δοκίμιο πυροσυσσωματωμένο σε ατμόσφαιρα Αζώτου στο οποία διακρίνονται χαρακτηριστικές κορυφές Νιτριδίων του Αργιλίου

Καθώς η ατμόσφαιρα έψησης προσδιορίζει σε κάποιο βαθμό τις μηχανικές ιδιότητες των υλικών, προφανώς έχει κομβική σημασία η επιλογή της. Μια ατμόσφαιρα μπορεί να προσδίδει καλύτερες ιδιότητες σε ένα σύνθετο υλικό, καθιστώντας το όμως πιο ψαθυρό, ενώ αντίθετα μια άλλη ατμόσφαιρα μπορεί να διαμορφώσει το υλικό σε πιο όλκιμο, με χαμηλότερες μηχανικές ιδιότητες. Στην παρούσα έρευνα, για λόγους καθαρότητας της μικροδομής αλλά και της διαδικασίας της πυροσυσσωμάτωσης γενικότερα, προτιμήθηκε η έψηση σε ατμόσφαιρα Αργού.

4.3 Αποτελέσματα δοκιμών σκληρότητας

Στην Εικόνα 4.15 παριστάνονται σε μορφή διαγράμματος οι τιμές της μικροσκληρομέτρησης που πραγματοποιήθηκε στα δείγματα ΣΜΑΑκ. Οι δοκιμές εφαρμόστηκαν σε διάφορες αποστάσεις από το τοίχωμα των κενοσφαιρών προς το μητρικό υλικό για κάθε δείγμα.



Εικόνα 4.15: Τιμές σκληρομέτρησης δειγμάτων σε τρεις διαφορετικές πιέσεις και σε περιεκτικότητες 0, 10, 20 και 30% σε κενόσφαιρες

Εντός των ορίων του πειραματικού σφάλματος η ελάχιστη τιμή μικροσκληρότητας (17,20 HR30T) προκύπτει για $V_{\text{ceno}} = 10\%$ κ.ο. και $P_c = 200$ MPa ενώ η μέγιστη τιμή (50,40 HR30T) για $V_{\text{ceno}} = 30\%$ κ.ο. και $P_c = 300$ MPa.

Γενικότερα, παρατηρείται η ύπαρξη κάποιου ελαχίστου σκληρότητας για περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες 10 g /100 g Al. Πιθανόν σε μικρές περιεκτικότητες κενοσφαιρών να κυριαρχεί η μείωση της πυκνότητας (λόγω της παρουσίας κενοσφαιρών), ενώ σε μεγαλύτερες περιεκτικότητες οι μετρήσεις σκληρότητας επηρεάζονται σημαντικά από την παρουσία των νησίδων με τα σχετικά σκληρά συσσωματώματα κενοσφαιρών. Σημαντική πειραματική ένδειξη προς αυτήν την κατεύθυνση ήταν το γεγονός πως όσο αυξανόταν η περιεκτικότητα σε κενόσφαιρες μέσα στο υλικό, λαμβάναμε μερικές μεγάλες τιμές σκληρότητας οι οποίες είχαν αρκετή απόκλιση από τον μέσο όρο των τιμών των υπόλοιπων μετρήσεων.

Αξιοσημείωτο είναι επίσης πως στα καθαρά δοκίμια τα οποία αποτελούνται μόνο από σκόνη Αλουμινίου η σκληρότητα αυξάνει με την πίεση συμπίεσης και τελικά με την τελική πυκνότητα του δείγματος. Η συστηματική αυτή σειρά διαταράσσεται καθώς εισέρχονται κενόσφαιρες στα δοκίμια και αυξάνει η περιεκτικότητά τους.

4.4 Προτάσεις για περαιτέρω μελέτη

Από τα αποτελέσματα αυτής της διπλωματικής εργασίας διαφαίνεται πως κομβικής σημασίας είναι η επίτευξη ομογενοποιημένης κατανομής άθραυστων κενοσφαιρών εντός της μεταλλικής μήτρας μετά τη συμπίεση. Οι δυνάμεις που εξασκούνται κατά την συμβατική συμπίεση είναι όπως αποδεικνύεται από τα αποτελέσματα αρκετά ισχυρές με αποτέλεσμα ένα σημαντικό ποσοστό κενοσφαιρών

(από τις πυκνότητες εκτιμάται γύρω στο 40%) να υφίσταται θραύση. Η χρήση μικρότερων δυνάμεων συμπίεσης οδηγεί σε συμπιεσμένα δοκίμια ουσιαστικά χωρίς καμιά μηχανική συνοχή και επιπρόσθετα οδηγεί σε πολύ χαμηλές σχετικές πυκνότητες (και κατά συνέπεια μηχανικές ιδιότητες) μετά την έψηση. Για να αντιμετωπιστεί προτείνεται:

- Η μελέτη της εισαγωγής πλαστικοποιητών (binders) και λιπαντικών (lubricants) που ελαττώνουν τις δυνάμεις τριβής σωματιδίων-σωματιδίων ή σωματιδίων μήτρας, ευνοούν την ολίσθηση και πιθανόν να οδηγήσουν σε πιο ομογενή κατανομή κενοσφαιρών στη μήτρα. Πρόκειται για οργανικές ουσίες (π.χ. πολυβινυλική αλκοόλη, τυλόζη ή στεατικό ψευδάργυρο) οι οποίες αποσυντίθενται σε θερμοκρασίες κοντά στους 300° C χωρίς να αφήνουν ανθρακικό υπόλειμμα στο δοκίμιο. Η βέλτιστη περιεκτικότητα θα προσδιορισθεί μετά από πειραματική μελέτη.
- Η εισαγωγή των πλαστικοποιητών μπορεί να πραγματοποιηθεί με παράλληλη εισαγωγή ενός επιπλέον διεργασιακού σταδίου όπως αυτό της συσσωμάτωσης (granulation) κατά το οποίο οι σκόνη των σωματιδίων-κενοσφαιρών μετασχηματίζεται σε σφαιροειδείς σβώλους σωματιδίων-κενοσφαιρών μεγέθους μερικών εκατοντάδων μικρομέτρων, εντός των οποίων τα σωματίδια και οι κενόσφαιρες συγκρατούνται με τον πλαστικοποιητή. Με αυτόν τον τρόπο επιτυγχάνονται καλύτερες ρεολογικές ιδιότητες στην σκόνη και καλύτερες ιδιότητες συμπίεσης (επιτυγχάνονται υψηλότερες πυκνότητες σε μικρότερες πιέσεις).
- Η εισαγωγή των πλαστικοποιητών μπορεί επίσης να πραγματοποιηθεί με εκτέλεση της διεργασίας συμπίεσης σε υψηλότερες θερμοκρασίες, δηλαδή σε θερμοκρασίες μεγαλύτερες από τη θερμοκρασία υαλώδους μετάπτωσης του πολυμερούς. Αυτό θα έχει επίσης ως αποτέλεσμα την επίτευξη υψηλότερων πυκνοτήτων σε χαμηλότερες πιέσεις.
- Επίσης, αξίζει να διερευνηθεί η ανάπτυξη διεργασιών μορφοποίησης οι οποίες δεν κάνουν χρήση μηχανικής δύναμης. Μια τέτοια είναι για παράδειγμα η μορφοποίηση μέσω καθίζησης (υποβοηθούμενης και από κενό) από υδατικό αιώρημα σωματιδίων-νανοσφαιρών η οποία οδηγεί σε δοκίμια εξαιρετικά υψηλής πυκνότητας, χωρίς την επιβολή πίεσης η οποία οδηγεί σε θραύση κενοσφαιρών.

Τέλος η διάχυση του Πυριτίου από τις κενόσφαιρες προς το εσωτερικό των κόκκων της μεταλλικής μήτρας είναι ένα φαινόμενο που θα πρέπει να μελετηθεί. Κατά πρώτο λόγο για το αν είναι συνέπεια της θραύσης κατά δεύτερο για την επίδραση που έχει το Πυρίτιο στη μηχανική συμπεριφορά του σύνθετου υλικού.

5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Η ανάπτυξη σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας με δευτερεύουσα φάση κενόσφαιρες αποτελεί μια σχετικά νέα κατηγορία σύνθετων υλικών. Σε αυτήν την διπλωματική εργασία μελετήθηκαν υλικά μήτρας Αλουμινίου με κενόσφαιρες που παρασκευάστηκαν με τεχνικές κονιομεταλλουργίας.

- Η τεχνική της συμπίεσης αποδείχθηκε πως είναι ιδιαίτερα κρίσιμη. Μικρές πιέσεις συμπίεσης οδηγούν σε δοκίμια με πολύ χαμηλές πυκνότητες. Σχετικά υψηλές πιέσεις συμπίεσης έχουν σαν αποτέλεσμα αφενός τη δημιουργία συσσωματωμάτων κενόσφαιρών αφετέρου τη θραύση σημαντικού ποσοστού κενόσφαιρών. Συνίσταται η βελτίωση της τεχνικής συμπίεσης με την χρήση πλαστικοποιητών και λιπαντικών καθώς και η μελέτη άλλων τεχνικών μορφοποίησης που δεν κάνουν χρήση μεγάλων δυνάμεων.
- Στην περίπτωση χρήσης κενόσφαιρών Μουλίτη κατά την έψηση παρατηρήθηκε διάχυση Πυριτίου από τις κενόσφαιρες προς το εσωτερικό του κόκκου της μεταλλικής μήτρας. Δεν είναι γνωστό αν το φαινόμενο είναι συνέπεια της θραύσης ή αν θα ελάμβανε χώρα και με πλήρεις μη θραυσμένες κενόσφαιρες, αναμένεται όμως να επηρεάσει τη μηχανική συμπεριφορά των υλικών και προτείνεται η περαιτέρω διερεύνησή του.
- Οπτική παρατήρηση εικόνων ηλεκτρονικής μικροσκοπίας οδηγεί στο συμπέρασμα πως η έψηση σε ατμόσφαιρα Αργού οδηγεί σε μεταλλική μήτρα με μικρότερο ακούσιο πορώδες σε σχέση με ατμόσφαιρα Αζώτου. Είναι πολύ πιθανό αυτό να οφείλεται στο σχηματισμό Νιτριδίων του Αλουμινίου τα οποία επιδρούν ανασταλτικά στην περαιτέρω πυροσυσσωμάτωση του υλικού.
- Οι μετρήσεις σκληρότητας δεν οδήγησαν σε ασφαλή συμπεράσματα διότι επηρεάστηκαν σημαντικά από την ύπαρξη σχετικά σκληρών συσσωματωμάτων κενόσφαιρών.

6. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Miracle, D.B., Donaldson, S.L. and the ASM International Handbook Committee (2001) ASM handbook: Composites: Vol. 21: Composites. 10th edn. United States: ASM International, p. 39.
2. Callister
3. I.G. Papantoniou, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos (2018), 'Powder metallurgy route aluminum foams: a study of the effect of powder morphology, compaction pressure and foaming temperature on the porous structure', *Procedia Structural Integrity*, 10, pp. 243-248. doi: 10.1016/j.prostr.2018.09.034
4. Orbulov, I.N. (2013) 'Metal matrix syntactic foams produced by pressure infiltration— The effect of infiltration parameters', *Materials Science and Engineering: A*, 583, pp. 11–19. doi: 10.1016/j.msea.2013.06.066.
5. Mondal, D.P., Das, S., Ramakrishnan, N. and Uday Bhasker, K. (2009) 'Cenosphere filled aluminum syntactic foam made through stir-casting technique', *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(3), pp. 279–288. doi: 10.1016/j.compositesa.2008.12.006.
6. Gupta, N. and Ricci, W. (2006) 'Comparison of compressive properties of layered syntactic foams having gradient in microballoon volume fraction and wall thickness', *Materials Science and Engineering: A*, 427(1-2), pp. 331–342. doi: 10.1016/j.msea.2006.04.078.
7. Vogiatzis, C.A., Tsouknidas, A., Kountouras, D.T. and Skolianos, S. (2015) 'Aluminum–ceramic cenospheres syntactic foams produced by powder metallurgy route', *Materials & Design*, 85, pp. 444–454. doi: 10.1016/j.matdes.2015.06.154.
8. PDF sintering
9. Kumar, M.G.A., Seetharamu, S., Nayak, J. and Satapathy, L.N. (2014) 'A study on thermal behavior of aluminum Cenosphere powder metallurgy composites Sintered in microwave', *Procedia Materials Science*, 5, pp. 1066–1074. doi: 10.1016/j.mspro.2014.07.398.
10. Mondal, D.P., Datta Majumder, J., Jha, N., Badkul, A., Das, S., Patel, A. and Gupta, G. (2012) 'Titanium-cenosphere syntactic foam made through powder metallurgy route', *Materials & Design*, 34, pp. 82–89. doi: 10.1016/j.matdes.2011.07.055.
11. Xiaofeng Wanga,, Tongya Shia, Zhaoxiu Jianga, Wei Chena, Mingxing Guob, Jishan Zhangb, Linzhong Zhuangb, Yonggang Wanga (2019) 'Relationship among grain size, texture and mechanical properties of aluminums with different particle distributions', *Materials Science & Engineering A*, 753, pp.122-134, doi: 10.1016/j.msea.2019.03.034
12. G.H. Wu, Z.Y. Dou,* D.L. Sun, L.T. Jiang, B.S. Ding and B.F. He (2007), 'Compression behaviors of cenosphere–pure aluminum syntactic foams', *Scripta Materialia*, 56, pp. 221–224, doi: 10.1016/j.scriptamat.2006.10.008

13. Y. M. Chordiya, M. D. Goel (2019), 'Low velocity impact behavior of aluminum cenosphere syntactic foam', *Materials Today: Proceedings*, 18, pp. 3741-3748.
14. Bobic, B. Mitrovic, S. Babic, M. and Bobic, I. (2010) 'Corrosion of Metal-Matrix Composites with Aluminium Alloy Substrate', *Tribology in industry*, 32(1), pp. 1-11.
15. Stergioudi, F., Vogiatzis, C.A., Gkrekos, K., Michailidis, N. and Skolianos, S.M. (2015) 'Electrochemical corrosion evaluation of pure, carbon-coated and anodized al foams', *Corrosion Science*, 91, pp. 151–159. doi: 10.1016/j.corsci.2014.11.017.
16. Escalera-Lozano, R., Gutiérrez, C.A. and Pech-Canul, M.A. (2007) 'Corrosion characteristics of hybrid al/SiCp/MgAl₂O₄ composites fabricated with fly ash and recycled aluminum', *Materials Characterization*, 58(10), pp. 953–960. doi: 10.1016/j.matchar.2006.09.012.
17. V Ravi kumar, C R Prakash Rao, Poornachandra, R Suresh (2017), 'Corrosion and Wear Studies On LM6 Grade Aluminum - Cenosphere Composite – An Experimental Approach', *Materials Today: Proceedings*, 5, pp. 11667–11677,
18. Ferreira, S.C., Velhinho, A., Silva, R.J.C. and Rocha, L.A. (2010) 'Corrosion behaviour of aluminium syntactic functionally graded composites', *International Journal of Materials and Product Technology*, 39(1/2), p. 122. doi: 10.1504/ijmpt.2010.034265.
19. Singh, I.B., Mondal, D.P., Singh, M., Bhadkul, A., Jha, N. (2014) 'Corrosion behavior of AA2014 aluminium alloy – cenospheres syntactic foam in 3.5 % NaCl solution' *Indian Journal of Chemical Technology*, 21, pp. 168 – 175.
20. Shackelford, J.F. and Doremus, R.H. (eds.) (2008) *Ceramic and glass materials: Structure, properties and processing*. New York: Springer-Verlag New York, p. 28.
21. Fielitz, P., Borchardt, G., Schmücker, M. and Schneider, H. (2007) 'Aluminium grain boundary diffusion in polycrystalline mullite ceramics', *Physics and Chemistry of Minerals*, 34(6), pp. 431–436. doi: 10.1007/s00269-007-0159-5.
22. Schaffer, G., Hall, B., Bonner, S., Huo, S. and Sercombe, T. (2005) 'The effect of the atmosphere and the role of pore filling on the sintering of aluminium', *Acta Materialia*, . doi: 10.1016/j.actamat.2005.08.032.
23. Orbulov, I.N. and Dobránszky, J. (2008) 'Producing metal matrix syntactic foams by pressure infiltration', *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*, 52(1), p. 35. doi: 10.3311/pp.me.2008-1.06.
24. Upadhyaya, G.S. (2011) 'Future directions in sintering research', *Science of Sintering*, 43(1), pp. 3–8. doi: 10.2298/sos1101003u.
25. Upadhyaya, G.S. (2001) 'Some issues in sintering science and technology', *Materials Chemistry and Physics*, 67, pp. 1-5. PII: S0254-0584(00)00411-9.
26. Al-Qureshi, H.A., Soares, M.R.F., Hotza, D., Alves, M.C. and Klein, A.N. (2008) 'Analyses of the fundamental parameters of cold die compaction of powder metallurgy', *Journal of Materials Processing Technology*, 199(1-3), pp. 417–424. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.08.030.

27. Vogiatzis, C.A. and Skolianos, S.M. (2016) 'On the sintering mechanisms and microstructure of aluminium–ceramic cenospheres syntactic foams produced by powder metallurgy route', *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 82, pp. 8–19. doi: 10.1016/j.compositesa.2015.11.037.
28. Li, G., Lu, L. and Lai, M.O. (1997) 'Liquid phase sintering of metal matrix composites', *Journal of Materials Processing Technology*, 63(1-3), pp. 286–291. doi: 10.1016/s0924-0136(96)02637-4