



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

**Αξιολόγηση λαμβανομένων μικροδομών και συνακόλουθων
μηχανικών ιδιοτήτων κατά την συγκόλληση υπερκράματος
νικελίου Haynes 282**

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ
ΤΟΥ
ΛΟΥΜΑΝΙ ΕΝΣΙΑ

Επιβλέπων Καθηγητής: Γεώργιος Φούρλαρης,
Καθηγητής ΕΜΠ

Αθήνα, Ιούλιος 2022



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

**Αξιολόγηση λαμβανομένων μικροδομών και συνακόλουθων
μηχανικών ιδιοτήτων κατά την συγκόλληση υπερκράματος
νικελίου Haynes 282**

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ
ΤΟΥ
ΛΟΥΜΑΝΙ ΕΝΣΙΑ

Τριμελής Εξεταστική Επιτροπή:

Γεώργιος Φούρλαρης, Καθηγητής ΕΜΠ

Ηλιάνα Χαλίκια, Καθηγήτρια ΕΜΠ

Σπύρος Παπαευθυμίου, Αναπληρωτής Καθηγητής ΕΜΠ

Αθήνα, Ιούλιος 2022

Copyright © 2022, Λουμάνι Ενσίλ, 2022

Με επιφύλαξη κάθε δικαιώματος. All rights reserved

Απαγορεύεται η αντιγραφή, αποθήκευση και διανομή της παρούσας εργασίας, εξ 'ολοκλήρου ή τμήματος αυτής, για εμπορικό σκοπό. Επιτρέπεται η ανατύπωση, αποθήκευση και διανομή για μη κερδοσκοπικό σκοπό, εκπαιδευτικής ή ερευνητικής φύσης, υπό την προϋπόθεση να αναφέρεται η πηγή προέλευσης και να διατηρείται το παρόν μήνυμα

Πρόλογος

Η συγκεκριμένη διπλωματική εργασία εκπονήθηκε στο εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων-Μεταλλουργών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου. Σκοπός της συγκεκριμένης εργασίας είναι η συγκριτική μελέτη συγκολλημένων δοκιμίων υπερκράματος νικελίου Haynes 282 με διαφορετικές παραμέτρους συγκόλλησης.

Για την αποτίμηση των καταλληλότερων παραμέτρων συγκόλλησης, μελετήθηκε η συμπεριφορά συγκολλημένων, με τις μεθόδους GTAW και GTAW-Pulsed, δοκιμίων υπερκράματος νικελίου Haynes 282. Συγκεκριμένα στα δοκίμια στα οποία επιτεύχθηκε η επιθυμητή διείσδυση τόξου, μελετήθηκαν οι ζώνες συγκόλλησης (θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ζώνη τήξης). Μελετήθηκε τόσο η μικρόδομη του υλικού και η επίδραση των παραμέτρων συγκόλλησης σε αυτήν μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων (TEM), όσο και η μηχανική του συμπεριφορά μέσω σκληρομέτρησης κατά Vickers. Ιδιαίτερη έμφαση δόθηκε στην συσχέτιση των παρατηρούμενων δομών με την μηχανική συμπεριφορά που επέδειξαν τα δοκίμια κατά δοκιμή σκληρότητας.

Ευχαριστίες

Στο σημείο αυτό θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα καθηγητή μου, κύριο Φούρλαρη Γεώργιο, που δέχθηκε να με αναλάβει για την εκπόνηση της διπλωματικής εργασίας αλλά και για την ανάθεση του συγκεκριμένου θέματος.

Επιπλέον, ευχαριστώ την υποψήφια διδάκτορα Αλεξανδράτου Αναστασία για την αμέριστη συμπαράσταση και βοήθεια που μου παρείχε όλο αυτό το διάστημα, αλλά και το πολύτιμο χρόνο που δαπάνησε για την ολοκλήρωση αυτής της εργασίας, καθώς και για τη χρήση του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης και του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Διερχόμενης Δέσμης. Ευχαριστώ επίσης τον κ. Παναγιώτη Σκαρβέλη, Δρ. Μηχανικό της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών για την καθοδήγηση του και τις υποδείξεις κατά την πειραματική διαδικασία. Τέλος ευχαριστώ και τον Δεληγιάννη Σταύρο για την καθοδήγηση και την βοήθεια του σε πρακτικά ζητήματα που προέκυψαν στο εργαστήριο Μεταλλογνωσίας.

Περίληψη

Στην παρούσα εργασία πραγματοποιείται μελέτη συγκολλημένων δοκιμίων υπερκράματος νικελίου με τεχνικές ηλεκτρονικής μικροσκοπίας με σκοπό την σύγκριση και την συσχέτιση των παραγόμενων μικροδομών, με τις αντίστοιχες μηχανικές ιδιότητες που λαμβάνονται από τα δοκίμια, ύστερα από δοκιμές σκληρομετρήσεων.

Το Haynes 282 είναι ένα νέο υπερκράμα νικελίου, σκληρυνόμενο μέσω κατακρήμνισης της γ' φάσης, το οποίο αναπτύχθηκε για εφαρμογές στις οποίες είναι επιθυμητή η αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες, όπως είναι οι κινητήρες που χρησιμοποιούνται στην αεροναυπηγική βιομηχανία. Ο συνδυασμός αντοχής σε ερπυσμό, θερμικής σταθερότητας, συγκολλησιμότητας και κατεργασιμότητας είναι μοναδικός και δεν συναντάται στα διαθέσιμα εμπορικά κράματα. Η αντοχή στον ερπυσμό, σε θερμοκρασίες από 650 έως 930⁰C, ξεπερνά αυτές του Waspaloy και πλησιάζει σε ικανοποιητικό βαθμό αυτές του Rene-41.

Βασικό ζητούμενο της παρούσα μελέτης είναι ο προσδιορισμός των βέλτιστων παραμέτρων συγκόλλησης του Haynes 282, όπως η ένταση ρεύματος και η χρήση filler metal. Ο προσδιορισμός των παραμέτρων αυτών, επιτυγχάνεται έπειτα από την πραγματοποίηση πειραμάτων συγκολλήσεων που αποσκοπούν στο χαρακτηρισμό της αναπτυσσόμενης μικροδομής των συγκολλημένων δοκιμίων με τη συνεισφορά τεχνικών Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και Διερχόμενης Δέσμης (TEM). Επιπρόσθετα και με στόχο την πληρέστερη μελέτη των εξεταζόμενων δοκιμίων, αξιολογήθηκε η μηχανική τους συμπεριφορά μέσω σκληρομέτρησης τους κατά Vickers, με σκοπό τη συσχέτιση αυτής με τη μικρογραφική δομή τους, όπως αυτή διαμορφώθηκε από τον θερμικό κύκλο και το τασικό πεδίο κάθε συγκόλλησης.

Abstract

In the following work a study of welded, nickel-based superalloy specimens is conducted, using electron microscopy techniques (Scanning Electron Microscopy and Transmission Electron Microscopy), aiming at the evaluation and correlation of the microstructures observed, with the corresponding mechanical properties, acquired through hardness tests.

Haynes 282 is a polycrystalline nickel-based superalloy, strengthened by the precipitation of the intermetallic phase γ' that exhibits high mechanical strength at high temperatures and under severe operating conditions, like those of the engines used in the aerospace industry. The combination of creep resistance, thermal stability, weldability and fabricability which Haynes 282 owns is unique and not found at the available commercial superalloys. Creep resistance at the range of 650 °C to 930 °C, surpasses that of Waspaloy and approaches that of Rene-41..

The objective of this work is to study the response of Haynes 282, under different welding parameters and determine the optimal parameters under which the weldments did not fail and achieved the required mechanical properties. The microstructural characterization of the welding zones of the samples, as well as the determination of products, including morphological features, are performed using Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM). In addition, evaluation of the mechanical response of the weldments was determined through Vickers hardness test, which was after correlated to the observed microstructures.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΠΡΟΛΟΓΟΣ	I
ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ	II
ΠΕΡΙΛΗΨΗ	III
ABSTRACT	IV
ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ	V
ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ	VIII
ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ	XI
1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	1
1.1 Ιστορική Αναδρομή Νικελίου	1
1.2 Υπερκράματα.....	5
1.3 Κατηγορίες υπερκραμάτων	8
1.3.1 Υπερκράματα Σιδήρου-Νικελίου (Fe-Ni Based Superalloys)	8
1.3.2 Υπερκράματα Κοβαλτίου (Co-based Superalloys)	9
1.3.3 Υπερκράματα Νικελίου (Ni-based Superalloys).....	9
1.4 Πεδίο εφαρμογών υπερκραμάτων.....	11
1.5 Κατηγοριοποίηση υπερκραμάτων νικελίου	11
1.5.1 Καθαρά εμπορικά κράματα νικελίου	11
1.5.2 Κράματα σκληρυνόμενα μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος.....	12
1.5.3 Κράματα σκληρυνόμενα μέσω κατακρήμνισης.....	12
1.5.4 Κράματα που σκληρυνόμενα μέσω διασποράς οξειδίων	13
1.6 Μικροδομή υπερκραμάτων Ni	14
1.6.1 Μητρική φάση γ	14
1.6.2 Φάση γ'	14

1.6.3 Φάση γ''	15
1.6.4 Καρβίδια.....	16
1.6.5 Φάσεις TCP (Topologically closed Packed)	18
1.7 Το Haynes 282	20
1.8 Τεχνολογία συγκολλήσεων	21
1.8.1 Συγκόλληση με Ηλεκτρόδιο Βολφραμίου και Προστασία Αερίου.....	26
1.8.2 Οι βασικές παράμετροι συγκόλλησης με τη μέθοδο GTAW	28
1.8.2.1 Η πηγή του ρεύματος	28
1.8.2.2 Η ένταση ρεύματος	31
1.8.2.3 Η τάση του τόξου	31
1.8.2.4 Η ταχύτητα συγκόλλησης	32
1.8.2.5 Το είδος του ηλεκτροδίου	32
1.8.3 Πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα των συγκολλήσεων GTAW	32
2. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ.....	33
2.1 Περιγραφή υλικού.....	33
2.2 Περιγραφή πειραματικής διαδικασίας.....	34
2.3 Μέθοδος συγκόλλησης GTAW	35
2.4 Μεταλλογραφική προετοιμασία των δοκίμων	44
2.4.1 Λείανση	44
2.4.2 Στίλβωση.....	45
2.4.3 Χημική προσβολή	45
2.5 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy)	46
2.6 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων (Transmission Electron Microscopy)	48
2.7 Σκληρομετρήσεις δοκίμων με την μέθοδο Vickers.....	51
3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ	55
3.1 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης.....	55
3.1.1 Δοκίμιο 11	55
3.1.2 Δοκίμιο 14.....	63
3.2 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων.....	70
3.2.1 Δοκίμιο 11	71
3.2.2 Δοκίμιο 14.....	79
3.3 Σκληρομετρήσεις.....	88
3.3.1 Δοκίμιο 11	89
3.3.2 Δοκίμιο 14.....	90
4. ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ.....	91

4.1 Παράμετροι Συγκόλλησης.....	92
4.1.1 Τύπος ηλεκτροδίου – Προστατευτικό αέριο	92
4.1.2 Διαμόρφωση λοξοτομής.....	93
4.1.3 Ρεύμα Συγκόλλησης.....	93
4.1.4 Μέταλλο προσθήκης.....	93
4.1.5 Τεχνική και τρόπος συγκόλλησης.....	93
4.2 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM.....	94
4.2.1 Θερμικά επηρεασμένη Ζώνη.....	94
4.2.2 Ζώνη τήξης.....	95
4.3 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων.....	98
4.4 Σκληρομετρήσεις.....	100
5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	102
6. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	103

Κατάλογος Εικόνων

ΕΙΚΟΝΑ 1: ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑ ΧΑΛΚΟ – ΝΙΚΕΛΙΟΥ (KUPFER-NICKEL).....	1
ΕΙΚΟΝΑ 2 .A.F. CRONSTEDT, Ο ΟΠΟΙΟΣ ΚΑΤΑΦΕΡΕ ΤΟΝ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟ ΤΟΥ ΝΙΚΕΛΙΟΥ ΑΠΟ ΤΑ ΘΕΙΟΥΧΑ ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑΤΑ ΚΑΙ ΤΟ ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΕ ΩΣ ΝΕΟ, ΧΗΜΙΚΟ ΣΤΟΙΧΕΙΟ.	2
ΕΙΚΟΝΑ 3: ΑΝΑΠΑΡΑΣΤΑΣΗ ΑΠΟ ΤΗΝ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΤΩΝ ΣΟΥΛΦΙΔΙΩΝ ΧΑΛΚΟΥ ΑΠΟ ΤΑ ΣΟΥΛΦΙΔΙΑ ΝΙΚΕΛΙΟΥ, ΜΕΣΩ ΣΦΥΡΗΛΑΤΗΣΗΣ, ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΜΕΘΟΔΟ TOPS AND BOTOMS.	3
ΕΙΚΟΝΑ 4: ΤΥΠΙΚΗ ΣΥΓΧΡΟΝΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ ΝΙΚΕΛΙΟΥ.....	5
ΕΙΚΟΝΑ 5: ΚΙΝΗΤΗΡΑΣ ROLLS-ROYCE 'S TRENT 800, Ο ΟΠΟΙΟΣ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΕΙΤΑΙ ΣΤΟ BOEING 777 [21].	6
ΕΙΚΟΝΑ 6: ΠΕΡΙΟΔΙΚΟΣ ΠΙΝΑΚΑΣ ΣΤΟΙΧΕΙΩΝ, ΟΠΟΥ ΔΙΑΚΡΙΝΟΝΤΑΙ ΤΑ ΚΡΑΜΑΤΙΚΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ ΠΟΥ ΑΠΑΝΤΩΝΤΑΙ ΣΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ, ΚΑΘΩΣ ΚΑΙ Ο ΡΟΛΟΣ ΠΟΥ ΔΙΑΔΡΑΜΑΤΙΖΟΥΝ ΤΑ ΚΥΡΙΟΤΕΡΑ ΕΞ' ΑΥΤΩΝ. [6]	7
ΕΙΚΟΝΑ 7: ΚΥΒΙΚΗ ΕΔΡΟΚΕΝΤΡΩΜΕΝΗ ΔΟΜΗ (FCC) ΤΟΥ ΝΙΚΕΛΙΟΥ.....	9
ΕΙΚΟΝΑ 8: ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΤΗΣ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΤΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ ΝΙΚΕΛΙΟΥ [7]	10
ΕΙΚΟΝΑ 9: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΠΟΥ ΑΠΕΙΚΟΝΙΖΕΙ ΜΕΓΑΛΟ ΚΛΑΣΜΑ ΟΓΚΟΥ Γ' ΦΑΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΤΗΣ ΜΗΤΡΙΚΗΣ ΔΟΜΗΣ Γ ΣΕ ΚΡΑΜΑ ΣΥΣΤΑΣΗΣ NI-9.7AL-1.7TI-17.1CR-6.3CO-2.3W AT. % [27]	15
ΕΙΚΟΝΑ 10: ΤΥΠΙΚΕΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΕΣ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΣΕ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ ΝΙΚΕΛΙΟΥ: Α1) ΤΥΠΙΚΟ ΜC ΚΑΡΒΙΔΙΟ, Α2) ΚΑΙ Α3) ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ BLOCKY ΚΑΙ ΣΥΣΤΟΙΧΙΕΣ, Β1) ΑΣΥΝΕΧΗ ΜΠΛΟΚ ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ, Β2) ΠΛΑΚΙΔΙΑ, Β3) ΚΥΤΤΑΡΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ ΚΑΡΒΙΔΙΑ, C1) BLOCKY ΜC ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ, C2) ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ WIDMANSTATTEN.[28]	17
ΕΙΚΟΝΑ 11: ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ ΜC, ΚΥΒΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ, ΣΕ ΜΟΝΟΚΡΥΣΤΑΛΛΙΚΟ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑ ΝΙΚΕΛΙΟΥ.	18
ΕΙΚΟΝΑ 12: ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ SEM ΤΟΥ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΟΣ ΝΙΚΕΛΙΟΥ RR1000, ΣΤΗΝ ΟΠΟΙΑ ΦΑΙΝΕΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ ΣΤΑ ΟΡΙΑ ΤΩΝ ΚΟΚΚΩΝ ΤΗΣ Γ, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΠΑΡΑΜΟΝΗ ΣΤΟΥΣ 750 °C ΓΙΑ 5000 Η.	20
ΕΙΚΟΝΑ 13: ΤΜΗΜΑΤΑ ΑΠΟ ΤΑ ΟΠΟΙΑ ΑΠΟΤΕΛΕΙΤΑΙ ΜΙΑ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ. [31]	22
ΕΙΚΟΝΑ 14: ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΠΑΡΑΣΤΑΣΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ GTAW. [34]	28
ΕΙΚΟΝΑ 15: ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΠΑΡΑΣΤΑΣΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΝ ΟΠΟΙΑ ΕΧΕΙ Η ΠΗΓΗ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΣΤΗΝ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ. ΑΡΙΣΤΕΡΑ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΕΙΤΑΙ ΡΕΥΜΑ ΟΡΘΗΣ ΠΟΛΙΚΟΤΗΤΑΣ, ΕΝΩ ΣΤΑ ΔΕΞΙΑ ΓΙΝΕΤΑΙ ΧΡΗΣΗ ΑΝΑΣΤΡΟΦΗΣ ΠΟΛΙΚΟΤΗΤΑΣ. [34]	29
ΕΙΚΟΝΑ 16: ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΠΑΡΑΣΤΑΣΗ ΤΟΥ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΟΣ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΣΕ ΣΥΝΑΡΤΗΣΗ ΜΕ ΤΗΝ ΠΗΓΗ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΗΚΕ ΣΤΗΝ ΚΑΘΕ ΠΕΡΙΠΤΩΣΗ. [34]	30
ΕΙΚΟΝΑ 17: ΔΟΚΙΜΙΑ ΠΡΟΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ, HAYNES 282, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΚΑΤΑΛΛΗΛΗ ΔΙΑΜΟΡΦΩΣΗ ΛΟΞΟΤΟΜΗΣ.	35
ΕΙΚΟΝΑ 18: ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟ ΔΟΚΙΜΙΟ HAYNES 282, ΟΠΟΥ ΜΠΟΡΟΥΝ ΝΑ ΔΙΑΚΡΙΘΟΥΝ ΜΕ ΜΙΑ ΠΡΩΤΗ ΜΑΤΙΑ ΟΙ ΤΡΕΙΣ ΖΩΝΕΣ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ.	40
ΕΙΚΟΝΑ 19: ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΠΡΟΣ ΕΞΕΤΑΣΗ. ΤΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΚΟΠΗΚΑΝ ΣΤΟΝ ΔΙΣΚΟΤΟΜΟ, ΚΑΘΕΤΑ ΣΤΗΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ.	41
ΕΙΚΟΝΑ 20: ΑΣΤΟΧΙΑ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ, ΟΠΟΥ ΦΑΙΝΕΤΑΙ ΞΕΚΑΘΑΡΑ Η ΑΤΕΛΗΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗ ΤΟΥ ΤΟΞΟΥ.	42
ΕΙΚΟΝΑ 21: ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΠΑΡΑΣΤΑΣΗ, ΤΕΜ, ΟΠΟΥ ΦΑΙΝΟΝΤΑΙ ΤΑ ΕΠΙΜΕΡΟΥΣ ΜΕΡΗ ΑΠΟ ΤΑ ΟΠΟΙΑ ΑΠΟΤΕΛΕΙΤΑΙ Η ΔΙΑΤΑΞΗ.	51
ΕΙΚΟΝΑ 22: ΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΟ CARL-FRANK GMBH, ΣΤΟ ΟΠΟΙΟ ΠΡΑΓΜΑΤΟΠΟΙΗΘΗΚΑΝ ΟΙ ΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΚΑΤΑ VICKERS	53
ΕΙΚΟΝΑ 23: ΣΧΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΠΑΡΑΣΤΑΣΗ ΤΟΥ ΑΠΟΤΥΠΩΜΑΤΟΣ ΤΟ ΟΠΟΙΟ ΑΦΗΝΕΙ Ο ΔΙΕΙΣΔΥΤΗΣ ΣΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑ ΕΝΟΣ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΜΕΘΟΔΟ ΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΗΣ ΚΑΤΑ VICKERS.	54
ΕΙΚΟΝΑ 24: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ X50 ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΜΙΑ ΚΥΡΙΑ ΡΩΓΜΗ (1.5MM ΠΕΡΙΠΟΥ) ΚΑΙ ΜΙΑ ΔΕΥΤΕΡΗ, ΜΙΚΡΟΤΕΡΗ ΡΩΓΜΗ (400MM ΠΕΡΙΠΟΥ) ΣΤΗΝ ΘΕΣ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11, ΟΙ ΟΠΟΙΕΣ ΠΡΟΗΛΘΑΝ ΑΠΟ ΤΗΝ ΣΥΣΤΟΛΗ ΤΟΥ	

ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΑΠΟΨΥΞΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑ ΤΗΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ. ΕΠΙΠΛΕΟΝ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΔΙΑΖΩΝΙΚΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΤΩΝ ΠΕΡΙΟΧΩΝ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ (ΜΕΤΑΛΛΟ ΒΑΣΗΣ, ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗ ΖΩΝΗ, ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ)	55
ΕΙΚΟΝΑ 25: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ200 ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΜΙΑ ΑΚΡΗ ΤΗΣ ΡΩΓΜΗΣ, Η ΟΠΟΙΑ ΕΝΤΟΠΙΖΕΤΑΙ ΣΤΗΝ ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗ ΖΩΝΗ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΑΠΟ ΤΗΝ ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΔΕΝ ΠΡΟΚΥΠΤΕΙ Η ΠΑΡΟΥΣΙΑ ΚΑΠΟΙΑΣ ΕΠΙΒΛΑΒΟΥΣ ΦΑΣΗΣ, Η ΟΠΟΙΑ ΘΑ ΜΠΟΡΟΥΣΕ ΝΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΕΙ ΑΙΤΙΑ ΕΝΑΡΞΗΣ ΚΑΙ ΔΙΑΔΟΣΗΣ ΤΗΣ ΡΩΓΜΗΣ. Η ΡΩΓΜΗ ΔΗΜΙΟΥΡΓΗΘΗΚΕ ΚΑΙ ΔΙΑΔΟΘΗΚΕ ΛΟΓΩ ΣΥΣΤΟΛΗΣ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΚΑΙ ΛΟΓΩ ΤΟΥ ΓΡΗΓΟΡΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΑΠΟΨΥΞΗΣ ΤΟΥ.....	57
ΕΙΚΟΝΑ 26: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ200 ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΔΕΝΔΡΙΤΙΚΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΤΩΝ ΚΟΚΚΩΝ ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ. ΕΝΔΕΙΚΤΙΚΗ ΕΙΝΑΙ Η ΠΑΡΟΥΣΙΑ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ Μ6C ΚΑΙ LAVES ΦΑΣΕΩΝ (ΚΟΚΚΟΙ ΜΕ ΑΝΟΙΧΤΟ ΧΡΩΜΑ), ΑΛΛΑ ΚΑΙ ΝΙΤΡΙΔΙΩΝ(ΚΟΚΚΟΙ ΜΕ ΣΚΟΥΡΟ ΧΡΩΜΑ), ΠΕΡΙΔΕΝΔΡΙΤΙΚΑ, ΣΕ ΟΛΟ ΤΟ ΕΥΡΟΣ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ.....	58
ΕΙΚΟΝΑ 27: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ1000, ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΣΤΙΣ ΕΝΔΟΔΕΝΔΡΙΤΙΚΕΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES, Μ6C ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΚΑΘΩΣ ΚΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΕΥΤΗΚΤΙΚΩΝ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ ΜC, ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ SCRIPTLIKE.....	59
ΕΙΚΟΝΑ 28: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ2500 ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΣΤΙΣ ΕΝΔΟΔΕΝΔΡΙΤΙΚΕΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΗ ΣΕ ΝΙ(37.08% WT), ΜΟ(25.67% WT) ΚΑΙ CR(20.95% WT).....	61
ΕΙΚΟΝΑ 29: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ2500 ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΜΕ ΤΙ (49.91%WT) ΚΑΙ Ν (3.96%WT), ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ Μ6C (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΩΝ ΣΕ ΜΟ (36.40%WT) ΚΑΙ CR (28.13%WT) ΚΑΙ ΕΥΤΗΚΤΙΚΩΝ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ ΜC, ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ SCRIPTLIKE (ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ) ΣΤΙΣ ΠΕΡΙΔΕΝΔΡΙΤΙΚΕΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ.	62
ΕΙΚΟΝΑ 30: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ100, ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΔΕΝΔΡΙΤΙΚΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ, Η ΔΙΑΖΩΝΙΚΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΤΩΝ ΠΕΡΙΟΧΩΝ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ (ΜΕΤΑΛΛΟ ΒΑΣΗΣ, ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗ ΖΩΝΗ, ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ)	63
ΕΙΚΟΝΑ 31: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ1000, ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Ο ΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΣ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΜC (7ΜΜ ΠΕΡΙΠΟΥ) ΣΤΑ ΟΡΙΑ ΤΩΝ ΚΟΚΚΩΝ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ ΤΙ(55.38% WT) ΚΑΙ ΜΟ(39.16% WT), ΜΕ ΠΡΟΤΙΜΗΣΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΠΡΟΣ ΤΟ ΕΣΩΤΕΡΙΚΟ ΤΩΝ ΚΟΚΚΩΝ. ΕΠΙΠΛΕΟΝ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΕΝΔΟΚΡΥΣΤΑΛΛΙΚΑ Η ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΜΝ (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ ΤΙ (98.06% WT) ΚΑΙ ΓΥΡΩ ΑΠΟ ΑΥΤΟ ΤΗΝ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ ΜC(ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ), ΤΟ ΟΠΟΙΟ ΑΠΟΤΕΛΕΙ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΟ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟ ΕΤΕΡΟΓΕΝΟΥΣ ΦΥΤΡΩΣΗΣ.....	64
ΕΙΚΟΝΑ 32: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14 ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ3500. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΠΕΡΙΚΡΥΣΤΑΛΛΙΚΑ Ο ΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΣ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ Μ6C (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΩΝ ΣΕ ΜΟ (38.30% WT) ΚΑΙ CR (27.59% WT).....	65
ΕΙΚΟΝΑ 33: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΣΕ ΜΕΓΕΘΥΝΣΗ Χ200 ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΔΕΝΔΡΙΤΙΚΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ. ΟΠΩΣ ΦΑΙΝΕΤΑΙ ΟΙ ΔΕΝΔΡΙΤΕΣ ΔΕΝ ΕΧΟΥΝ ΤΟ ΙΔΙΟ ΟΜΟΙΟΜΟΡΦΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΚΑΙ ΚΑΤΕΥΘΥΝΤΙΚΟΤΗΤΑ ΣΕ ΟΛΟ ΤΟ ΕΥΡΟΣ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ ΟΠΩΣ ΣΥΜΒΑΙΝΕΙ ΣΤΟ ΔΟΚΙΜΙΟ 11.	66
ΕΙΚΟΝΑ 34: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ (Χ2000) ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ Μ23C6(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΥΣΤΑΣΗΣ ΠΛΟΥΣΙΑΣ ΣΕ CR (64.99%WT) ΚΑΙ ΜΟ (7.62%WT) ΚΑΙ ΠΛΑΚΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ. ΕΠΙΠΛΕΟΝ ΤΩΝ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ Μ23C6, ΕΝΤΟΠΙΖΕΤΑΙ ΚΑΙ Η ΠΑΡΟΥΣΙΑ Σ ΦΑΣΕΩΝ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΦΑΙΡΙΚΗΣ Η ΠΛΑΚΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ. Η Σ ΕΙΝΑΙ ΤΗΣ	

ΜΟΡΦΗΣ A_2B ΜΕ ΤΗΝ ΘΕΣΗ ΤΟΥ A ΝΑ ΚΑΤΑΛΑΜΒΑΝΕΙ ΤΟ NI (56.09%WT) ΚΑΙ ΤΗΝ ΘΕΣΗ ΤΟΥ B ΝΑ ΚΑΤΑΛΑΜΒΑΝΕΙ ΤΟ CR (31.75%WT).....	68
ΕΙΚΟΝΑ 35: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΛΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ (X3000) ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΚΑΙ Σ ΦΑΣΗΣ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΠΛΑΚΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ. Η Σ ΕΙΝΑΙ ΤΗΣ ΜΟΡΦΗΣ A_2B ΜΕ NI (58.54%WT) CR (28.07%WT).	69
ΕΙΚΟΝΑ 36: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ, ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΕΜΦΑΝΙΣΗ ΤΗΣ G' [$NI_3(Al, Ti)$] ΣΤΗΝ ΜΗΤΡΑ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. Η G' ΕΧΕΙ ΣΦΑΙΡΙΚΗ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ ΚΑΙ ΜΕΓΕΘΟΣ 20 NM.....	71
ΕΙΚΟΝΑ 37: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ MC ΚΥΒΙΚΗΣ-ΠΛΑΚΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ, ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ TI (32.16% WT) ΚΑΙ MO (44.31% WT).	72
ΕΙΚΟΝΑ 38Α: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ MC , ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ TI (38.36% WT) ΚΑΙ MO (49.39% WT). ΟΠΩΣ ΦΑΙΝΕΤΑΙ ΚΑΙ ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ Β, Η ΟΠΟΙΑ ΑΠΟΤΕΛΕΙ ΣΥΝΕΧΕΙΑ ΤΗΣ Α, ΤΟ ΚΑΡΒΙΔΙΟ ΕΧΕΙ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ (SCRIPT-LIKE).	73
ΕΙΚΟΝΑ 39: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΕ ΣΥΝΕΧΕΙΑ ΤΗΣ ΠΡΟΗΓΟΥΜΕΝΗΣ ΕΙΚΟΝΑΣ. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES, ΔΙΠΛΑ ΑΠΟ ΤΟ MC ΚΑΡΒΙΔΙΟ, ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΗ ΣΕ CR (17.07% WT), NI (36.73% WT), TI (17.97% WT), MO (18.61% WT)	74
ΕΙΚΟΝΑ 40: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΕΜΦΑΝΙΣΗ ΣΥΣΤΟΙΧΙΑΣ ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ. ΑΠΟ ΑΡΙΣΤΕΡΑ ΠΡΟΣ ΤΑ ΔΕΞΙΑ ΕΜΦΑΝΙΖΟΝΤΑΙ, ΣΟΥΛΦΙΔΙΟ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ MGS (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΦΑΣΗ ΠΛΟΥΣΙΑ ΣΕ NI , CR , CO , MO , TI , Η ΟΠΟΙΑ ΠΙΘΑΝΟΤΑΤΑ ΠΑΡΑΠΕΜΠΕΙ ΣΕ LAVES(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΚΑΙ ΦΑΣΗ ΠΛΟΥΣΙΑ ΣΕ NI, CR, CO, MO Η ΟΠΟΙΑ ΠΙΘΑΝΟΤΑΤΑ ΠΑΡΑΠΕΜΠΕΙ ΣΕ Σ ΦΑΣΗ (ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ).	75
ΕΙΚΟΝΑ 41: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES, ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΗ ΣΕ MO (39.65%WT), NI (24.37%WT) ΚΑΙ CR (22.55%WT) ΚΑΙ CO (10.21% WT). Η LAVES ΕΧΕΙ ΤΥΠΟ ΤΗΣ ΜΟΡΦΗΣ $(NI, CR)_2MO$ ΚΑΙ ΕΧΕΙ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΗ ΣΦΑΙΡΙΚΗ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ.....	76
ΕΙΚΟΝΑ 42: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΕΜΦΑΝΙΣΗ ΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΚΑΙ ΓΥΡΩ ΑΠΟ ΤΟ ΟΞΕΙΔΙΟ Η ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ). ΣΤΗΝ ΔΙΕΠΙΦΑΝΕΙΑ ΕΠΑΦΗΣ ΜΕ ΤΟ ΝΙΤΡΙΔΙΟ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ MC (ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ).	77
ΕΙΚΟΝΑ 43: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11. ΠΑΡΑΤΙΘΕΤΑΙ Η ΓΡΑΜΜΙΚΗ ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΤΑ ΜΗΚΟΣ ΤΟΥ ΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ ΚΑΙ ΤΟΥ MC ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ.....	78
ΕΙΚΟΝΑ 44: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ $M_{23}C_6$ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ CR (69.03% WT) ΚΑΙ MO (22.70% WT) ΚΑΙ ΠΛΑΚΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ.	79
ΕΙΚΟΝΑ 45: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΣΥΝΕΧΕΙΑ ΤΗΣ ΕΙΚΟΝΑΣ 44. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ $M_{23}C_6$ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ CR (65.98% WT) ΚΑΙ MO (21.98% WT) ΚΑΙ ΠΛΑΚΟΕΙΔΟΥΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ.....	80
ΕΙΚΟΝΑ 46: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΣΥΣΤΟΙΧΙΑΣ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ $M_{23}C_6$ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΑ ΣΕ CR (61.76% WT) ΚΑΙ MO (27.44% WT). Ο ΤΡΟΠΟΣ ΑΥΤΟΣ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ ΕΙΝΑΙ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΟΣ ΤΩΝ $M_{23}C_6$ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ.....	81
ΕΙΚΟΝΑ 47: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΣΥΣΤΟΙΧΙΑΣ $M_{23}C_6$ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ. ΔΙΠΛΑ ΣΤΑ ΚΑΡΒΙΔΙΑ ΕΠΙΠΛΕΟΝ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΦΑΣΗΣ (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΠΛΟΥΣΙΑ ΣΕ NI (48.56% WT) ΚΑΙ CR (38.26% WT).	82
ΕΙΚΟΝΑ 48: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΔΙΑΦΟΡΩΝ ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ ΣΤΗΝ ΣΥΓΚΕΚΡΙΜΕΝΗ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΥΠΟ ΕΞΕΤΑΣΗ ΔΟΚΙΜΙΟΥ. ΑΠΟ ΚΑΤΩ ΠΡΟΣ ΤΑ ΠΑΝΩ ΥΠΑΡΧΕΙ Η ΕΜΦΑΝΙΣΗ	

ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΜC (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΣΕ ΤΙ(32.38% WT) ΚΑΙ ΜΟ(45.13% WT), ΣΟΥΛΦΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΜΕ ΜG (51.36% WT) ΚΑΙ S (16.84% WT), ΟΞΕΙΔΙΟ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ (ΠΟΡΤΟΚΑΛΙ ΒΕΛΟΣ) ΜΕ ΜG (42.30%WT) ΚΑΙ Ο (19.33% WT) ΚΑΙ ΑΚΡΙΒΩΣ ΔΙΠΛΑ ΑΠΟ ΤΟ ΟΞΕΙΔΙΟ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΕΤΕΡΟΓΕΝΗΣ ΦΥΤΡΩΣΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ (ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ) ΤΙΝ ΜΕ ΤΙ (67.08% WT) ΚΑΙ Ν (14.06% WT).....	83
ΕΙΚΟΝΑ 49: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ Μ23C6 (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΑ ΣΕ CR (60.65%WT) ΚΑΙ ΜΟ (20.84%WT) ΔΙΠΛΑ ΣΕ ΑΥΤΑ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΗΣ ΣΕ ΝΙ(59.01%WT) ΚΑΙ CR (27.15%WT).....	84
ΕΙΚΟΝΑ 50: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ ΜΕ ΥΨΗΛΗ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑ ΣΕ ΝΙ (59.29%WT) ΚΑΙ CR (23.74%WT). Η Σ ΦΑΣΗ ΦΑΙΝΕΤΑΙ ΠΩΣ ΕΧΕΙ ΣΦΑΙΡΙΚΗ ΠΡΟΣ ΠΛΑΚΟΕΙΔΗ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ ΜΕΓΕΘΟΥΣ 400NM.....	85
ΕΙΚΟΝΑ 51: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΙΘΕΤΑΙ Η ΓΡΑΜΜΙΚΗ ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΤΑ ΜΗΚΟΣ ΤΗΣ Σ ΦΑΣΗΣ, ΟΠΟΥ ΦΑΙΝΕΤΑΙ Η ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑ ΣΕ ΝΙ ΚΑΙ CR ΚΑΤΑ ΜΗΚΟΣ ΤΗΣ ΦΑΣΗΣ.	86
ΕΙΚΟΝΑ 52: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Η ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ ΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΚΑΙ ΓΥΡΩ ΑΠΟ ΑΥΤΟ Η ΕΤΕΡΟΓΕΝΗΣ ΦΥΤΡΩΣΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΜΕ ΤΗΝ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΗ ΚΥΒΟΕΙΔΗ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑ. ΣΤΗΝ ΔΙΕΠΙΦΑΝΕΙΑ ΕΠΑΦΗΣ ΜΕ ΤΟ ΝΙΤΡΙΔΙΟ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ ΠΑΡΑΤΗΡΕΙΤΑΙ Ο ΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΣ ΣΟΥΛΦΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ (ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ).	87
ΕΙΚΟΝΑ 53: ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΑ ΔΙΕΡΧΟΜΕΝΗΣ ΔΕΣΜΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14. ΠΑΡΑΤΙΘΕΤΑΙ Η ΓΡΑΜΜΙΚΗ ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΤΑ ΜΗΚΟΣ ΤΩΝ ΠΑΡΑΤΗΡΟΥΜΕΝΩΝ ΦΑΣΕΩΝ ΟΠΟΥ ΕΠΙΒΕΒΑΙΩΝΕΤΑΙ Η ΕΤΕΡΟΓΕΝΗΣ ΦΥΤΡΩΣΗ ΤΟΥ ΤΙΝ, ΓΥΡΩ ΑΠΟ ΤΟ ΜGΟ ΚΑΙ ΓΥΡΩ ΑΠΟ ΤΟ ΤΙΝ ΤΩΝ ΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟ ΜGΣ.	88

Κατάλογος Πινάκων

ΠΙΝΑΚΑΣ 1: ΕΥΡΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΩΝ ΚΑΙ ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΤΟΙΧΕΙΩΝ ΣΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ. [12]	8
ΠΙΝΑΚΑΣ 2: ΧΗΜΙΚΗ ΣΥΣΤΑΣΗ ΤΟΥ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΟΣ ΝΙΚΕΛΙΟΥ HAYNES 282	33
ΠΙΝΑΚΑΣ 3: ΟΝΟΜΑΣΤΙΚΕΣ ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΟΥ HAYNES 282	33
ΠΙΝΑΚΑΣ 4: ΟΝΟΜΑΣΤΙΚΕΣ ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΟΥ HAYNES 282 ΣΕ RT	34
ΠΙΝΑΚΑΣ 5: ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΚΑΤΑ VICKERS, ΤΟΥ HAYNES 282 ΣΕ RT	34
ΠΙΝΑΚΑΣ 6: ΧΗΜΙΚΗ ΣΥΣΤΑΣΗ ΜΕΤΑΛΛΩΝ ΠΡΟΣΘΗΚΗΣ, RENE 41 ΚΑΙ NC20	36
ΠΙΝΑΚΑΣ 7: ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ 1-4	36
ΠΙΝΑΚΑΣ 8: ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ 5-8	37
ΠΙΝΑΚΑΣ 9: ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ 9-12	38
ΠΙΝΑΚΑΣ 10: ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ 13-16	38
ΠΙΝΑΚΑΣ 11: ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ 17 ΚΑΙ 18	39
ΠΙΝΑΚΑΣ 12: ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ 11 ΚΑΙ 14	43
ΠΙΝΑΚΑΣ 13: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΗΣ ΘΕΖ(ΠΕΡΙΟΧΗ ΜΕ ΚΟΚΚΙΝΟ ΠΕΡΙΓΡΑΜΜΑ, ΕΙΚΟΝΑ 24), ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11.	56
ΠΙΝΑΚΑΣ 14: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΠΕΡΙΟΧΗΣ ΜΕΤΑΞΥ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11, (ΠΕΡΙΟΧΗ ΣΤΟ ΚΙΤΡΙΝΟ ΠΕΡΙΓΡΑΜΜΑ ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 24)	56
ΠΙΝΑΚΑΣ 15: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ, ΤΗΣ ΦΑΣΗΣ ΜΕ ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 25.	57
ΠΙΝΑΚΑΣ 16: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ, ΖΩΝΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11(ΚΟΚΚΙΝΟ ΠΕΡΙΓΡΑΜΜΑ) ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 26	58

ΠΙΝΑΚΑΣ 17: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΗΣ ΠΕΡΙΔΕΝΔΡΙΤΙΚΗΣ ΠΕΡΙΟΧΗΣ ΣΤΗΣ ΖΩΝΗ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ) ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 27.	59
ΠΙΝΑΚΑΣ 18: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΗΣ ΕΝΔΟΔΕΝΔΡΙΤΙΚΗΣ ΠΕΡΙΟΧΗΣ ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΤΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 11(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ) ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 27.	60
ΠΙΝΑΚΑΣ 19: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΗΣ ΦΑΣΗΣ LAVES(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 28	61
ΠΙΝΑΚΑΣ 20: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 29	62
ΠΙΝΑΚΑΣ 21: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ Μ6C(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 29.	62
ΠΙΝΑΚΑΣ 22: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΗΣ ΘΕΖ(ΠΕΡΙΟΧΗ ΣΤΟ ΚΟΚΚΙΝΟ ΠΕΡΙΓΡΑΜΜΑ,) ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 30 ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14	63
ΠΙΝΑΚΑΣ 23: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΜC(ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 31	65
ΠΙΝΑΚΑΣ 24: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΤΙΤΑΝΙΟΥ(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 31	65
ΠΙΝΑΚΑΣ 25: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ ΤΥΠΟΥ Μ6C (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΘΕΖ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 32	65
ΠΙΝΑΚΑΣ 26: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΡΙΣΤΕΡΑ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ(ΠΕΡΙΟΧΗ ΣΤΟ ΚΟΚΚΙΝΟ ΠΕΡΙΓΡΑΜΜΑ), ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 33	66
ΠΙΝΑΚΑΣ 27: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΣΤΟ ΚΕΝΤΡΟ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ(ΠΕΡΙΟΧΗ ΣΤΟ ΚΙΤΡΙΝΟ ΠΕΡΙΓΡΑΜΜΑ), ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 33	67
ΠΙΝΑΚΑΣ 28: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 34	68
ΠΙΝΑΚΑΣ 29: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΤΥΠΟΥ Μ23C6(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 34	68
ΠΙΝΑΚΑΣ 30: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ) ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 35	69
ΠΙΝΑΚΑΣ 31: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ LAVES ΦΑΣΗΣ(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ) ΣΤΗΝ ΖΩΝΗ ΤΗΞΗΣ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ 14, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 35	70
ΠΙΝΑΚΑΣ 32: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΜC ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 37	72
ΠΙΝΑΚΑΣ 33: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΜC, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 38	73
ΠΙΝΑΚΑΣ 34: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 39	74
ΠΙΝΑΚΑΣ 35: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΦΑΣΗΣ ΜGS (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 40	75
ΠΙΝΑΚΑΣ 36: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 40	75
ΠΙΝΑΚΑΣ 37: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΦΑΣΗΣ Σ (ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 40	75
ΠΙΝΑΚΑΣ 38: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΦΑΣΗΣ LAVES, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 41	76
ΠΙΝΑΚΑΣ 39: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ Μ23C6, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 44	79
ΠΙΝΑΚΑΣ 40: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ Μ23C6, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 45	80
ΠΙΝΑΚΑΣ 41: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ Μ23C6, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 46	81
ΠΙΝΑΚΑΣ 42: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ Μ23C6 (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 47	82
ΠΙΝΑΚΑΣ 43: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΦΑΣΗΣ ΚΑΤΩ ΑΠΟ ΤΑ Μ23C6 ΚΑΡΒΙΔΙΑ (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΑΚΙ) ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 47	82
ΠΙΝΑΚΑΣ 44: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ ΜC(ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 48	83
ΠΙΝΑΚΑΣ 45: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΜGS(ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 48	83
ΠΙΝΑΚΑΣ 46: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΝΙΤΡΙΔΙΟΥ ΤΙΝ(ΓΑΛΑΖΙΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 49	83
ΠΙΝΑΚΑΣ 47: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΣΙΟΥ ΜGO(ΠΟΡΤΟΚΑΛΙ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 48	84
ΠΙΝΑΚΑΣ 48: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ (ΚΙΤΡΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 49	85
ΠΙΝΑΚΑΣ 49: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΡΒΙΔΙΟΥ Μ23C6 (ΚΟΚΚΙΝΟ ΒΕΛΟΣ), ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 49	85
ΠΙΝΑΚΑΣ 50: ΣΤΟΙΧΕΙΑΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ Σ ΦΑΣΗΣ, ΣΤΗΝ ΕΙΚΟΝΑ 50	86

1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

1.1 Ιστορική Αναδρομή Νικελίου

Το νικέλιο είναι ένα από τα στοιχεία τα οποία έχουν χρησιμοποιηθεί από τις αρχές του πολιτισμού. Χημικές αναλύσεις σε όπλα, εργαλεία αλλά και νομίσματα έχουν φανερώσει την ύπαρξη νικελίου σε διάφορες ποσότητες. [1]

Στις αρχές του 18^{ου} αιώνα μεταλλωρύχοι στην Γερμανία στην περιοχή της Σαξονίας, ανακάλυψαν νέα ορυκτά τα οποία ομοιάζαν με αυτά του χαλκού. Στην προσπάθειά τους να τα τήξουν, διαπίστωσαν ότι το νέο αυτό λευκό μέταλλο ήταν εξαιρετικά δύσκολο να μορφοποιηθεί. Οι μεταλλωρύχοι πίστεψαν ότι το υλικό αυτό ήταν καταραμένο και έτσι του έδωσαν την ονομασία “Old Nick’s Copper” ή “Kupfer- Nickel” (χαλκό-νικέλιο). Παρόμοια μεταλλεύματα, τα οποία ανακαλύφθηκαν τα επόμενα χρόνια πήραν και αυτά την ονομασία νικέλιο, διότι εμφάνιζαν την ίδια δυσκολία στην μορφοποίηση. [1] , [11]



Εικόνα 1: Μετάλλευμα χαλκό – νικελίου (Kupfer-Nickel)

Ο A.F. Cronstedt, μέλος της Σουηδικής Υπηρεσίας Μεταλλευμάτων, εργάστηκε για πέντε χρόνια πάνω στα νεο-ανακαλυφθέντα μεταλλεύματα, και κατάφερε τελικά να διαχωρίσει και να ταυτοποιήσει ένα νέο χημικό στοιχείο το οποίο και ονόμασε νικέλιο. [1]



Εικόνα 2 .A.F. Cronstedt, ο οποίος κατάφερε τον διαχωρισμό του νικελίου από τα θειούχα μεταλλεύματα και το ταυτοποίησε ως νέο, χημικό στοιχείο.

Ο διαχωρισμός του νικελίου από τα θειούχα μεταλλεύματα υπήρξε μια επίπονη και πολύ δύσκολη διαδικασία. Το γεγονός αυτό οδήγησε στην αύξηση της τιμής του νικελίου η οποία έφτασε να είναι δέκα φορές μεγαλύτερη από αυτή του χαλκού. [1]

Στην προσπάθεια εύρεσης νέων εναλλακτικών υλικών τα οποία θα μπορούσαν να αντικαταστήσουν τον χυτοσίδηρο στις μονάδες ψύξης με αμμωνία, ο ερευνητής John Gamgee ανακάλυψε το σίδηρο-νικέλιο. Η ανακάλυψη αυτή οδήγησε τους ερευνητές στο να πειραματιστούν μεταξύ περισσότερων συνδυασμών, στην σύσταση σιδήρου και νικελίου, κάτι το οποίο τελικά είχε ως αποτέλεσμα την δημιουργία κραμάτων κατάλληλων για κρυογενικές εφαρμογές αλλά και στην δημιουργία ανθεκτικών πλακών θωράκισης. Επιπρόσθετη πειραματική εργασία σε Αμερική και Ευρώπη κατέδειξε ότι οι πλάκες θωράκισης από κράματα σιδήρου και νικελίου υπερτερούσαν κατά πολύ έναντι άλλων υλικών, τα οποία χρησιμοποιούνταν για την θωράκιση και τον εξοπλισμό του πολεμικού ναυτικού πολλών χωρών. Αυτό θα είχε ως αποτέλεσμα την αύξηση της ζήτησης για το νικέλιο, η οποία πλέον θα ξεπερνούσε την προσφορά εάν νέοι τρόποι παραγωγής νικελίου δεν είχαν εφευρεθεί. [1], [11]

Η λύση στο πρωταρχικό πρόβλημα δόθηκε μέσω μιας νέας διαδικασίας παραγωγής, της Orford, Tops and Bottoms Process. Κατά την διαδικασία αυτή προστίθεται σουλφίδιο

του νατρίου στο τήγμα νικελίου-χαλκού-σουλφιδίων. Με αυτόν τον τρόπο τα σουλφίδια του νικελίου διαχωρίζονται από τα σουλφίδια του χαλκού, κατά την αργή απόψυξη του τήγματος. Τα σουλφίδια του νικελίου καταλαμβάνουν το κάτω μέρος στο καλούπι χύτευσης και τα σουλφίδια του χαλκού το επάνω μέρος. Αφού στερεοποιηθούν, διαχωρίζονται μεταξύ τους μέσω σφυρηλάτησης και οδηγούνται για περαιτέρω επεξεργασία και εξευγενισμό των χρήσιμων μετάλλων κατά την οποία παράγονται υψηλής ποιότητας και καθαρότητας νικέλιο και χαλκός. [1], [11]



Εικόνα 3: Αναπαράσταση από την διαδικασία διαχωρισμού των σουλφιδίων χαλκού από τα σουλφίδια νικελίου, μέσω σφυρηλάτησης, κατά την μέθοδο tops and bottoms.

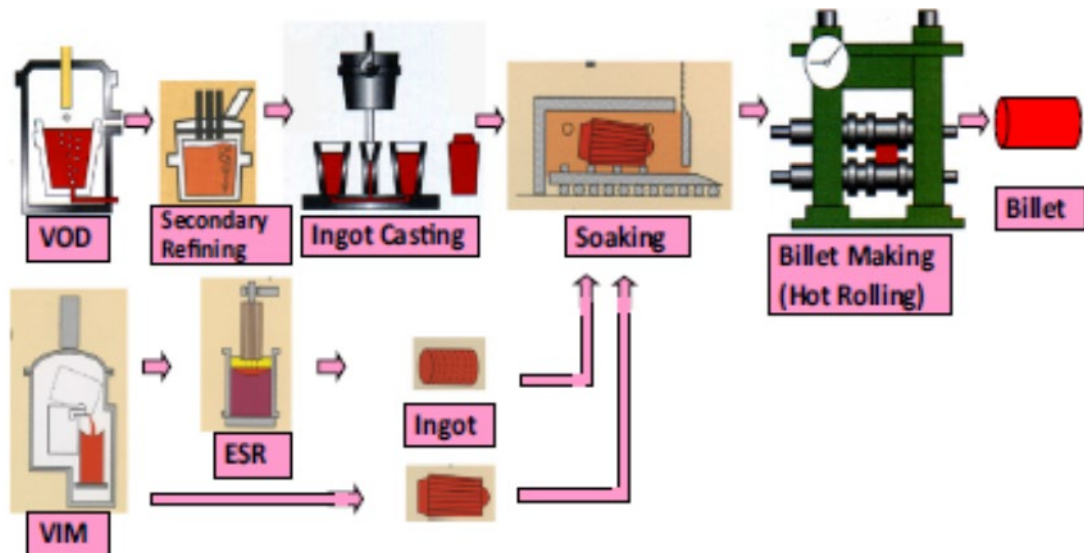
Τα επόμενα χρόνια που ακολούθησαν η Tops and Bottoms διαδικασία επεξεργασίας αντικαταστάθηκε από άλλες πιο οικονομικές και πιο αποτελεσματικές μεθόδους, με τις οποίες κατέστη εφικτό να εκμεταλλευτούν ακόμα πιο φτωχά ορυκτά. Οι νέες αυτές μέθοδοι περιλαμβάνουν τρόπους επεξεργασίας όπως, η πυρομεταλλουργία, η υδρομεταλλουργία και η μεταλλουργία ατμών. Η επιλογή κάθε μεθόδου εξαρτάται από την περιεκτικότητα των προς επεξεργασία ορυκτών σε νικέλιο αλλά και τεχνικοοικονομικούς παράγοντες. Οι μέθοδοι αυτοί παρουσιάζονται πιο αναλυτικά παρακάτω. [1], [11]

Πυρομεταλλουργία: Κατά την πυρομεταλλουργική διαδικασία τα ορυκτά προς τήξη ασβεστοποιούνται σε κατάλληλο φούρνο, στον οποίο χρησιμοποιούνται λιγνίτης ή φυσικό αέριο ως καύσιμο και η τήξη πραγματοποιείται μέσω εμφύσησης θερμού αέρα. Το νικέλιο και ο χαλκός υφίστανται περαιτέρω επεξεργασία (refinement), κατά την οποία αυξάνεται η καθαρότητα τους. Στοιχεία όπως το αντιμόνιο, το αρσενικό, το

βισμούθιο, ο χαλκός, ο σίδηρος, ο ψευδάργυρος, ο μόλυβδος, ο φώσφορος, ο κασσίτερος, το θείο και ο ψευδάργυρος αφαιρούνται και όσα από αυτά είναι αξιοποιήσιμα από οικονομικής πλευράς ανακτώνται. Επιπλέον τα πολύτιμα μέταλλα τα οποία εμφανίζονται στα θειικά ορυκτά, σε πολύ χαμηλά επίπεδα ανακτώνται και αυτά ούτως ώστε να ολοκληρωθεί πλήρως η διαδικασία εκλέπτυνσης/ανάκτησης. [1]

Υδρομεταλλουργία: Οι μέθοδοι επεξεργασίας electrorefining και electrowinning είναι ηλεκτρολυτικές διαδικασίες κατά τις οποίες παράγεται καθαρό νικέλιο στο ηλεκτρόδιο καθόδου. Κατά την πρώτη ηλεκτρολυτική διαδικασία (*electrorefining*), το ηλεκτρολυτικό κελί του νικελίου, αποτελούμενο από μια πλάκα ακατέργαστου νικελίου (*άνοδος*) και μια λεπτή στήλη νικελίου (*κάθοδος*), βυθίζονται σε ηλεκτρολυτικό διάλυμα και στην συνέχεια, συνεχές ρεύμα διέρχεται διαμέσου του κελιού. Το νικέλιο και κάποιες ακαθαρσίες διαλυτοποιούνται στο διάλυμα, το οποίο στην συνέχεια απομακρύνεται από το κελί και οι ακαθαρσίες αφαιρούνται από αυτό με χημικές διαδικασίες. Το καθαρό πλέον διάλυμα επαναφέρεται στο κελί και κατατίθεται στην καθοδική στήλη ως καθαρό νικέλιο. Κατά την μέθοδο electrowinning, η οποία και αυτή αποτελεί μια ηλεκτρολυτική διαδικασία, είναι δυνατή η ηλεκτρόλυση διαλυτών ανοδικών σουλφιδίων του νικελίου ή αξιοποίησης αδιάλυτων ανόδων για να εξαχθεί νικέλιο μέσω διήθησης από το υγρό διάλυμά. [1]

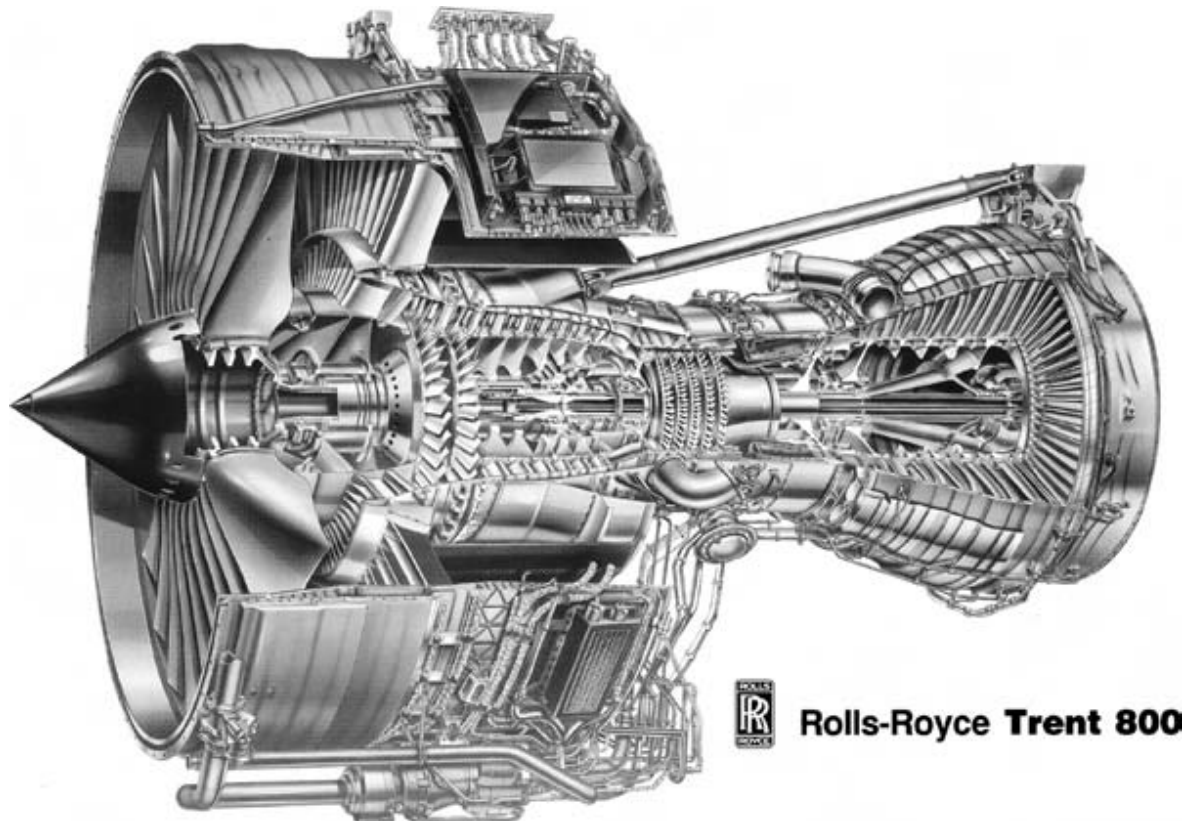
Μεταλλουργία ατμών: Κατά την μέθοδο καρβονυλίου χρησιμοποιείται η μετατροπή αερίου σε μέταλλο για να εξαχθεί το καθαρό νικέλιο από το οξείδιο του νικελίου. Σε αυτή την διαδικασία το οξείδιο ανάγεται με το υδρογόνο και το νικέλιο αντιδρά εκλεκτικά με το μονοξείδιο του άνθρακα για να δημιουργηθεί αέριο, καρβονύλιο του νικελίου. Το αέριο αποσυντίθεται από την θερμότητα και για να δημιουργηθεί καθαρό νικέλιο. Αυτή αποτελεί την πιο γνωστή υπάρχουσα μέθοδο για να παραχθεί υψηλής καθαρότητας νικέλιο. Η σκόνη και τα πέλετ τα οποία παράγονται είναι υψηλής καθαρότητας όπως αναφέρθηκε, η διαδικασία είναι ενεργειακά αποδοτική και δεν παράγονται παραπροϊόντα τα οποία μολύνουν το περιβάλλον. [1]



Εικόνα 4: Τυπική σύγχρονη διαδικασία παραγωγής υπερκραμάτων νικελίου.

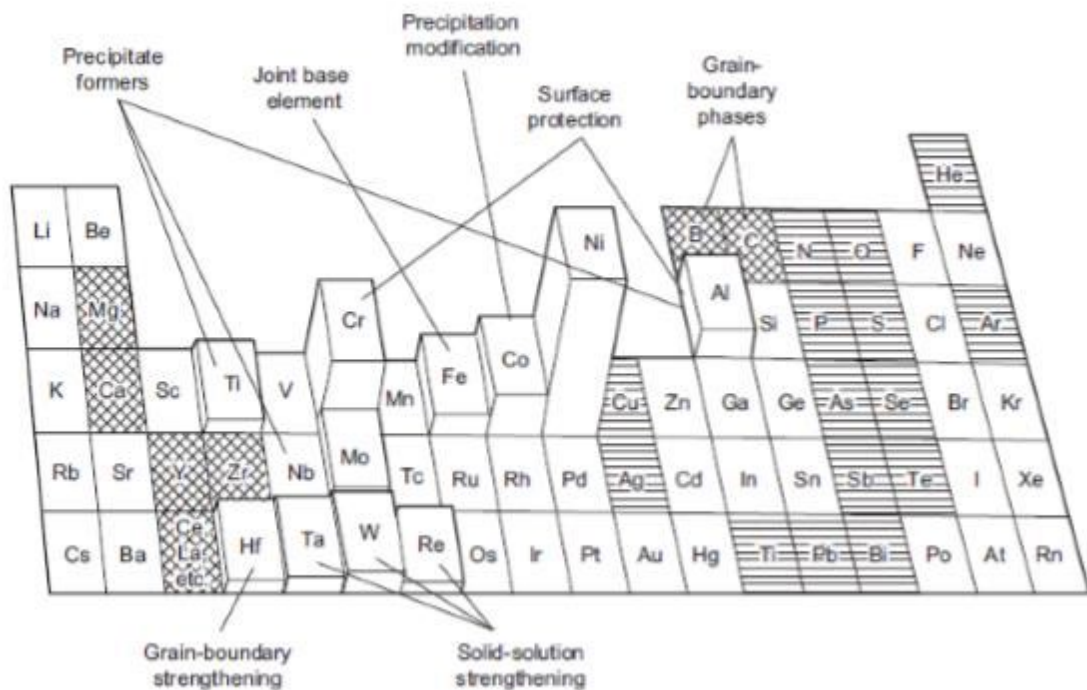
1.2 Υπερκράματα

Τα υπερκράματα αντιπροσωπεύουν μια κατηγορία κραμάτων η οποία χαρακτηρίζεται από υψηλή απόδοση σε υψηλές θερμοκρασίες. Πρόκειται για τα πιο πολύπλοκα κράματα που σχεδιάστηκαν ποτέ από τον άνθρωπο, τόσο από άποψη χημικής σύστασης όσο και από άποψη μικροδομής. Ανάλογα με την εφαρμογή για την οποία προορίζονται τα συγκεκριμένα κράματα πραγματοποιούνται προσθήκες κραματικών στοιχείων με σκοπό την ενίσχυση ή/και την απόδοση επιπλέον ιδιοτήτων. Τα κράματα αυτά σχεδιάστηκαν αρχικά για να χρησιμοποιηθούν ως υλικό κατασκευής των δομικών μερών των στροβιλοκινητήρων των αεροσκαφών. Σταδιακά όμως και λόγω της υψηλής αντοχής τους σε οξειδωτικά και διαβρωτικά περιβάλλοντα, άρχισαν να χρησιμοποιούνται πιο ευρέως σε πυρηνικούς αντιδραστήρες, χημικά και πετροχημικά εργοστάσια, καθώς και σε πιο απαιτητικές εφαρμογές στον τομέα της αεροναυπηγική βιομηχανίας. [6], [7], [8]



Εικόνα 5:Κινητήρας Rolls-Royce's Trent 800, ο οποίος χρησιμοποιείται στο Boeing 777 [21].

Το 1951 σχεδιάζονται για πρώτη φορά τα υπερκράματα και ταξινομούνται σε τρεις βασικές κατηγορίες, ανάλογα με το κυρίαρχο στοιχείο. Έτσι δημιουργήθηκαν τα υπερκράματα με βάση το Ni και το Fe (ισόποση συμμετοχή των δυο στοιχείων), τα υπερκράματα με βάση το Co και τα υπερκράματα με βάση το Ni. [6]. Τα στοιχεία Fe, Co, και Ni είναι στοιχεία μετάπτωσης και κατέχουν διαδοχικές θέσεις στον περιοδικό πίνακα.



Εικόνα 6: Περιοδικός πίνακας στοιχείων, όπου διακρίνονται τα κραματικά στοιχεία που απαντώνται στα υπερκράματα, καθώς και ο ρόλος που διαδραματίζουν τα κυριότερα εξ' αυτών. [6]

Τα πρώτα υπερκράματα αποτελούνταν αρχικά μόνο από Fe και Ni, καθώς και από επαρκείς προσθήκες Cr, το οποίο είχε γίνει ήδη γνωστό για την συνεισφορά του στην αντίσταση έναντι της διάβρωσης και της οξειδωσης υψηλών θερμοκρασιών. Με το πέρασμα του χρόνου άρχισαν να προστίθενται και άλλα στοιχεία όπως το Al, το Ti και το Nb. Τα στοιχεία αυτά (κυρίως το Al και το Ti) συνέβαλαν στην δημιουργία της συνεκτικής ως προς την ωστενιτική μήτρα ενδομεταλλικής φάσης γ' $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, προσδίδοντας στα κράματα αυτά μεγάλη μηχανική αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες. Στα τέλη της δεκαετίας του 1940, διαπιστώθηκε ότι η προσθήκη κραματικών στοιχείων όπως το Mo και το W (υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή) προσδίδει αντοχή σε ερπυσμό, λόγω της περιορισμένης διαχυσιμότητας τους εντός της μητρικής δομής, ενώ σε συνδυασμό με το Ta και το Nb συμμετέχουν στην δημιουργία στερεού διαλύματος αντικατάστασης. Τα προαναφερθέντα κραματικά στοιχεία είναι επίσης καρβιδιογόνα και συμμετέχουν στον σχηματισμό καρβιδίων εντός της μητρικής δομής. Στοιχεία όπως το Zr και το B (χαμηλή ποσοστιαία συμμετοχή) επιταχύνουν την σκλήρωση, παρεμποδίζοντας την ολίσθηση των ορίων των κόκκων και αυξάνουν την αντοχή των υπερκραμάτων σε ερπυσμό. Η

περικρυσταλλική κατακρήμιση των καρβιδίων οφείλεται στην προσθήκη έως 0.2 wt % C και συνεισφέρει στην ενίσχυση της μηχανικής αντοχής, της αντοχής σε ερπυσμό και στην σκλήρωση των υπερκραμάτων. [6], [8], [12]

Στον παρακάτω πίνακα παρατίθενται συνοπτικά η επίδραση συνήθων κραματικών στοιχείων, καθώς και οι περιεκτικότητες αυτών.

Πίνακας 1: Εύρος περιεκτικότητας και επίδραση κραματικών στοιχείων στα υπερκράματα. [12]

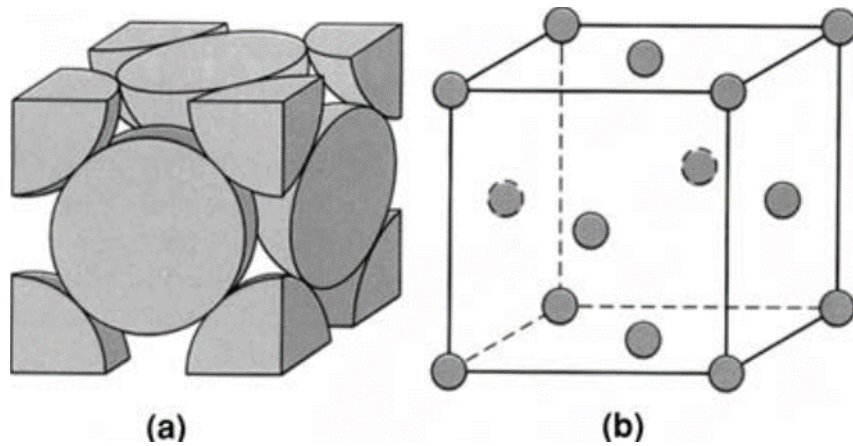
Κραματικό στοιχείο	wt. %	Επίδραση
Cr	5-25	Καρβιδιογόνο, αντίσταση σε διάβρωση, σκλήρωση μητρικής δομής
Mo, W	0-12	Καρβιδιογόνα, σκλήρωση μητρικής δομής
Al	0-12	Σκλήρωση μέσω κατακρήμισης, αντίσταση σε διάβρωση, σχηματισμός γ'
Ti	0-6	Σκλήρωση μέσω κατακρήμισης, καρβιδιογόνο, σχηματισμός γ'
Co	0-20	Σκλήρωση μητρικής δομής
Ni	0-100	Σταθεροποίηση γ'
Nb	0-5	Καρβιδιογόνο, σκλήρωση μητρικής δομής, σχηματισμός γ''
Ta	0-12	Καρβιδιογόνο, σκλήρωση μητρικής δομής, αντίσταση σε διάβρωση, σχηματισμός γ'
C	0-0,2	Σκλήρωση μέσω περικρυσταλλικής κατακρήμισης καρβιδίων

1.3 Κατηγορίες υπερκραμάτων

1.3.1 Υπερκράματα Σιδήρου-Νικελίου (Fe-Ni Based Superalloys)

Η σημαντικότερη κατηγορία των υπερκραμάτων σιδήρου νικελίου αφορά σε εκείνα τα κράματα τα οποία σκληραίνουν μέσω κατακρήμισης ενδομεταλλικών φάσεων, εντός της μητρικής εδροκεντρωμένης κυβικής δομής γ . Η ενδομεταλλική φάση σκλήρωσης που συναντάται συχνότερα είναι η γ' $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, π.χ. στο κράμα Incoloy 901, ενώ με μικρότερη συχνότητα απαντάται και η φάση γ'' (Ni_3Nb). Τα υπερκράματα αυτά περιέχουν τουλάχιστον 25 wt% Ni και 10-15 wt % Cr, ενώ απαραίτητη θεωρείται και η συνδυασμένη προσθήκη Al και Ti σε ποσοστό περίπου 6 wt %. Το Cr είναι αυτό που

προσδίδει υψηλή αντοχή στην διάβρωση, γεγονός που επιτυγχάνεται μέσω του φαινομένου της παθητικοποίησης, όταν μετά την αντίδραση του Cr με το οξυγόνο της ατμόσφαιρας, δημιουργείται ένα συνεκτικό στρώμα Cr_2O_3 (χρωμία) στην επιφάνεια του μετάλλου, το οποίο το προστατεύει από φαινόμενα διάβρωσης. [6]



Εικόνα 7: Κυβική εδροκεντρωμένη δομή (FCC) του νικελίου

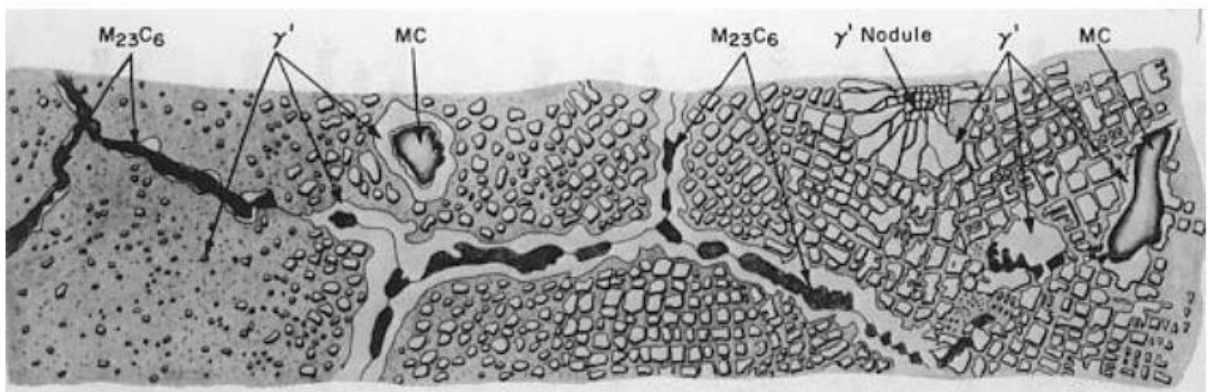
1.3.2 Υπερκράματα Κοβαλτίου (Co-based Superalloys)

Στα υπερκράματα με βάση το κοβάλτιο, η σκλήρωση επιτυγχάνεται μέσω κατακρήμνισης καρβιδίων και δημιουργίας στερεού διαλύματος αντικατάστασης. Τα υπερκράματα αυτά χαρακτηρίζονται από εδροκεντρωμένη κυβική μητρική δομή, θερμοδυναμικά σταθερή στην θερμοκρασία περιβάλλοντος. Τα κύρια στοιχεία προσθήκης είναι το Cr (20-30 wt %), το W (5-15 wt %) και το Ni (έως 22 wt %), τα οποία συμμετέχουν στο σχηματισμό στερεού διαλύματος αντικατάστασης και στο οποίο οφείλεται κατά κύριο λόγο η αντοχή στον ερπυσμό. Η παρουσία άνθρακα σε ποσοστά 0.2 wt % οδηγεί είτε στην ενδοκρυσταλλική κατακρήμνιση καρβιδίων με αποτέλεσμα την παρεμπόδιση μετακίνησης διαταραχών, συμβάλλοντας στην αύξηση της μηχανικής αντοχής, είτε στην περικρυσταλλική κατακρήμνιση καρβιδίων (κατά προτίμηση ασυνεχής) με αποτέλεσμα την παρεμπόδιση ολίσθησης των ορίων των κόκκων, συμβάλλοντας έτσι στην αύξηση αντοχής έναντι ερπυσμού. [24]

1.3.3 Υπερκράματα Νικελίου (Ni-based Superalloys)

Τα υπερκράματα νικελίου απαντώνται σε μια πληθώρα εφαρμογών, καλύπτοντας τις ανάγκες της αεροναυπηγικής βιομηχανίας για υλικά υψηλής απόδοσης. Χαρακτηρίζονται από μια πλήρως ωστενιτική μητρική δομή γ (FCC) που έχει την ιδιότητα να διατηρεί υψηλή μηχανική αντοχή, δυσθραυστότητα και αντίσταση σε ερπυσμό σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες. Οι τρεις υποκατηγορίες στις οποίες

κατατάσσονται τα υπερκράματα Ni ανάλογα με τον μηχανισμό σκλήρωσης της μητρικής δομής γ , είναι: α) σκληρυνόμενα μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος αντικατάστασης, β) μέσω κατακρήμισης ενδομεταλλικών φάσεων και καρβιδίων και γ) μέσω διασποράς οξειδίων. Η δημιουργία στερεού διαλύματος αντικατάστασης, με σκοπό την παρεμπόδιση της μετακίνησης των διαταραχών, επιτυγχάνεται μέσω προσθήκης Cr, Mo, W, Co. Τα υπερκράματα Ni σκληρυνόμενα με αυτό το τρόπο εμφανίζουν υψηλή αντοχή στην διάβρωση και την οξείδωση, αλλά περιορισμένη μηχανική αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες. Η πιο σημαντική κατηγορία υπερκραμάτων Ni είναι τα σκληρυνόμενα μέσω κατακρήμισης της ενδομεταλλικής γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$), λόγω της προσθήκης Al και Ti. Αποτελούν την κατηγορία υπερκραμάτων με την υψηλότερη μηχανική αντοχή, καθώς περιέχουν άνθρακα από 0.02 – 0.1 wt % στην παρουσία του οποίου οφείλεται η κατακρήμιση καρβιδίων (MC , M_6C , M_{23}C_6), τόσο ενδοκρυσταλλικά, όσο και περικρυσταλλικά. Η δημιουργία των ασυνεχών καρβιδίων στα όρια των κόκκων παρεμποδίζει την ολίσθηση αυτών κατά τον ερπυσμό και μετατρέπει τον μηχανισμό από διαχυσιακό (diffusional creep) σε ελεγχόμενο από τα όρια των κόκκων (grain boundary control creep). Σε υπερκράματα Ni με περιεκτικότητα Nb μεγαλύτερη από 4 wt % παρατηρείται κατακρήμιση της ενδομεταλλικής φάσης γ'' (Ni_3Nb). Σε υπερκράματα Ni που περιέχουν Nb, Ti καθώς και Al κατακρημνίζεται τόσο η γ' όσο και η γ'' . Τα υπερκράματα που σκληραίνονται μέσω διασποράς οξειδίων αποτελούν την τρίτη υποκατηγορία και είναι αποτέλεσμα της ανάμιξης μεταλλικής σκόνης με σκόνη οξειδίων (π.χ Y_2O_3) και της σύνδεσης τους μέσω διάχυσης. Τα σωματίδια των οξειδίων είναι πολύ σκληρά και σταθερά, και λόγω του λεπτοδιαμερισμού τους εντός της μητρικής δομής, συμβάλλουν στην ενίσχυση αυτής, παρεμποδίζοντας την μετακίνηση των διαταραχών. [6], [13], [25].



Εικόνα 8: Σχηματική παρουσίαση της μικροδομής των υπερκραμάτων νικελίου [7]

Στην εικόνα 7 παρουσιάζεται σχηματικά η μικροδομή ενός υπερκράματος Ni, όπου διαπιστώνεται η πολυπλοκότητα της, στην οποία οφείλεται ο εξαιρετικός συνδυασμός των ιδιοτήτων του κράματος.

1.4 Πεδίο εφαρμογών υπερκραμάτων

Τα υπερκράματα, και κυρίως αυτά με βάση το νικέλιο, βρίσκουν ευρεία εφαρμογή στο πεδίο της αεροναυπηγικής βιομηχανίας, ως υλικό κατασκευής των δομικών μερών των στροβιλοκινητήρων. Ενδεικτικά, τα υλικά αυτά χρησιμοποιούνται κατά κόρον σε περύγια στροβίλων, σε στροβιλοφόρους άξονες, σε τμήματα μετάδοσης, σε υψηλής απόδοσης άξονες και ρουλεμάν, σε φουσητήρες, ελατήρια, δίσκους συμπιεστών, μπουλόνια, λεπίδες, συστήματα καύσης και αεριοθούμενες μηχανές. Ένα από τα μέρη ενός στροβιλοκινητήρα που αναπτύσσει τις υψηλότερες θερμοκρασίες είναι ο θάλαμος καύσης. Ο θάλαμος καύσης δεν επιδέχεται υψηλές καταπονήσεις από μηχανικής άποψης, άλλα έχει μεγάλες απαιτήσεις όσον αφορά την αντοχή στον ερπυσμό και στην οξείδωση λόγω πολύ υψηλών θερμοκρασιών. Επίσης, λόγω του πολύπλοκου σχήματος του, επιβάλλεται το υλικό κατασκευής του να χαρακτηρίζεται από πολύ καλή διαμορφωσιμότητα και συγκολλησιμότητα (π.χ. Nimonic 75, Hastelloy X, Haynes 188 και Inconel 600). Άλλα πεδία εφαρμογών των υπερκραμάτων αφορούν στην χημική βιομηχανία, σε εφαρμογές όπου απαιτείται υψηλή αντοχή σε οξείδωση και διάβρωση. Επίσης, χρησιμοποιούνται στην βιομηχανία παραγωγής ηλεκτρικής ενέργειας σε τουρμπίνες παραγωγής ηλεκτρισμού. [14], [15], [16].

1.5 Κατηγοριοποίηση υπερκραμάτων νικελίου

Η κατηγοριοποίηση των υπερκραμάτων νικελίου δεν πραγματοποιείται με κάποιον συστηματικό τρόπο, όπως γίνεται με τα κράματα του χάλυβα και του αλουμινίου. Για αυτό το λόγο τα περισσότερα υπερκράματα νικελίου είναι γνωστά με την εμπορική τους ονομασία ή τον αριθμό κράματος ο οποίος τους ορίστηκε αρχικά, από τον κατασκευαστή τους. Για παράδειγμα τα υπερκράματα INCONEL[®] 600ⁱⁱ και HASTELLOY[®] C-22ⁱⁱⁱ αναφέρονται και ως Alloy 600 και Alloy C-22. Τα υπερκράματα νικελίου ταξινομούνται γενικά με βάση την χημική τους σύσταση. [11]

1.5.1 Καθαρά εμπορικά κράματα νικελίου

Τα καθαρά εμπορικά κράματα νικελίου είναι αυτά τα οποία περιέχουν νικέλιο σε ποσοστό ($\geq 99\%$ wt). Υπάρχει ολόκληρη κατηγορία εμπορικά καθαρών κραμάτων νικελίου τα οποία βασίζονται στα κράματα Alloy 200 και 201. Τα υλικά αυτά έχουν

χαμηλή αντοχή και σκληρότητα και ο βασικός λόγος για τον οποίο χρησιμοποιούνται είναι η αντοχή στους στην διάβρωση σε καυστικό περιβάλλον. Υπάρχουν και επιπλέον εμπορικά καθαρά κράματα νικελίου τα οποία χρησιμοποιούνται για ηλεκτρικές εφαρμογές. Τα κράματα αυτά έχουν καλή συγκολλησιμότητα αλλά είναι επιδεκτικά στην δημιουργία πορώδους όταν συγκολλούνται. Εάν τα κράματα αυτά διατηρούνται καθαρά πριν και κατά την διάρκεια της συγκόλλησης, παρουσιάζουν καλή αντοχή στην ρωγμάτωση, αλλά η ροή και η προστασία από το προστατευτικό αέριο πρέπει να είναι επαρκής για να αποφευχθεί η δημιουργία πόρων. [1], [11]

1.5.2 Κράματα σκληρυνόμενα μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος

Το νικέλιο και ο χαλκός είναι ισόμορφα στοιχεία (πλήρης διαλυτοποίηση), γεγονός το οποίο επιτρέπει την παραγωγή μονοφασικών κραμάτων σε όλο το ευρέως σύστασης. Αυτή η οικογένεια υλικών γενικά παρουσιάζει καλή αντοχή στην διάβρωση σε θαλάσσιο περιβάλλον και άλλα διαβρωτικά περιβάλλοντα. Τα Ni-Cu θεωρούνται ικανοποιητικά όσον αφορά την συγκολλησιμότητα τους, αλλά είναι επιρρεπή στην δημιουργία πορώδους αν δεν υπάρχει κατάλληλη προστασία ή αν δεν χρησιμοποιούνται αναλώσιμα τα οποία δεν περιέχουν οξειδία. Άλλα κράματα νικελίου σκληρυνόμενα μέσω στερεού διαλύματος, μπορεί να περιέχουν μόνο σίδηρο και τα περισσότερα από αυτά χρησιμοποιούνται για τις ηλεκτρικές τους ιδιότητες αλλά και για τον ιδιαίτερο συντελεστή διαστολής τους. . [1], [11]

Άλλα κράματα αυτής της κατηγορίας περιέχουν μια ποικιλία από στοιχεία αντικατάστασης μεταξύ των οποίων είναι το χρώμιο, το μολυβδαίνιο και το βολφράμιο. Καθένα από αυτά τα στοιχεία προσδίδει συγκεκριμένα χαρακτηριστικά και ως αποτέλεσμα μπορεί να αλλάξει το αποτέλεσμα της συγκόλλησης σε κάθε κράμα. Η μέγιστη αντοχή για τα κράματα νικελίου σκληρυνόμενα μέσω στερεού διαλύματος αγγίζει τιμές της τάξης των 830MPa, με όρια διαρροής από 345 έως 480 MPa. Τα κράματα αυτά χρησιμοποιούνται σε ένα μεγάλο εύρος εφαρμογών τα οποία απαιτούν καλή αντοχή στην διάβρωση. Στην περίπτωση που απαιτούνται κράματα με μεγαλύτερες αντοχές, τότε είναι απαραίτητο να χρησιμοποιηθεί η κατηγορία των κραμάτων, τα οποία αποκτούν την αντοχή τους μέσω κατακρήμνισης. [1], [11]

1.5.3 Κράματα σκληρυνόμενα μέσω κατακρήμνισης

Τα σκληρυνόμενα μέσω κατακρήμνισης κράματα νικελίου περιέχουν ποσότητες στοιχείων όπως τιτάνιο, αλουμινίου και/ή νιόβιο τα οποία σχηματίζουν μαζί με το νικέλιο

κατακρημνίσματα. Τα κατακρημνίσματα αυτά σχηματίζονται έπειτα από την εφαρμογή κατάλληλης θερμικής κατεργασίας και προσδίδουν στο κράμα την αντοχή του. Στις περισσότερες των περιπτώσεων τα κατακρημνίσματα αυτά είναι συνεκτικά με την ωστενιτική μήτρα και προκαλούν τέτοια παραμόρφωση στο πλέγμα ώστε η αντοχής του κράματος αυξάνεται σημαντικά. Τα πιο κοινά από αυτά τα κατακρημνίσματα είναι η γ' [Ni_3Al , Ni_3Ti και $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$] φάση και η γ'' [Ni_3Nb] φάση. Βελτιστοποιώντας τις κραματικές προσθήκες και την θερμική κατεργασία, τα κράματα αυτά μπορούν να φτάσουν μέγιστη αντοχή πάνω από 1380 MPa, με όριο διαρροής 0.2% πάνω από τα 1035 MPa. [1], [11]

Το πρώτο κράμα σκλήρυνσης μέσω κατακρήμνισης, είναι ένα κράμα Ni-Cr (X-750) το οποίο αποκτά την αντοχή του λόγω της γ' φάσης. Το κράμα αυτό παρουσιάζει ικανοποιητικό συνδυασμό από αντοχή στην οξείδωση και αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες οι οποίες φτάνουν κοντά στην θερμοκρασία solvus της γ' . Δυστυχώς το κράμα υφίσταται post-weld strain age cracking (SAC), όταν συγκολλάται και υφίσταται άμεση γήρανση χωρίς ενδιάμεσα να γίνει ανόπτηση. Σε μια προσπάθεια να βελτιστοποιηθεί η συγκολλησιμότητα και να αποφευχθεί η SAC, μια δεύτερη γενιά κραμάτων Ni-Cr, σκληρυνόμενων μέσω κατακρήμνισης, αναπτύχθηκε και τα οποία αποκτούν την αντοχή τους λόγω της γ'' φάσης. Το πιο γνωστό κράμα αυτής της κατηγορίας είναι το Alloy 718. Επειδή η γ'' σχηματίζεται πιο αργά από την γ' το Alloy 718 είναι παρουσιάζει μεγάλη αντίσταση στην SAC κατά την διάρκεια θερμικής κατεργασίας μετά την συγκόλληση. [1], [11]

Τα κράματα σκλήρυνσης μέσω κατακρήμνισης συνήθως αποκαλούνται και «υπερκράματα», λόγω της διατήρησης πολύ υψηλής αντοχής και αντίστασης στην οξείδωση σε υψηλές θερμοκρασίες. Ο όρος αυτός έχει χρησιμοποιηθεί και για τον χαρακτηρισμό και άλλων σύνθετων κραμάτων με πολύ υψηλή αντοχή, αλλά γενικά ο όρος υπερκράματα, χρησιμοποιείται κατά τον προσδιορισμό των κραμάτων νικελίου με ανώτερες ιδιότητες, οι οποίες οφείλονται στην γ' φάση και στην γ'' φάση. [1], [11]

1.5.4 Κράματα που σκληρυνόμενα μέσω διασποράς οξειδίων

Υπάρχουν κράματα τα οποία θα μπορούσαν να ενταχθούν στην κατηγορία των υπερκραμάτων, εάν ληφθεί υπόψη η υψηλή αντοχή σε ερπυσμό σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες. Τέτοιου είδους κράματα είναι τα κράματα με σκλήρυνση από διασπορά οξειδίων. Τα κράματα αυτά έχουν υψηλή αντοχή σε ερπυσμό καθώς παρουσιάζουν

σκλήρυνση μέσω κατακρήμνισης και σκλήρυνση μέσω διασποράς, η οποία δημιουργείται από την διασπορά πολύ λεπτών σωματιδίων τα οποία είναι σταθερά σε υψηλές θερμοκρασίες. Το οξείδιο Υττρία (Y_2O_3) είναι ένα παράδειγμα τέτοιου σωματιδίου το οποίο χρησιμοποιείται για να προσδώσει αντοχή στα κράματα. Αυτά τα υλικά παρουσιάζουν επιπλέον εξαιρετική αντοχή στην οξείδωση υψηλών θερμοκρασιών, αλλά υστερούν στο να διατηρήσουν την αντοχή τους σε όλο το εύρος της συγκόλλησης, όταν συγκολλούνται με κάποια από τις συμβατικές τεχνικές συγκόλλησης τήξης. Κατά την συγκόλληση τήξης τα σωματίδια αυτά τείνουν να συσσωματώνονται και μειώνεται η αντοχή στην ζώνη τήξης και στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη. [11]

1.6 Μικροδομή υπερκραμάτων Ni

Η μικροδομή των υπερκραμάτων Ni χαρακτηρίζεται από υψηλή πολυπλοκότητα καθώς αποτελείται από πλήθος ενδομεταλλικών φάσεων και καρβιδίων, διεσπαρμένων κατάλληλα εντός της μητρικής δομής γ . Το γεγονός αυτό, καθιστά τα υπερκράματα Ni από τα πλέον πολυφασικά συστήματα, κατάλληλα για απαιτητικές εφαρμογές υψηλών θερμοκρασιών. Η πολύπλοκη μικροδομή τους οφείλεται στην πολλαπλότητα της επίδρασης της πληθώρας των κραματικών στοιχείων που περιέχουν τα υπερκράματα Ni(10-12 κύρια κραματικά στοιχεία). [17]

1.6.1 Μητρική φάση γ

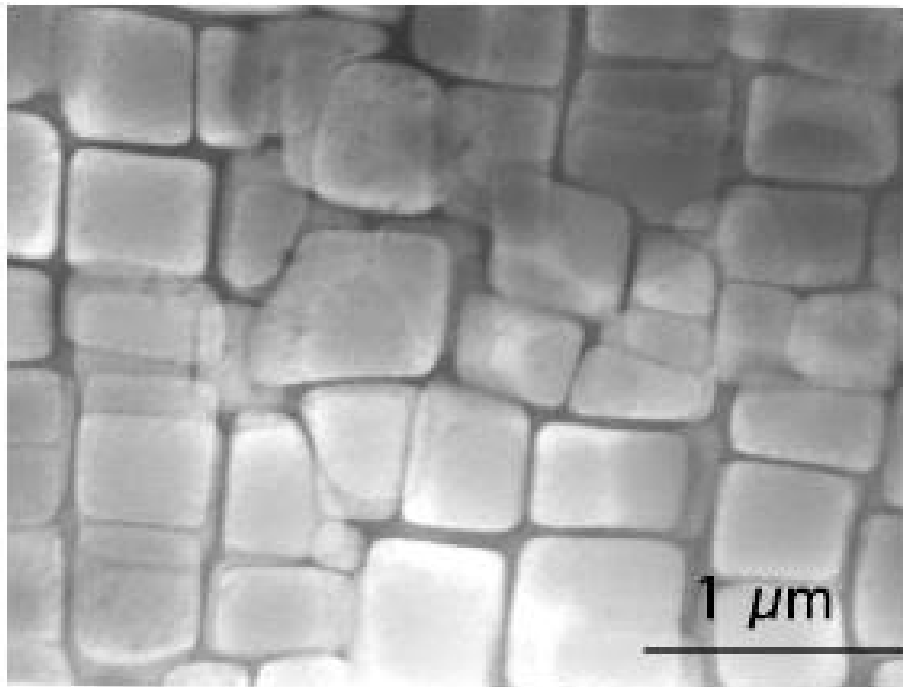
Η μητρική φάση γ των υπερκραμάτων Ni χαρακτηρίζεται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή η οποία είναι ιδανική για την ανάπτυξη ανθεκτικών μικροδομών, διότι το Ni που αποτελεί το κυρίαρχο στοιχείο δεν παρουσιάζει αλλοτροπικό μετασχηματισμό σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ανάπτυξη μια σταθερής θερμοδυναμικά μητρικής δομής, η οποία εμφανίζει ικανοποιητική μηχανική αντοχή και καλή ολκιμότητα σε όλο το θερμοκρασιακό εύρος λειτουργίας των συγκεκριμένων κραμάτων. [13]

1.6.2 Φάση γ'

Η φάση γ' με στοιχειομετρικό τύπο $Ni_3(Al,Ti)$, δημιουργείται ύστερα από κατάλληλη θερμική κατεργασία γήρανσης. Η κρυσταλλική δομή της γ' φάσης είναι η εδροκεντρωμένη κυβική και υπό την μορφή υμενίων στα όρια των κόκκων. Φυτρώνει ως ένα συνεχές κατακρήμνισμά, με τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό της ιδανικά διευθετημένο ως προς αυτόν της μητρικής φάσης γ και αναπτύσσεται με την μορφή λεπτοκρυσταλλικών και ομοιόμορφα διεσπαρμένων σωματιδίων, ποικίλης μορφολογίας,

η οποία καθορίζεται από τον βαθμό της συνεκτικότητας της γ' με την γ . Τα κυρίαρχα στοιχεία που συμμετέχουν στον σχηματισμό της φάσης γ' είναι το Ni, το Al και το Ti, ενώ το σημείο διαλυτοποίησης του εντοπίζεται στους 1140°C . [13], [17]

Όταν η φάση γ' περιέχει υψηλά ποσοστά Ti, μετασχηματίζεται εντός του θερμοκρασιακού εύρους $700^\circ\text{C} - 900^\circ\text{C}$, στην θερμοδυναμικά σταθερότερη φάση η , η οποία χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή υψηλής πυκνότητας (hcp) και έχει το στοιχειομετρικό τύπο Ni_3Ti . Ο μετασχηματισμός από την φάση γ' στην η ($\gamma' + \text{M}_{23}\text{C}_6 \rightarrow \eta + \text{M}_6\text{C}$) επιταχύνεται με την επιβολή μηχανικού έργου και την μείωση του λόγου Al/Ti, οδηγώντας σε μεγάλη αναντιστοιχία πλέγματος (μικρή έως μηδενική συνεκτικότητα με την μητρική φάση γ) και απώλεια της μεταλλουργικής σταθερότητας του κράματος. [12]



Εικόνα 9: Ηλεκτρονική μικρογραφία διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων που απεικονίζει μεγάλο κλάσμα όγκου γ' φάσης εντός της μητρικής δομής γ σε κράμα σύστασης $\text{Ni-9.7Al-1.7Ti-17.1Cr-6.3Co-2.3W}$ at. % [27]

1.6.3 Φάση γ''

Η γ'' φάση φυτρώνει υπό την μορφή, συνεκτικών ως προς την μήτρα κατακρημνισμάτων χωροκεντρωμένης τετραγωνικής δομής (bct). Η μορφολογία της είναι δισκοειδής, φυτρώνει περικρυσταλλικά και σε ατέλειες της κρυσταλλικής δομής (π.χ σημεία συσσώρευσης σφαλμάτων), και αναπτύσσεται σε κράματα που περιέχουν τουλάχιστον 4 wt. % Nb. Ένα βασικό μειονέκτημα της γ'' φάσης, συγκριτικά με την γ' , είναι ότι έχει χαμηλότερη θερμοκρασία solvus. Έτσι υπερκράματα Ni, που σκληραίνουν μέσω

κατακρήμνισης της γ'' φάσης, χάνουν την αντοχή τους μετά τους 650 °C, λόγω του μετασχηματισμού ($\gamma'' + M_7C_3 \rightarrow \delta + M_6C$) της γ'' φάσης στην δ (Ni, Co)₃Nb, με χαρακτηριστική ορθορομβική δομή. Αυτός είναι ο λόγος που κράματα σκλήρωσης μέσω κατακρήμνισης της γ'' χρησιμοποιούνται όταν απαιτείται υψηλή αντοχή σε χαμηλότερες θερμοκρασίες. [17], [18]

1.6.4 Καρβίδια

Η επίδραση των καρβιδίων στα υπερκράματα Ni εξαρτάται από τη θέση, την σύσταση, την μορφολογία και την διασπορά τους εντός της μητρικής δομής. Στα υπερκράματα ο περιεχόμενος C συνδυάζεται με ισχυρά καρβιδιογόνα στοιχεία όπως το Nb, το Ti, το Ta, το Hf ή με λιγότερο δραστικά στοιχεία όπως το Mo και το W.

Έπειτα από παρατεταμένη έκθεση των υπερκραμάτων σε υψηλές θερμοκρασίες, τα πρωτογενή (primary) καρβίδια τύπου MC τείνουν να διασπαστούν και να οδηγήσουν στον σχηματισμό δευτερογενών καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$ ($MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$) ή/και M_6C ($MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$), τα οποία κατακρημνίζονται προτιμητέα στα όρια των κόκκων. Πιο σπάνια απαντώνται και καρβίδια τύπου M_7C πλούσια σε χρώμιο. Τα δευτερογενή (secondary) καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ και M_7C εμφανίζονται στα όρια των κόκκων υπό την μορφή ασυνεχών κατακρημνισμάτων. Έχουν ωστόσο παρατηρηθεί και υπό μορφή πλακοειδών σχηματισμών. [17]

Τα καρβίδια $M_{23}C_6$ σχηματίζονται σε χαμηλότερη θερμοκρασία από ότι τα M_6C , γύρω στους 760 – 980 °C και συνήθως παρατηρούνται στα όρια των κόκκων αλλά και κατά μήκος των ορίων των διδύμων, σχηματίζοντας επιμήκη πλακίδια παράλληλα σε αυτά ή σχηματισμούς "zipperlike". Έχει παρατηρηθεί επίσης η φύτρωση τους σε θέσεις συσσώρευσης σφαλμάτων. [19]

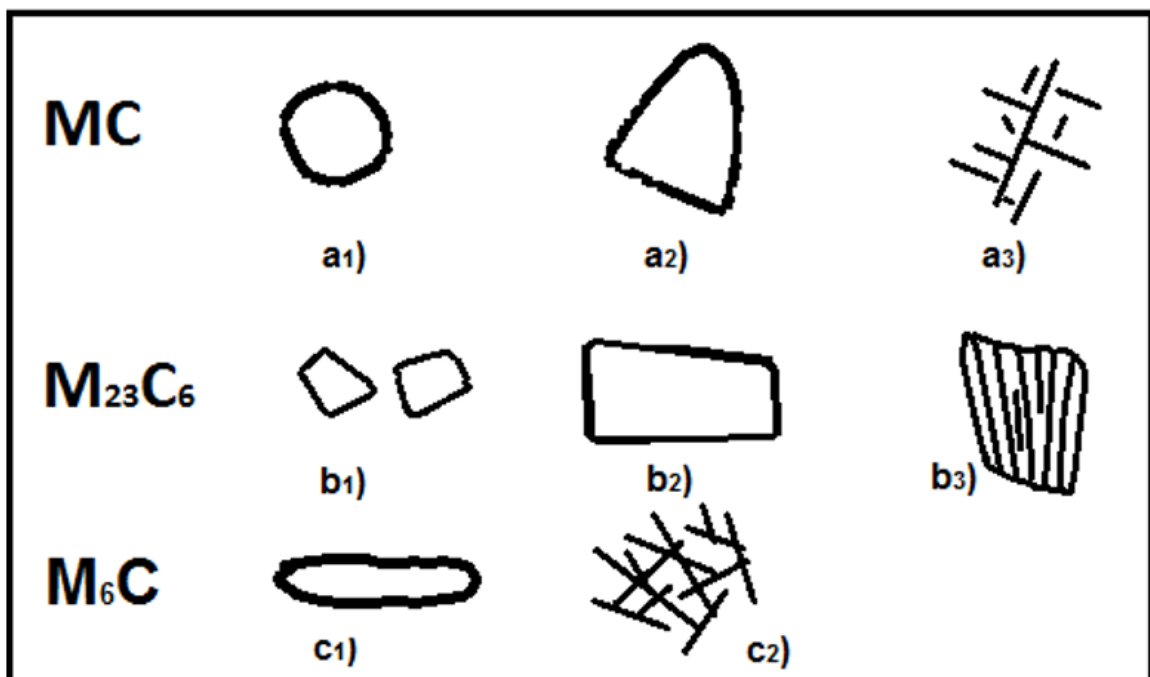
Τα καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ απαντώνται σε κράματα υψηλής περιεκτικότητας σε Cr και παρουσιάζουν περίπλοκη κυβική δομή, παρόμοια με αυτή της ψαθυροποιητικής φάσης σ. Κατ' επέκταση πλακοειδούς μορφολογίας σ φάση μπορεί να φυτρώσει στα όρια καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$. Η θέση αυτών των καρβιδίων στα όρια των κόκκων είναι πολύ σημαντική και μπορεί να προσδώσει αξιοσημείωτη αύξηση στην αντοχή του υπερκράματος σε τασικά πεδία και σε εύρος υψηλών θερμοκρασιών. [20]

Τα καρβίδια τύπου M_6C είναι επίσης κυβικής δομής, αλλά κατακρημνίζονται σε ελαφρώς μεγαλύτερες θερμοκρασίες (815 – 980°C) από ότι τα $M_{23}C_6$. Είναι πλούσια σε καρβιδιογόνα στοιχεία όπως το W και το Mo, και παρόλο που έχουν παρόμοια δομή με

τα $M_{23}C_6$, απαραίτητη για την κατακρήμνιση τους, είναι η ύπαρξη μεγαλύτερων ποσοστών W και Mo, 6 – 8 wt% στα υπερκράματα Ni. Μπορούν να σχηματιστούν και σε υπερκράματα Ni με μικρότερο ποσοστό W και Mo, μέσω της διάσπασης των καρβιδίων τύπου MC ($MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma$). Κατά τη διάσπαση τους αυτά τα καρβίδια δημιουργούν ζώνες πλούσιες σε W με αποτέλεσμα την κατάλυση της φύτρωσης καρβιδίων τύπου M_6C . [17]

Λόγω της υψηλότερης θερμοκρασίας σχηματισμού τους τα M_6C καρβίδια θεωρούνται πιο ευεργετικά και προτιμώνται όσον αφορά τον έλεγχο του μεγέθους των κόκκων κατά την κατεργασία των υπερκραμάτων

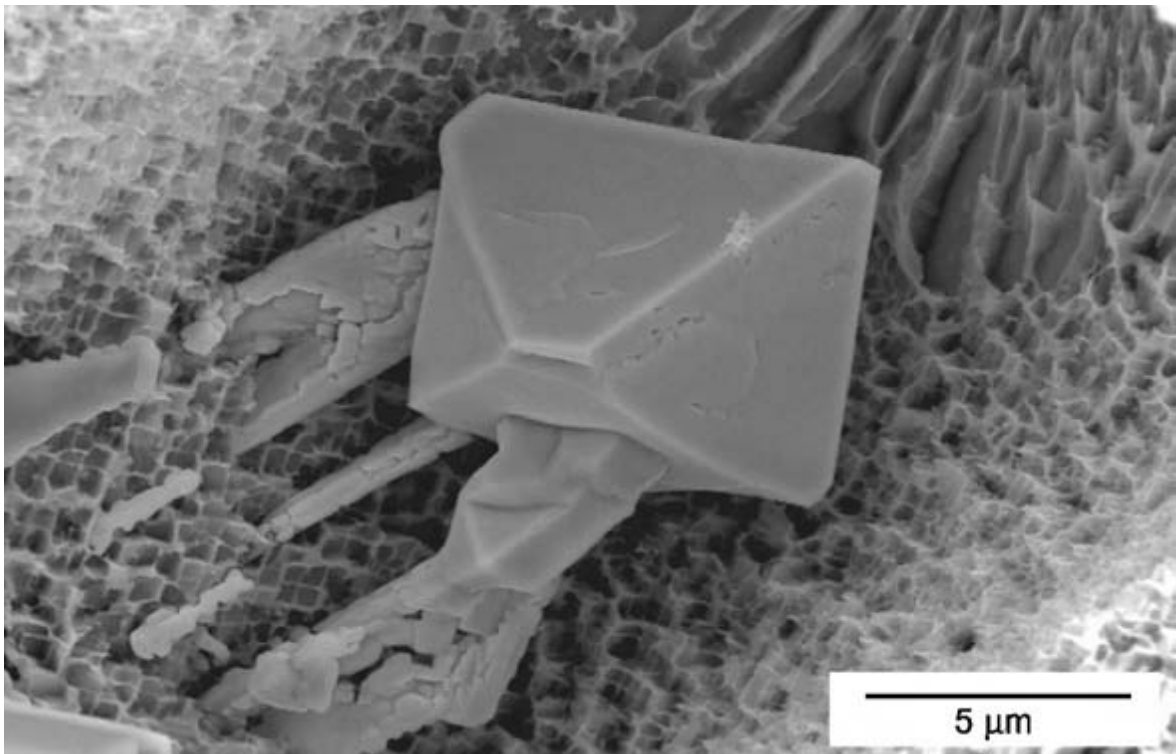
Τα καρβίδια τύπου MC συνεισφέρουν με έμμεσο τρόπο στις ιδιότητες του εκάστοτε υπερκράματος Ni, παρέχοντας μια σταθερή πηγή άνθρακα για το σχηματισμό των δευτερογενών καρβιδίων. Έτσι στα περισσότερα υπερκράματα είναι τα δευτερογενή καρβίδια τα οποία συνεισφέρουν στην αύξηση της μηχανικής αντοχής μέσω σταθεροποίησης των ορίων των κόκκων. [21]



Εικόνα 10: Τυπικές μορφολογίες καρβιδίων σε υπερκράματα νικελίου: a1) Τυπικό MC καρβίδιο, a2) και a3) μορφολογία blocky και συστοιχίες, b1) ασυνεχή μπλοκ σωματιδίων, b2) πλακίδια, b3) κυτταροειδούς μορφολογίας καρβίδια, c1) blocky M_6C καρβιδίων, c2) μορφολογία Widmanstätten.[28]

Αξίζει να σημειωθεί ότι, για να είναι θετική η επίδραση των καρβιδίων, θα πρέπει να ελέγχεται με μεγάλη προσοχή η μορφολογία και η ποσότητα τους. Η ύπαρξη συνεχών

καρβιδίων στα όρια των κόκκων, μπορεί να συνεισφέρει στην ολίσθηση των ορίων των κόκκων, ενώ η ασυνεχής κατακρήμνιση να επιφέρει τα βέλτιστα αποτελέσματα (αντοχή σε ερπυσμό, σταθεροποιώντας τα όρια των κόκκων και παρεμποδίζοντας την ολίσθηση τους. Έχει παρατηρηθεί, επίσης, ότι τα κυτταροειδούς (cellular) μορφολογίας $M_{23}C_6$ και τα Widmanstätten μορφολογίας M_6C καρβίδια τείνουν να μειώσουν την ολκιμότητα και την αντοχή σε θραύση. [12]



Εικόνα 11: Παράδειγμα καρβιδίου τύπου MC , κυβοειδούς μορφολογίας, σε μονοκρυσταλλικό υπερκράμα νικελίου.

1.6.5 Φάσεις TCP (Topologically closed Packed)

Οι φάσεις TCP θεωρούνται επιζήμιες όσον αφορά τις μηχανικές ιδιότητες των υπερκραμάτων Ni και συνήθως αποφεύγονται συνδυασμοί χημικής σύστασης που ευνοούν τον σχηματισμό τους. Απαντώνται υπό την μορφή πλακοειδών και βελονοειδών κατακρημνισμάτων. Οι συνηθέστερες TCP φάσεις είναι οι σ , μ , χ , ρ και Laves. [17], [22]

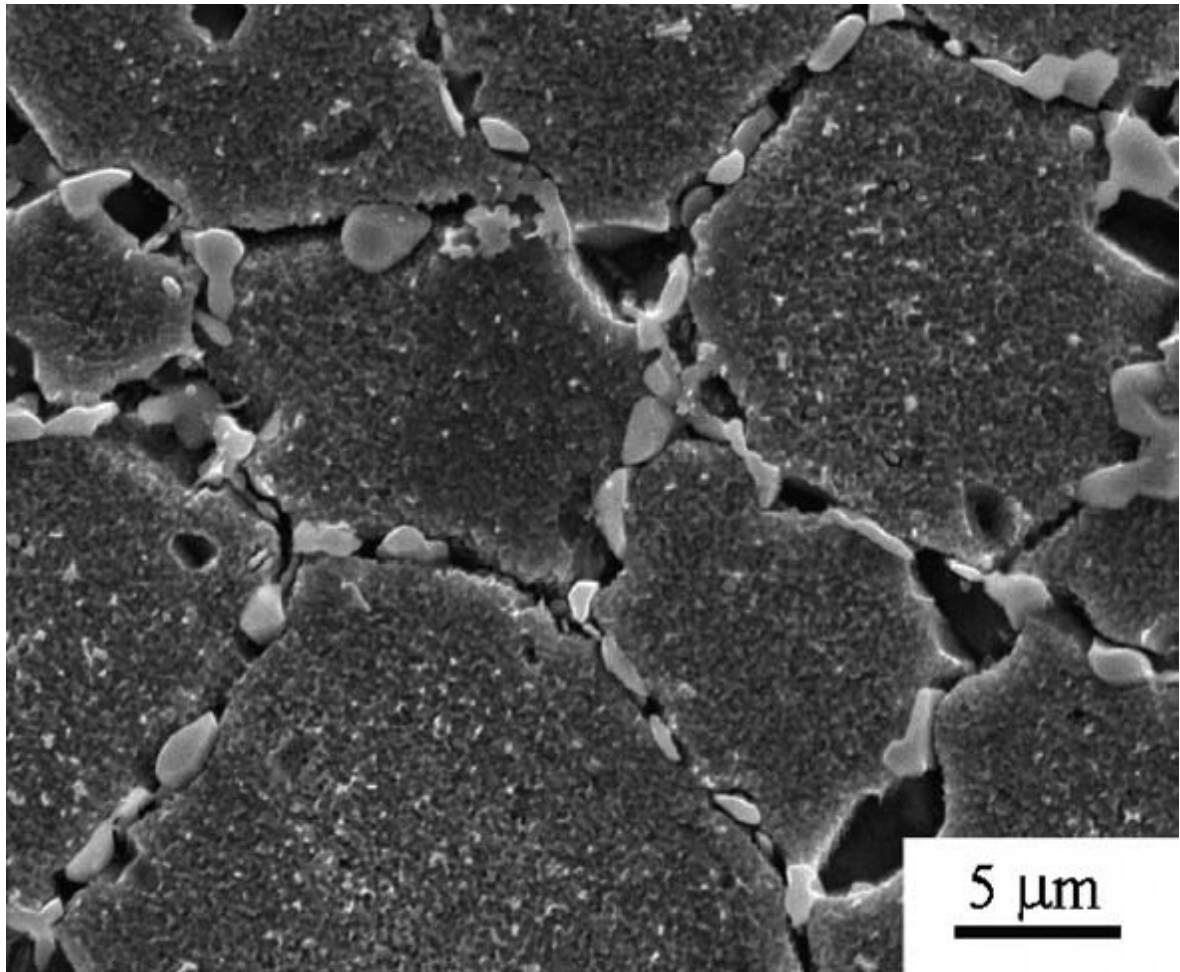
Πρόκειται για σκληρές και ψαθυρές φάσεις, οι οποίες κατακρημνίζονται υπό την μορφή βελονών (Widmanstätten) ή/και πλακών, περικρυσταλλικά, σε διεπιφάνειες επαφής με άλλες καρβιδιογόνες φάσεις, καθώς και σε ατέλειες της κρυσταλλικής δομής (διδυμίες,

σφάλματα επιστοίβασης). Η κατακρήμνιση τους αποτελεί το λόγο έναρξης ρωγματώσεων και επομένως ψαθυροποίησης, με αποτέλεσμα τη μείωση της αντοχής και της ολκιμότητας των υπερκράματων. Έχει παρατηρηθεί, επίσης, ότι η κρυσταλλική δομή των $M_{23}C_6$ είναι παραπλήσια με αυτής της σ , ενώ του M_6C με αυτή της μ σε υπερκράματα Ni που περιέχουν W και Mo. [17]

Η σ αποτελεί μια ενδομεταλλική φάση που εσωκλείει στοιχεία μετάπτωσης και χαρακτηρίζεται από χωροκεντρωμένη τετραγωνική δομή με γενικό τύπο A_xB_y με x, y να παίρνουν τιμές από 1-7. Κατακρημνίζεται περικρυσταλλικά υπό τη μορφή πλακιδίων ή βελονών, ενώ μπορεί να εμφανιστεί στα όρια διδύμων ή/και στις διεπιφάνειες επαφής με βορίδια ή καρβίδια. Ο σχηματισμός της φάσης σ επιφέρει μείωση του ποσοστού Cr που περιέχεται στη φάση γ με αποτέλεσμα την ελάττωση της αντοχής του υλικού σε διάβρωση. Στα υπερκράματα νικελίου, έχει παρατηρηθεί ότι κατακρημνίζεται στο θερμοκρασιακό εύρος 650 – 925 °C υπό την επιβολή πεδίου τάσεων. [12]

Η φάση Laves κατακρημνίζεται στα υπερκράματα Ni υπό την μορφή επιμηκών εναλλασσόμενων πλακιδίων στα όρια κόκκων. Χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή και η ύπαρξη της σχετίζεται με την υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων λόγω ψαθυροποίησης. [23]

Οι φάσεις TCP περιέχουν υψηλό ποσοστό πυρίμαχων στοιχείων, τα οποία τα αντλούν από τη μήτρα, προκαλώντας απεμπλουτισμό αυτής και υποβάθμιση των μηχανικών και αντιδιαβρωτικών ιδιοτήτων των υπερκράματων. Στα υπερκράματα νικελίου έχει παρατηρηθεί ότι με την προσθήκη πυρίμαχων στοιχείων όπως το ρουθίνιο, το ρήνιο και το ρόδιο, αυξάνεται η αντοχή σε ερπυσμό και η μεταλλουργική σταθερότητα της μικροδομής, ωστόσο προωθείται ο σχηματισμός επιβλαβών φάσεων TCP. Η δυσμενής επίδραση αυτών εντοπίζεται στον απεμπλουτισμό της ωστενιτικής μήτρας από στοιχεία που συμμετέχουν στη δημιουργία στερεού διαλύματος αντικατάστασης, καθώς και στην ίδια την ψαθυρή τους φύση. [12]



Εικόνα 12: Μικρογραφία SEM του υπερκράματος νικελίου RR1000, στην οποία φαίνεται η κατακρήμνιση σ φάσης στα όρια των κόκκων της γ, έπειτα από παραμύνη στους 750 °C για 5000 h.

1.7 Το Haynes 282

Το Haynes 282 είναι ένα νέο υπερκράμα νικελίου, σκληρυνόμενο μέσω κατακρήμνισης της γ' φάσης, το οποίο αναπτύχθηκε για εφαρμογές στις οποίες είναι επιθυμητή η αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες, όπως είναι οι κινητήρες που χρησιμοποιούνται στην αεροναυπηγική βιομηχανία. Ο συνδυασμός της αντοχής σε ερπυσμό, της θερμικής σταθερότητας, της συγκολλησιμότητας και της κατεργασιμότητας είναι μοναδικός και δεν συναντάται στα διαθέσιμα εμπορικά κράματα. Η αντοχή του στον ερπυσμό, σε θερμοκρασίες από 650 έως 930°C, ξεπερνά αυτές του Waspaloy και πλησιάζει σε ικανοποιητικό βαθμό αυτές του Rene-41. [26]

Το Haynes 282 υποβάλλεται στην πρότυπη θερμική κατεργασία που προτείνεται από την κατασκευάστρια εταιρεία Haynes International, προκειμένου να αποκτήσει την

επιθυμητή μικροδομή και τις βέλτιστες μηχανικές ιδιότητες. Συγκεκριμένα, η πρότυπη θερμική κατεργασία περιλαμβάνει 3 στάδια, την ομογενοποίηση στους 1121 °C με 1149 °C και ταχεία ψύξη με νερό και δυο συνακόλουθα στάδια γήρανσης στους 1010 °C για 2 ώρες και 788 °C για 8 ώρες αντίστοιχα, με ψύξη στον αέρα μετά το πέρας τους.

Το πρώτο στάδιο της γήρανσης αποσκοπεί στην περικρυσταλλική κατακρήμνιση δευτερογενών καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$ και M_6C , ενώ το δεύτερο στην κατακρήμνιση της γ' φάσης, με ομοιόμορφη κατανομή, σφαιρική μορφολογία και μέγεθος περίπου ίσο με 20nm. [26]

Πέρα από την περιεκτικότητα του σε γ' και την υψηλή του αντοχή σε θερμοκρασίες έως και 900 °C, το Haynes 282 έχει εξαιρετική διαμορφωσιμότητα, κατεργασιμότητα και σφυρηλασιμότητα και μπορεί να συγκολληθεί πολύ ευκολότερα, συγκριτικά με άλλα υπερκράματα Ni σκληρυνόμενα μέσω γ' φάσης, με ίδια ή παραπλήσια αντοχή, και ουσιαστικά αποδίδεται στο μικρότερο κλάσμα όγκου γ' φάσης, λόγω της μικρότερης συνδυασμένης περιεκτικότητας σε Al και Ti, σε σύγκριση με τα άλλα κράματα, π.χ. Waspaloy και Rene 41 . Αυτός ο εξαιρετικός συνδυασμός ιδιοτήτων, έχει δημιουργήσει μεγάλο ενδιαφέρον, με στόχο να ανταποκριθεί στις προκλήσεις των σύγχρονων στροβιλοκινητήρων. [26]

1.8 Τεχνολογία συγκολλήσεων

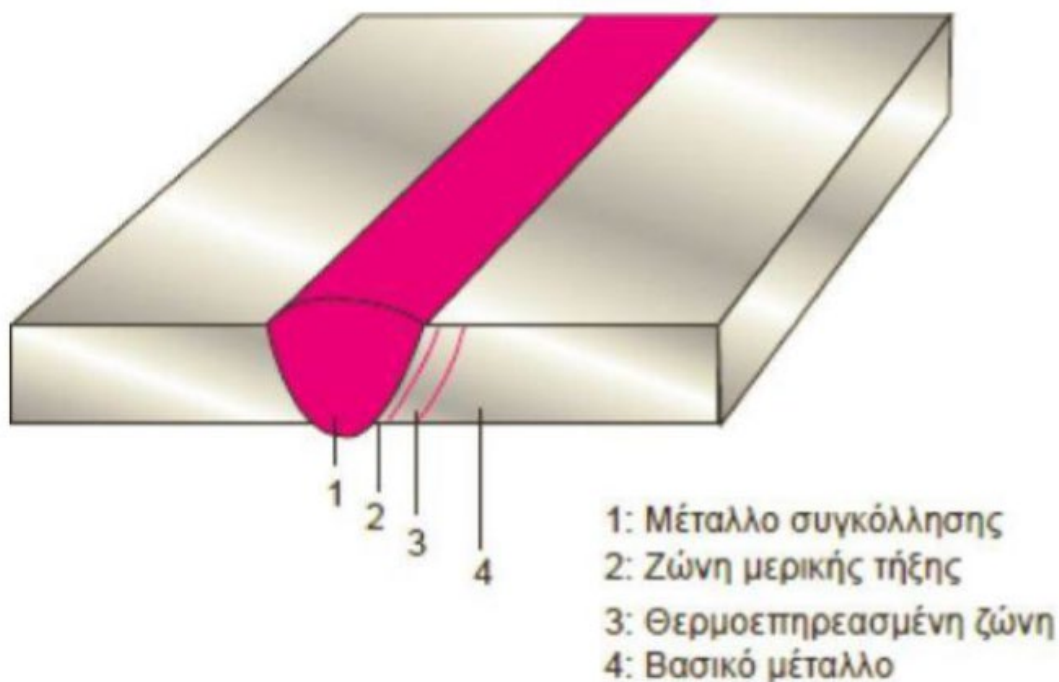
Οι συγκολλήσεις τήξης είναι κατεργασίες μέσω των οποίων επιτυγχάνεται μια συνεχής σύνδεση δυο μεταλλικών στοιχείων μέσω της τήξης τους από κάποια πηγή θερμότητας με ή χωρίς την χρήση πρόσθετου συγκολλητικού υλικού. Η τεχνολογία των συγκολλήσεων τήξεως περιλαμβάνει μια μεγάλη ποικιλία μεθόδων συγκόλλησης, η πλειοψηφία των οποίων χρησιμοποιεί το ηλεκτρικό τόξο ως πηγή θερμότητας για την τήξη των προς συγκόλληση μετάλλων. Στις περιπτώσεις αυτές αναφερόμαστε σε συγκολλήσεις τόξου. [31]

Βασικό κριτήριο για την συμμετοχή πολλών υλικών στην κατασκευή τουρμπινών στον τομέα της αεροναυπηγικής βιομηχανίας αποτελεί η συγκολλησιμότητα τους. Έτσι λοιπόν η συγκολλησιμότητα ενός υλικού πρέπει να λαμβάνεται υπόψη στην κατασκευή, τον σχεδιασμό και τη λειτουργία του εξαρτήματος για το οποίο προορίζεται. Τις περασμένες δεκαετίες αναπτύχθηκαν υπερκράματα με εξαιρετική μηχανική αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες και αντίσταση στην οξείδωση και την διάβρωση υψηλών θερμοκρασιών,

των οποίων όμως η χρήση περιορίστηκε λόγω της μειωμένης συγκολλησιμότητας. Παρ' όλες τις αστοχίες που μπορεί να προκύψουν κατά τη συγκόλληση των υπερκραμάτων, η τεχνική της συγκόλλησης αποτελεί μέχρι σήμερα τον οικονομικότερο τρόπο σύνδεσης, προσφέροντας ελάχιστη προσαύξηση βάρους και αύξηση ορίων λειτουργικότητας των κατασκευών. Οι τεχνικές συγκόλλησης βασισμένες στη διάχυση περιλαμβάνουν την τήξη και επαναστερεοποίηση του μετάλλου στην σύνδεση, γεγονός που αυξάνει την πιθανότητα πρόκλησης αστοχίας στη ζώνη συγκόλλησης. [29], [30], [31]

Οι βασικότερες μέθοδοι συγκόλλησης είναι:

- Συγκόλληση με επενδυμένα ηλεκτρόδια (SMAW)
- Συγκόλληση με σύρμα και αδρανές αέριο (MIG / GMAW)
- Συγκόλληση με μη αναλίσκόμενο ηλεκτρόδιο βολφραμίου (TIG / GTAW)
- Συγκόλληση με βυθισμένο τόξο (SAW)



Εικόνα 13: Τμήματα από τα οποία αποτελείται μια συγκόλληση. [31]

Τα τμήματα από τα οποία αποτελείται μια συγκόλληση φαίνονται στην εικόνα 13 και είναι:

1. Ζώνη Τήξης ή μέταλλο της συγκόλλησης

Πρόκειται για την περιοχή της συγκόλλησης η οποία έχει υποστεί τήξη και έχει επαναστερεοποιηθεί. Πολλές διεργασίες που συμβαίνουν τόσο κατά την τήξη όσο και κατά την στερεοποίηση του μετάλλου συγκόλλησης επηρεάζουν την ποιότητα σύνδεσης. Η χημική σύσταση του μετάλλου συγκόλλησης επηρεάζεται από την σύσταση του συγκολλητικού υλικού (αναλυσκόμενου ηλεκτροδίου), από το είδος του προστατευτικού αερίου, από την καθαρότητα των ελασμάτων πριν την συγκόλληση καθώς και από την σύσταση της επένδυσης του ηλεκτροδίου. [31]

Η μικροδομή του μετάλλου συγκόλλησης επηρεάζεται από τις συνθήκες συγκόλλησης. Στις περισσότερες περιπτώσεις η μικροδομή του μετάλλου συγκόλλησης είναι κιονοειδής (columnar), διότι η ανάπτυξη των κόκκων πραγματοποιείται από το βασικό μέταλλο προς το κέντρο του μετάλλου συγκόλλησης, δηλαδή αντίθετα στην κατεύθυνση της ροής θερμότητας. [31]

Συνέπειες της στερεοποίησης στο μέταλλο συγκόλλησης αποτελούν, α) ο μικροδιαφορισμός των κραματικών στοιχείων, γεγονός που σημαίνει ότι η χημική σύσταση στο μέταλλο συγκόλλησης δεν είναι ομοιόμορφη και β) ο σχηματισμός πορώδους (porosity) εξαιτίας του εγκλωβισμού αερίων στην λίμνη συγκόλλησης κατά την στερεοποίηση. Ένας σημαντικός παράγοντας που επηρεάζει την αντοχή των συγκολλήσεων είναι η διείσδυση (penetration) του μετάλλου συγκόλλησης. Η διείσδυση μπορεί να είναι πλήρης (full penetration) ή μερική (partial penetration). Στις περισσότερες συγκολλήσεις επιδιώκεται η πλήρης διείσδυση. Η διείσδυση επηρεάζεται κυρίως από την μεταφορά μετάλλου (metal transfer) από το ηλεκτρόδιο ή το σύρμα προς συγκόλληση, η οποία με την σειρά της επηρεάζεται από τις συνθήκες συγκόλλησης. Όταν ένταση του ρεύματος είναι κάτω από μία κρίσιμη τιμή, το μέταλλο μεταφέρεται από το ηλεκτρόδιο προς την συγκόλληση, με την μορφή μεγάλων σταγόνων (globular transfer). Στην περίπτωση αυτή η διείσδυση είναι μικρή. Όταν η ένταση του ρεύματος είναι πάνω από την κρίσιμη τιμή, τότε η μεταφορά μετάλλου πραγματοποιείται με ψεκασμό (spray transfer) και η διείσδυση είναι μεγαλύτερη. [31]

Η αντοχή του μετάλλου συγκόλλησης εξαρτάται από τη χημική του σύσταση και τη μικροδομή του. Στις περισσότερες συγκολλήσεις επιδιώκεται το μέταλλο συγκόλλησης να είναι εφάμιλλο του βασικού μετάλλου τόσο στη σύσταση όσο και στις ιδιότητες. Η κατάσταση αυτή επιδιώκεται για διάφορους λόγους, όπως α) μεγάλη αντοχή στην διάβρωση αφού αποφεύγονται διαφορές σύστασης που μπορεί να προκαλέσουν

γαλβανικά στοιχεία και β) ομοιόμορφες μηχανικές ιδιότητες στο μέταλλο συγκόλλησης και το βασικό μέταλλο. [31]

Υπάρχουν περιπτώσεις όπου οι ιδιότητες του μετάλλου συγκόλλησης υπερτερούν αυτών του βασικού μετάλλου. Αυτό επιδιώκεται κυρίως στις συγκολλήσεις κραμάτων, όπου υπάρχει σχεδόν πάντοτε κάποια απώλεια κραματικών στοιχείων από την λίμνη συγκόλλησης εξαιτίας της εξάτμισης. Έτσι επιλέγεται ένα ηλεκτρόδιο πιο πλούσιο σε κραματικά στοιχεία από το βασικό μέταλλο. Ένας πρόσθετος λόγος είναι για να καλυφθεί η απώλεια αντοχής του μετάλλου συγκόλλησης εξαιτίας της χυτής δομής του έναντι της ελατής δομής του βασικού μετάλλου. [31]

Υπάρχουν όμως και περιπτώσεις όπου το μέταλλο συγκόλλησης υπολείπεται σε σύσταση και ιδιότητες αυτών του βασικού μετάλλου. Στις περιπτώσεις αυτές επιδιώκεται ο ελεγχόμενος εντοπισμός μίας πιθανής αστοχίας αποκλειστικά στη συγκόλληση για την προστασία των υπόλοιπων δομικών στοιχείων από μηχανική αστοχία ή διάβρωση. Η χημική σύσταση του μετάλλου συγκόλλησης εξαρτάται από την σύσταση του ηλεκτροδίου, το υλικό του οποίου αναμειγνύεται κατά την τήξη με αυτό του βασικού μετάλλου. Το γεγονός αυτό έχει ιδιαίτερη σημασία στις συγκολλήσεις, στις οποίες επιλέγεται ηλεκτρόδιο πιο πλούσιο σε κραματικά στοιχεία σε σχέση με το βασικό μέταλλο. Στην περίπτωση αυτή προκαλείται αραίωση (dilution) του υλικού του ηλεκτροδίου από το βασικό μέταλλο. Η αραίωση εκφράζεται ως ο λόγος του βάρους του βασικού μετάλλου που τήκεται και συμμετέχει στο μέταλλο συγκόλλησης προς το βάρος του μετάλλου συγκόλλησης. Η αραίωση εξαρτάται, μεταξύ άλλων, και από την προετοιμασία των ακμών. Γενικά οι συγκολλήσεις με ακμές V ή X με πολλαπλά πάσα παρουσιάζουν μικρότερη αραίωση σε σχέση με συγκολλήσεις χωρίς προετοιμασία ακμών και ενός πάσου. [31]

Σύμφωνα με τα παραπάνω το μέταλλο της συγκόλλησης αποτελεί ίσως το σημαντικότερο τμήμα της συγκόλλησης. Υφίσταται τήξη, κραμάτωση και στερεοποίηση σε εξαιρετικά μικρούς χρόνους ενώ ταυτόχρονα υποβάλλεται σε υψηλές θερμικές τάσεις κατά την φάση της στερεοποίησης με αποτέλεσμα να δημιουργούνται διάφορα προβλήματα, όπως για παράδειγμα η θερμή ρωγμάτωση (hot cracking). [31]

2. Ζώνη μερικής τήξης ή ζώνη σύνδεσης

Είναι η περιοχή της συγκόλλησης μεταξύ της ζώνης τήξης και της θερμικά επηρεασμένης ζώνης (ΘΕΖ). Στην περιοχή αυτή ο θερμικός κύκλος της συγκόλλησης είναι τέτοιος η

μέγιστη θερμοκρασία T_{max} είναι μεταξύ της liquidus T_L και της solidus T_S του κράματος. Στη περιοχή αυτή λαμβάνει χώρα μερική τήξη κυρίως στα σύνορα των κόκκων αλλά πολλές φορές και στο εσωτερικό των κόκκων. Η ZMT σχηματίζεται ευκολότερα και έχει μεγαλύτερο πλάτος σε κράματα με μεγάλο εύρος στερεοποίησης, δηλαδή μεγάλη διαφορά $T_L - T_S$. Μερική τήξη μπορεί να συμβεί και σε θερμοκρασίες μικρότερες της solidus με το μηχανισμό τοπικής τήξης δευτερευουσών φάσεων (constitutional liquation). Η τήξη αυτή συμβαίνει κυρίως στις διεπιφάνειες μεταξύ των σωματιδίων δευτερευουσών φάσεων και της μήτρας και οφείλεται στο γεγονός ότι γύρω από τα σωματίδια η σύσταση στη μήτρα αυξάνεται (λόγω μερικής διαλυτοποίησης των σωματιδίων) τόσο ώστε να προκληθεί τήξη όταν η θερμοκρασία υπερβεί την ευτηκτική θερμοκρασία. Έτσι κατά την συγκόλληση σχηματίζονται υγρά φιλμ γύρω από τα σωματίδια αυτά μέσα στην ZMT. Η ZMT είναι πηγή διαφόρων προβλημάτων, όπως η θερμή ρωγμάτωση και η μείωση ολκιμότητας. [31]

3. Θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ)

Η ΘΕΖ είναι η περιοχή της συγκόλλησης η οποία δεν τήκεται, αλλά επηρεάζεται από την θερμότητα της συγκόλλησης. Εντοπίζεται μεταξύ της ZMT και του μετάλλου βάσης, το οποίο παραμένει ανεπηρέαστο από το θερμικό φορτίο. Η ΘΕΖ ορίζεται ως η περιοχή εκείνη όπου η μέγιστη θερμοκρασία του θερμικού κύκλου είναι μεταξύ της solidus T_S και μιας θερμοκρασίας T_0 πάνω από την οποία το μέταλλο υφίσταται κάποιας μορφής θερμική επιρροή. Η θερμοκρασία T_0 εξαρτάται από το κράμα και την κατάσταση στην οποία ευρίσκεται αυτό πριν από την συγκόλληση. Έτσι για παράδειγμα η T_0 μπορεί να είναι η θερμοκρασία επαναφοράς, η θερμοκρασία γήρανσης ή θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης κ.ο.κ. Στην ΘΕΖ συμβαίνουν, ανάλογα με το κράμα, την μέγιστη θερμοκρασία και τον ρυθμό ψύξης διάφορες μεταβολές στη μικροδομή του υλικού, όπως:

- Ανόπτηση και ανακρυστάλλωση
- Μεγέθυνση των κόκκων
- Διαλυτοποίηση και κατακρήμνιση δευτερευουσών φάσεων
- Διεύρυνση δευτερευουσών φάσεων

Τα φαινόμενα αυτά επιφέρουν μεταβολές στις μηχανικές ιδιότητες του εκάστοτε κράματος, όπως:

- Μείωση της μηχανικής αντοχής του υλικού

- Ψαθυροποίηση λόγω σχηματισμού ενδομεταλλικών φάσεων

Στη ΘΕΖ παρατηρούνται επίσης φαινόμενα ρωγμάτωσης, όπως το φαινόμενο ψυχρής ρωγμάτωσης (cold cracking), το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου (hydrogen embrittlement), ρωγμάτωση αναθέρμανσης (reheat cracking) και η ρωγμάτωση διαστρωμάτωσης (lamellar tearing). Οι ατέλειες αυτές επηρεάζουν άμεσα την ποιότητα των συγκολλήσεων και απαιτούνται ειδικές διαδικασίες συγκόλλησης για την αποφυγή τους, μεταξύ των οποίων είναι η προθέρμανση για τη μείωση του ρυθμού ψύξης, η χρήση ηλεκτροδίων χαμηλού υδρογόνου, η χρήση ειδικών ανοξειδωτών ηλεκτροδίων χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα καθώς και μια σειρά από θερμικές κατεργασίες, οι οποίες πραγματοποιούνται μετά την συγκόλληση (Post-Weld Heat Treatments, PWHT), που αποσκοπούν είτε στην ανακούφιση των παραμενουσών τάσεων, είτε στην διαμόρφωση της τελικής μικροδομής και επομένως της ολκιμότητας και της μηχανικής αντοχής της συγκόλλησης. [31]

Τα προβλήματα που σχετίζονται με την ΘΕΖ αντιμετωπίζονται πιο δύσκολα από τα προβλήματα που αφορούν στο μέταλλο συγκόλλησης. Προβλήματα στο μέταλλο συγκόλλησης συνήθως αντιμετωπίζονται με αλλαγή ηλεκτροδίου, ενώ προβλήματα στη ΘΕΖ πολλές φορές μπορούν να αντιμετωπιστούν μόνο με την αλλαγή του μετάλλου βάσης, λύση η οποία είναι πολύ δαπανηρή. Για τους παραπάνω λόγους είναι σημαντική η κατανόηση της διαμόρφωσης της μικροδομής στη ΘΕΖ και των συνεπειών που έχει αυτή τις μηχανικές ιδιότητες. [31]

4. Μέταλλο βάσης

Πρόκειται για τη ζώνη όπου το υλικό δεν έχει υποστεί καμία φυσικοχημική αλλαγή και κανένα μεταλλουργικό μετασχηματισμό από τη διεργασία της συγκόλλησης. Ωστόσο, σε πολλές περιπτώσεις, το μέταλλο βάσης μπορεί να φέρει παραμορφώσεις και εγκάρσιες παραμένουσες τάσεις, ανάλογα με το βαθμό συγκράτησης των μερών της συγκόλλησης. [30], [31]

1.8.1 Συγκόλληση με Ηλεκτρόδιο Βολφραμίου και Προστασία Αερίου

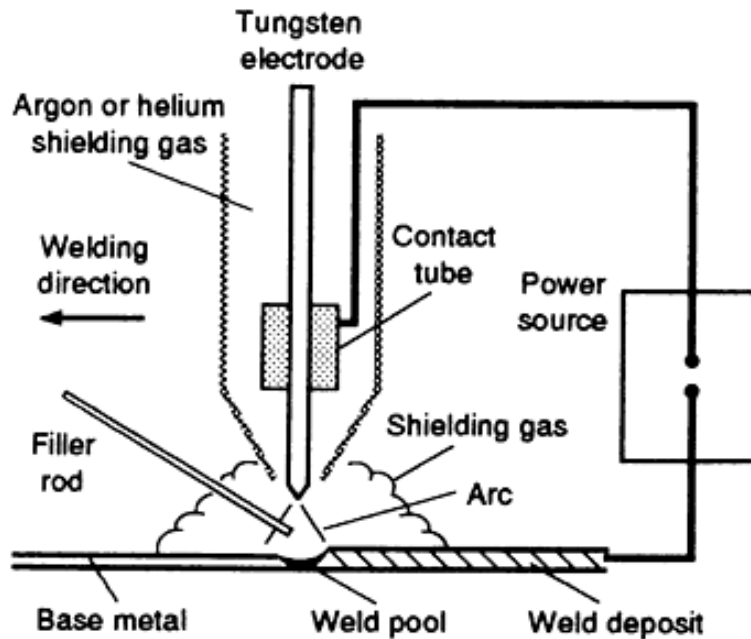
Η συγκόλληση GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), είναι η συγκόλληση τόξου με χρήση μη καταναλισκόμενου ηλεκτροδίου (ηλεκτρόδιο βολφραμίου) υπό την ατμόσφαιρα προστατευτικού αερίου. Μπορεί να διενεργηθεί με συνεχές ή εναλλασσόμενο ρεύμα, χειρωνακτικά, ημιαυτόματα και αυτόματα. Στην λίμνη

συγκόλλησης προστίθεται, εάν απαιτείται, πρόσθετο συγκολλητικό υλικό, που προέρχεται από μια ράβδο συγκόλλησης.

Κατά την διαδικασία συγκόλλησης GTAW υπό την προστατευτική ατμόσφαιρα αδρανούς αερίου (Ar, He, μίγματα Ar με He, N₂ ή H₂), η τήξη επιτυγχάνεται μέσω της τήξης των προς συγκόλληση τεμαχίων και του εναποτιθέμενου υλικού. Το αέριο προστασίας χρησιμοποιείται για την προστασία της συγκόλλησης από τον ατμοσφαιρικό αέρα και ειδικότερα από την αντίδραση του τηγμένου μετάλλου με το οξυγόνο και το άζωτο. Οι αντιδράσεις αυτές συνήθως οδηγούν στον σχηματισμό πόρων και εγκλεισμάτων που εξασθενούν την συγκόλληση. Το αέριο προστασίας τροφοδοτείται στην περιοχή της συγκόλλησης από τον πυρσό συγκόλλησης. Στις συγκολλήσεις GTAW το αέριο προστασίας είναι κατά βάση αργό (Ar) ή ήλιο (He). Η χρήση του αργού είναι πιο διαδεδομένη λόγω της καταλληλότητάς του για την συγκόλληση των περισσότερων μετάλλων και του μικρότερου κόστους σε σχέση με το ήλιο. Επιπλέον στην συγκόλληση GTAW δεν απαιτείται η χρήση επένδυσης (πάστας) ηλεκτροδίου. Έτσι αποφεύγονται όλα τα πιθανά προβλήματα που σχετίζονται με την χρήση της πάστας, όπως ο εγκλωβισμός της πάστας στην συγκόλληση, καθώς και ο καθαρισμός μετά το πέρας της συγκόλλησης. [31], [34]

Με την μέθοδο GTAW είναι δυνατόν να πραγματοποιηθεί συγκόλλησης σχεδόν όλων των μετάλλων και των βιομηχανικών κραμάτων, όπως οι δομικοί χάλυβες, οι ανοξείδωτοι χάλυβες, τα κράματα αλουμινίου, τα κράματα χαλκού, τα κράματα νικελίου κ.α. Η μέθοδος GTAW μπορεί επίσης να χρησιμοποιηθεί για διμεταλλικές συγκολλήσεις καθώς και για την επίστρωση σκληρών προστατευτικών επικαλύψεων πάνω σε μεταλλικά υποστρώματα. [31], [34]

Η διέλευση του ρεύματος και η διατήρηση του τόξου γίνεται μέσω του ιονισμένου αερίου, ενώ οι κύριοι μεταφορείς του ρεύματος είναι τα εκπεμπόμενα από τα άτομα του προστατευτικού αερίου ηλεκτρόνια. [31], [34]



Εικόνα 14: Σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου συγκόλλησης GTAW. [34]

Στις συγκολλήσεις GTAW χρησιμοποιούνται πέντε βασικές συνδέσεις ενώ όλες οι άλλες συνδέσεις αποτελούν συνδυασμό των πέντε βασικών συνδέσεων. Οι συνδέσεις αυτές είναι:

1. Σύνδεση συμβολής (butt joint)
2. Σύνδεση με επικάλυψη (lap joint)
3. Γωνιακή σύνδεση (corner joint)
4. Αυχενική σύνδεση (tee joint)
5. Σύνδεση ακμών (edge joint)

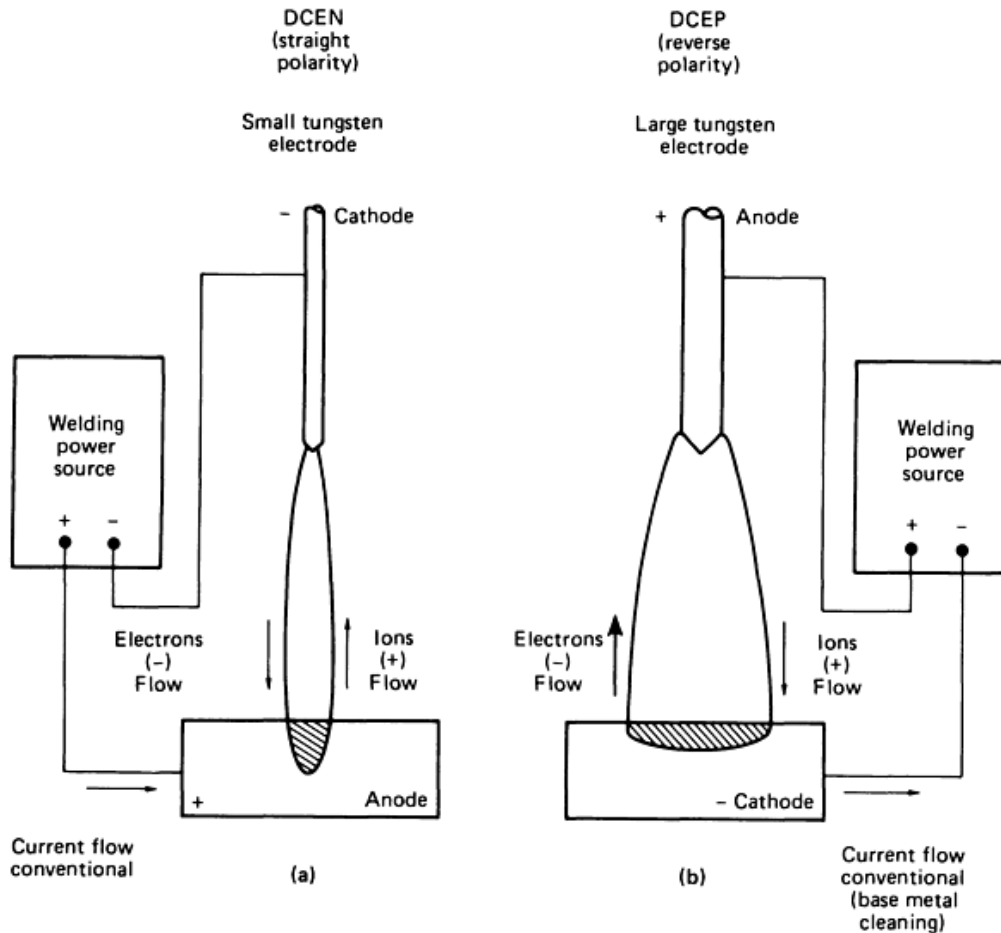
Η διαμόρφωση της κατάλληλης γεωμετρίας κατά συγκόλληση μπορεί να επηρεάσει σε πολύ μεγάλο βαθμό την απόδοση σε διάβρωση. Σε όλες τις συνδέσεις απαιτείται καλός καθαρισμός πριν από την συγκόλληση για την απομάκρυνση σκουριάς, οξειδίων, σκόνης, γράσου, λαδιών και κάθε τύπου ακαθαρσιών. [40]

1.8.2 Οι βασικές παράμετροι συγκόλλησης με τη μέθοδο GTAW

1.8.2.1 Η πηγή του ρεύματος

Η πηγή του ρεύματος είναι ένας από τους σημαντικότερους παράγοντες στην διαδικασία της συγκόλλησης, καθώς συσχετίζεται με το βάθος της διείσδυσης, την ταχύτητα της συγκόλλησης, τον ρυθμό εναπόθεσης υλικού και την ποιότητα της συγκόλλησης

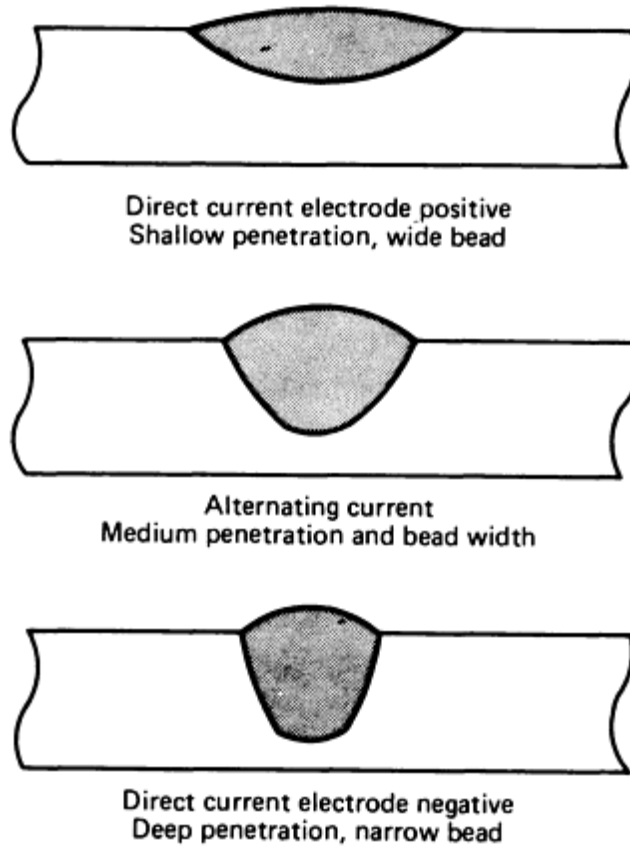
Παρέχει είτε συνεχές ρεύμα, ορθής ή ανάστροφης πολικότητας, είτε εναλλασσόμενο. Στην ορθή πολικότητα το ηλεκτρόδιο είναι αρνητικό και το μεγαλύτερο μέρος της θερμότητας του τόξου κατανέμεται στο μέταλλο βάσης, ενώ στην ανάστροφη πολικότητα το ηλεκτρόδιο είναι θετικό και το μεγαλύτερο μέρος της θερμότητας κατανέμεται στο ηλεκτρόδιο.



Εικόνα 15: Σχηματική αναπαράσταση της επίδρασης την οποία έχει η πηγή ρεύματος στην διαδικασία της συγκόλλησης. Αριστερά χρησιμοποιείται ρεύμα ορθής πολικότητας, ενώ στα δεξιά γίνεται χρήση ανάστροφης πολικότητας. [34]

Η συγκόλληση με εναλλασσόμενο ρεύμα χαρακτηρίζεται από εναλλαγή της πολικότητας του πεδίου εργασίας και του ηλεκτροδίου στα 60Hz. Η γρήγορη εναλλαγή της πολικότητας δημιουργεί μια δράση καθοδικού καθαρισμού, όταν το ηλεκτρόδιο είναι θετικό, η οποία είναι πολύ ωφέλιμη στην αφαίρεση οξειδίων κατά την συγκόλληση συγκεκριμένων κραμάτων. Η εναλλαγή της πολικότητας οδηγεί στην υπερθέρμανση του ηλεκτροδίου όταν έχει θετική πολικότητα κατά την διάρκεια του κύκλου. Το γεγονός

αυτό έχει ως αποτέλεσμα την επιλογή ηλεκτροδίων μεγαλύτερης διαμέτρου αποτελούμενο καθαρά από βολφράμιο.



Εικόνα 16: Σχηματική αναπαράσταση του αποτελέσματος της συγκόλλησης σε συνάρτηση με την πηγή ρεύματος που χρησιμοποιήθηκε στην κάθε περίπτωση. [34]

Στην συγκόλληση GTAW η επιλογή συνεχούς ρεύματος ορθής πολικότητας είναι η πιο συχνή επιλογή διότι έχει την μέγιστη απόδοση θερμότητας και τον μέγιστο βαθμό τήξης του υλικού. Σε πολλές περιπτώσεις όμως η χρήση παλμικού ρεύματος μπορεί να έχει πολλά πλεονεκτήματα. [34]

Η συγκόλληση GTAW με παλμικό ρεύμα αποτελεί μια παραλλαγή της κλασσικής GTAW και περιλαμβάνει μια κυκλική επανάληψη του ρεύματος συγκόλλησης από μια υψηλή βαθμίδα ρεύματος σε μια χαμηλή βαθμίδα ρεύματος, με συγκεκριμένη συχνότητα. Η υψηλή βαθμίδα ρεύματος επιλέγεται με σκοπό να δίνει επαρκή διείσδυση, ενώ η χαμηλή βαθμίδα επιλέγεται με σκοπό να μπορεί να διατηρηθεί σταθερό το τόξο συγκόλλησης. Η επιλογή αυτή δίνει την δυνατότητα, η ενέργεια του τόξου να μπορέσει να χρησιμοποιηθεί με αποτελεσματικό τρόπο έτσι ώστε να τήξει ένα σημείο του υλικού με συγκεκριμένες διαστάσεις σε πολύ μικρό χρονικό διάστημα, περιορίζοντας με αυτόν

το τρόπο την απώλεια ενέργειας διαμέσω του παρακείμενου μητρικού υλικού. Η απαιτούμενη θερμότητα για την τήξη του υλικού παρέχεται μόνο κατά την μέγιστη βαθμίδα του παλμικού ρεύματος και για πολύ μικρά χρονικά διαστήματα, γεγονός το οποίο επιτρέπει στην θερμότητα να διαχυθεί στο βασικό υλικό οδηγώντας σε πιο στενή θερμικά επηρεασμένη ζώνη, συγκριτικά με την κλασσική μέθοδο του συνεχούς ρεύματος. [34], [35], [36], [37], [38], [39]

Κάποια από τα πλεονεκτήματα της GTAW με χρήση παλμικού ρεύματος είναι:

- Βελτιωμένο περίγραμμα ραφής
- Μειωμένες απαιτήσεις θερμότητας
- Μείωση των παραμενουσών τάσεων και παραμορφώσεων
- Εκλέπτυνση της ζώνης τήξης, των κόκκων και της μικροδομής
- Μικρότερο εύρος θερμικά επηρεασμένης ζώνης
- Ελεγχόμενη κατακρήμνιση [34], [35], [36], [37], [38], [39]

1.8.2.2 Η ένταση ρεύματος

Η ένταση ρεύματος είναι καθοριστική για το βάθος διείσδυσης και το πλάτος της ζώνης τήξης, αλλά συγχρόνως επιδρά και στη θερμοκρασία του άκρου του μη τηκόμενου ηλεκτροδίου. Η υψηλή ένταση του ρεύματος προκαλεί στο ηλεκτρόδιο βολφραμίου μερική τήξη, με αποτέλεσμα την εμφάνιση μεταλλικών εγκλεισμάτων στη ζώνη τήξης. Όσο μικρότερη είναι η ένταση του ρεύματος από την άλλη, τόσο λιγότερη είναι η θερμότητα που προσδίδεται στο προς συγκόλληση τεμάχιο και κατά συνέπεια, τόσο μικρότερο το βάθος διείσδυσης και το εύρος της ζώνης τήξης που επιτυγχάνονται. Επιπρόσθετα κατά αντίστοιχο τρόπο επηρεάζεται και το εύρος της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, ενώ περιορίζονται φαινόμενα ανακρυστάλλωσης και μεγέθυνσης των κόκκων. [31], [34]

1.8.2.3 Η τάση του τόξου

Η τάση του τόξου, ανάλογα με το είδος του προστατευτικού αερίου, είναι καθοριστικής σημασίας για το είδος του τόξου καθώς και για την μορφή της κόλλησης. Η αύξηση της τάσης του τόξου διευρύνει το πλάτος του μετώπου της ζώνης τήξης, μειώνει το βάθος διείσδυσης και έτσι, δυσχεραίνονται οι συνθήκες προστασίας του τόξου και του λουτρού της συγκόλλησης. [34]

1.8.2.4 Η ταχύτητα συγκόλλησης

Μεταβάλλοντας την ταχύτητα προχώρησης είναι δυνατό να ρυθμιστεί το μέγεθος κατανομής των τάσεων και παραμορφώσεων της συγκόλλησης. Η ταχύτητα προχώρησης επιδρά επίσης στο βάθος της διείσδυσης και στο πλάτος της συγκόλλησης. Τέλος η συγκεκριμένη παράμετρος είναι σημαντική και από άποψη κόστους. [34]

1.8.2.5 Το είδος του ηλεκτροδίου

Τα μη καταναλισκόμενα ηλεκτρόδια που χρησιμοποιούνται στη μέθοδο GTAW κατασκευάζονται από καθαρό βολφράμιο ή από κράματα βολφραμίου με προσθήκες θορίου (Th), ζirkονίου (Zr), λανθανίου (La), δημητρίου (Ce). Στη σύσταση των κραματωμένων ηλεκτροδίων βολφραμίου εισάγονται συνήθως από 0.2 μέχρι 2% οξειδία των προαναφερθέντων στοιχείων και συγκεκριμένα: ThO₂, ZrO₂, La₂O₃, CeO₂. [34]

1.8.3 Πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα των συγκολλήσεων GTAW

Οι συγκολλήσεις GTAW παρουσιάζουν ορισμένα πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα.

Τα σημαντικότερα από αυτά είναι:

Πλεονεκτήματα

- Υψηλή ποιότητα συγκολλήσεων
- Μικρές παραμορφώσεις
- Μεγάλη ευελιξία στη χρήση μηχανών συγκόλλησης διαφορετικών τύπων
- Συγκόλληση με ή χωρίς προσθήκη πρόσθετου συγκολλητικού υλικού
- Ακρίβεια στον έλεγχο της εισαγωγής θερμότητας [31]

Μειονεκτήματα

- Χαμηλή παραγωγικότητα σε σχέση με τις συγκολλήσεις SMAW και GMAW-MIG
- Αντιοικονομική μέθοδος για ελάσματα μεγάλου πάχους (>10mm)
- Εύκολη μόλυνση της λίμνης συγκόλλησης όταν η προστασία αερίου δεν είναι ικανοποιητική [31]

2. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

2.1 Περιγραφή υλικού

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας μελετώνται δοκίμια υπερκράματος Haynes 282. Το πειραματικό υλικό παρελήφθη υπό μορφή ράβδου διαμέτρου Ø13mm, στην ανοπτημένη κατάσταση (as annealed). Η τυπική χημική σύσταση του Haynes 282 δίνεται στον παρακάτω πίνακα.

Πίνακας 2: Χημική σύσταση του υπερκράματος νικελίου Haynes 282

	wt. %										
	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Mn	Si	C	B
Haynes® 282®	57 Bal.	20	10	8.5	2.1	1.5	1.5 max.	0.3 max.	0.15 max.	0.06	0.005

Το Haynes 282 συγκολλάται στην ανοπτημένη κατάσταση προτού υποστεί οποιαδήποτε κατεργασία γήρανσης. Οι προς συγκόλληση επιφάνειες καθαρίζονται από οποιαδήποτε μορφής ακαθαρσία έτσι ώστε να έχουν λαμπερή όψη.

Στους παρακάτω πίνακες παρατίθενται οι ονομαστικές παράμετροι για την συγκόλληση του Haynes 282, αλλά και τυπικές μηχανικές ιδιότητες του υλικού όπως δίνονται στο datasheet της Haynes International.

Πίνακας 3: Ονομαστικές παράμετροι συγκόλλησης του Haynes 282

Χειρωνακτική Συγκόλληση GTAW, Λοξοτομής V ή U - Για πάχη 3.2mm ή μεγαλύτερα	
Τεχνική	Ραφή σε διαδοχικά πάσα
Ρεύμα (ΣΡΗΑ), Amperes	150-250
Τάση, Volt	11-14
Μέταλλο Προσθήκης	Haynes 282 (Ø 3.2mm)
Ταχύτητα Συγκόλλησης (mm/min)	102-152
Μέγεθος ηλεκτροδίου-EWTH-2, (mm)	Ø 3.2
Είδος Προστατευτικού Αερίου	Ar
Ροή Προστατευτικού Αερίου (l/min)	14.2 - 16.5
Ροή Βοηθητικού Αερίου (l/min)	4.7
Προθέρμανση	Δεν απαιτείται
Μέγιστη θερμοκρασία ραφής για έναρξη νέου πάσου συγκόλλησης	93 °C

Πίνακας 4: Ονομαστικές μηχανικές ιδιότητες του Haynes 282 σε θερμοκρασία περιβάλλοντος

Μηχανικές Ιδιότητες μετρημένες σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, ύστερα από ανόπτηση και γήρανση	
Όριο διαρροής 0.2%	699 - 715 Mpa
Μέγιστη Εφελκυστική Αντοχή	1132 - 1147 Mpa
Επιμήκυνση	30% - 31 %

Πίνακας 5: Σκληρότητα κατά Vickers, του Haynes 282 σε θερμοκρασία περιβάλλοντος

Σκληρότητα μετρημένη σε RT, κατά Vickers		
<i>Μορφή</i>	<i>Μετά από ανόπτηση</i>	<i>Μετά από γήρανση</i>
Sheet	192.5	301.5
Plate	207.5	318
Bar	175	293.5

2.2 Περιγραφή πειραματικής διαδικασίας

Η αρχική κυλινδρική ράβδος κόπηκε σε μικρότερα κυλινδρικά δοκίμια μήκους 4.5 - 5 cm, το καθένα, με την χρήση δισκοτόμου τύπου Struers Discotom. Τα δοκίμια ανάλογα με τις συνθήκες της εκάστοτε συγκόλλησης υπέστησαν την απαραίτητη διαμόρφωση λοξοτομής, στις άκρες από τις οποίες θα γινόταν η συγκόλληση. Η διαμόρφωση της λοξοτομής έγινε σε ειδικό τροχό. Στην συνέχεια τα δοκίμια αφού καθαρίστηκαν, συγκολλήθηκαν ανά ζεύγη με την μέθοδο GTAW.



Εικόνα 17: Δοκίμια προς συγκόλληση, Haynes 282, έπειτα από κατάλληλη διαμόρφωση λοξοτομής.

Για την αποτίμηση της συμπεριφοράς του υπερκράματος Haynes 282 κατά την συγκόλληση εξετάστηκαν 18 δοκίμια τα οποία συγκολλήθηκαν υπό διαφορετικές παραμέτρους. Οι παράμετροι των συγκολλήσεων παίζουν καθοριστικό ρόλο για την τελική έκβαση της συγκόλλησης. Μετά το πέρας της συγκόλλησης, όλα τα δοκίμια κόπηκαν κάθετα στη συγκόλληση, έτσι ώστε να διαχωριστούν και να χαρακτηριστούν οι τρεις σημαντικές ζώνες συγκόλλησης (ζώνη τήξης, θερμικά επηρεασμένη ζώνη και το μέταλλο βάσης). Με την ολοκλήρωση της κοπής έγινε ένας αρχικός έλεγχος με οπτικό μικροσκόπιο για την ύπαρξη ατελειών της συγκόλλησης. Σε όσα δοκίμια παρουσιάστηκε κάποια ατέλεια, όπως ατελής διείσδυση και ρωγμάτωση, απορρίφθηκαν και η συγκόλληση κρίθηκε ανεπιτυχής. Τα δοκίμια στα οποία η συγκόλληση θεωρήθηκε επιτυχημένη, υπέστησαν κατάλληλη επεξεργασία για περαιτέρω μελέτη.

2.3 Μέθοδος συγκόλλησης GTAW

Η πειραματική διαδικασία περιλαμβάνει την περιστροφική συγκόλληση GTAW ή GTAW - Pulsed σε κυλινδρικά τεμάχια υπερκράματος Haynes 282, διαμέτρου 13mm και μήκους 45 – 50 mm, με χρήση προστατευτικού αερίου Ar. Οι συγκολλήσεις που πραγματοποιήθηκαν

ήταν είτε αυτογενείς, είτε ετερογενείς με προσθήκη filler metal. Τα filler metals τα οποία χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία ήταν τα Rene 41 και το NC20.

Πίνακας 6: Χημική σύσταση μετάλλων προσθήκης, Rene 41 και NC20

	wt. %										
	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Mn	Si	C	B
René®41	Bal.	19	11	9.8	3.2	1.5	5	0.1	0.5	0.12	0.01
							max.	max.	max.	max.	
NC20	80	20	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Η επιλογή του Rene 41 έγινε καθώς έχει παραπλήσια χημική σύσταση με το Haynes 282 ,ενώ η επιλογή του NC20 ως μέταλλο προσθήκης για τη συγκόλληση του Haynes 282, πραγματοποιήθηκε έτσι ώστε να περιοριστεί η κατακρήμνιση της γ' φάσης στη ζώνη τήξης της συγκόλλησης καθώς το υψηλό ποσοστό γ' περιορίζει την συγκολλησιμότητα.

Οι συγκολλήσεις πραγματοποιήθηκαν με βάση τις προδιαγραφές για συγκολλήσεις τήξης για εφαρμογές στην αεροναυπηγική, AWS D17.1. Οι συνθήκες και παράμετροι συγκόλλησης του κάθε δοκιμίου παρουσιάζονται παρακάτω στους πίνακες:

Πίνακας 7: Παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμίων 1-4

	<i>Δοκίμιο 1</i>	<i>Δοκίμιο 2</i>	<i>Δοκίμιο 3</i>	<i>Δοκίμιο 4</i>
Ρεύμα	Συνεχές 120A	Συνεχές 150A, 180A	Συνεχές 120A	Συνεχές 120A
Σταθερό Ρεύμα (Base Current)	-	-	-	-
Ρεύμα Αιχμής (Peak Current)	-	-	-	-
Διάρκεια παλμού	-	-	-	-
Τύπος Ηλεκτροδίου	EWTh-2	EWTh-2	EWTh-2	EWTh-2
Μέταλλο προσθήκης	Αυτογενής	Αυτογενής	René®41 (1.5x1.5mm)	René®41 (1.5x1.5mm)
Προστατευτικό αέριο	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%
Απόσταση μεταξύ των δοκιμίων	1.2mm	1.2mm	2mm	2mm
Λοξοτομή	8mm (30°-45°)	8mm (30°-45°)	8mm (30°-45°)	8mm (30°-45°)

Τεχνική	Η συγκόλληση πραγματοποιήθηκε με συνεχόμενη περιστροφή.	Η αρχική ένωση έγινε στα 150A και η ολοκλήρωση στα 180A με συνεχόμενη περιστροφή.	Δημιουργία initial spot. Ολοκλήρωση της συγκόλλησης με συνεχόμενη περιστροφή.	Η συγκόλληση πραγματοποιήθηκε με συνεχόμενη περιστροφή.
----------------	---	---	---	---

Πίνακας 8: Παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμών 5-8

	<i>Δοκίμιο 5</i>	<i>Δοκίμιο 6</i>	<i>Δοκίμιο 7</i>	<i>Δοκίμιο 8</i>
Ρεύμα	Συνεχές 120A, 90A	Συνεχές 100A	Συνεχές 100A	Συνεχές 100A
Σταθερό Ρεύμα (Base Current)	-	-	-	-
Ρεύμα Αιχμής (Peak Current)	-	-	-	-
Διάρκεια παλμού	-	-	-	-
Τύπος Ηλεκτροδίου	EWTh-2	EWTh-2	EWTh-2	EWTh-2
Μέταλλο προσθήκης	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)
Προστατευτικό αέριο	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%
Απόσταση μεταξύ των δοκιμών	2mm	2mm	1mm	1mm
Λοξοτομή	8mm (30°-45°)	8mm (30°-45°)	6mm (30°-45°)	6mm (30°-45°)
Τεχνική	Δημιουργία initial spot στα 120A και συνέχιση της συγκόλλησης στα 90A με σταδιακή περιστροφή.	Δημιουργία initial spot και ολοκλήρωση της συγκόλλησης με σταδιακή περιστροφή.	Δημιουργία initial spot και ολοκλήρωση της συγκόλλησης σε 7 πάσα με σταδιακή περιστροφή.	Δημιουργία initial spot και ολοκλήρωση της συγκόλλησης σε 7 πάσα με σταδιακή περιστροφή. Καθαρισμός του δοκιμίου μετά από κάθε πάσο.

Πίνακας 9: Παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμίων 9-12

	<i>Δοκίμιο 9</i>	<i>Δοκίμιο 10</i>	<i>Δοκίμιο 11</i>	<i>Δοκίμιο 12</i>
Ρεύμα	Συνεχές 110A	Συνεχές 100A	Συνεχές Παλμικό	Συνεχές Παλμικό
Σταθερό Ρεύμα (Base Current)	-	-	80A	80A
Ρεύμα Αιχμής (Peak Current)	-	-	120A	120A
Διάρκεια παλμού	-	-	0.4s	0.4s
Τύπος Ηλεκτροδίου	EWTh-2	EWTh-2	EWCe-2	EWCe-2
Μέταλλο προσθήκης	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)
Προστατευτικό αέριο	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%
Απόσταση μεταξύ των δοκιμίων	1mm	2mm	Επαφή δοκιμίων	1.2mm
Λοξοτομή	6mm (30°- 45°)	6mm (30°- 45°)	Το ένα τμήμα έχει διαμόρφωση αιχμής 30°	4mm (30°-45°)
Τεχνική	Δημιουργία initial spot και ολοκλήρωση της συγκόλλησης σε 7 πάσα με σταδιακή περιστροφή. Καθαρισμός του δοκιμίου μετά απο κάθε πάσο.	Δημιουργία initial spot και ολοκλήρωση της συγκόλλησης σε 7 πάσα με σταδιακή περιστροφή. Καθαρισμός του δοκιμίου μετά απο κάθε πάσο.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.

Πίνακας 10: Παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμίων 13-16

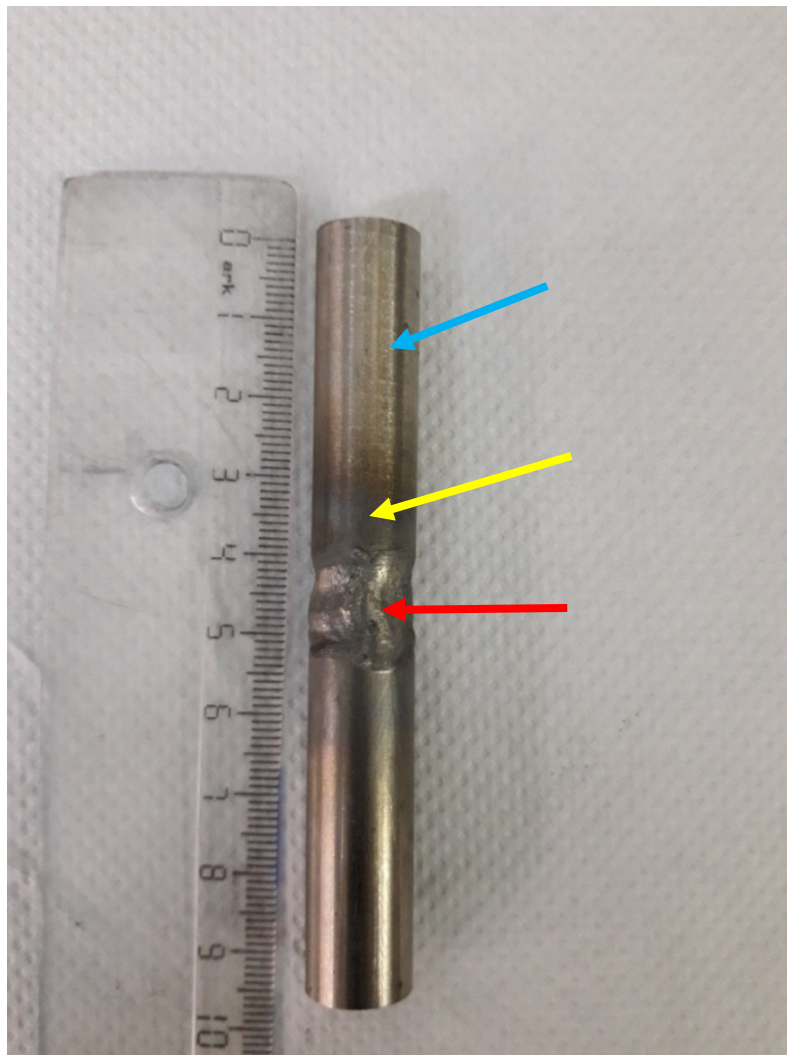
	<i>Δοκίμιο 13</i>	<i>Δοκίμιο 14</i>	<i>Δοκίμιο 15</i>	<i>Δοκίμιο 16</i>
Ρεύμα	Συνεχές 110A	Συνεχές Παλμικό	Συνεχές Παλμικό	Συνεχές Παλμικό
Σταθερό Ρεύμα (Base Current)	-	70A	70A	60A
Ρεύμα Αιχμής (Peak Current)	-	120A	120A	100A

Διάρκεια παλμού	-	0.4s	0.4s	0.4s
Τύπος Ηλεκτροδίου	EWCe-2	EWCe-2	EWCe-2	EWCe-2
Μέταλλο προσθήκης	Renè®41 (1.5x1.5mm)	NC20 (Ø 0.8mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)	Renè®41 (1.5x1.5mm)
Προστατευτικό αέριο	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%	Ar 99.95%
Απόσταση μεταξύ των δοκιμίων	1.2mm	Επαφή δοκιμίων	1.2mm	1.2mm
Λοξοτομή	4mm (30°-45°)	2mm (30°- 45°)	2mm (30°- 45°)	2mm (30°-45°)
Τεχνική	Η συγκόλληση πραγματοποιήθηκε με συνεχόμενη περιστροφή.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.

Πίνακας 11: Παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμίων 17 και 18

	Δοκίμιο 17	Δοκίμιο 18
Ρεύμα	Συνεχές Παλμικό	Συνεχές 120A
Σταθερό Ρεύμα (Base Current)	60A	70A
Ρεύμα Αιχμής (Peak Current)	100A	120A
Διάρκεια παλμού	0.4s	0.4s
Τύπος Ηλεκτροδίου	EWCe-2	EWCe-2
Μέταλλο προσθήκης	NC20 (Ø 0.8mm)	Αυτογενής
Προστατευτικό αέριο	Ar 99.95%	Ar 99.95%
Απόσταση μεταξύ των δοκιμίων	1.2mm	2mm (30°- 45°)
Λοξοτομή	2mm (30°- 45°)	2mm (30°- 45°)

Τεχνική	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.
----------------	---	---



Εικόνα 18: Συγκολλημένο δοκίμιο Haynes 282, όπου μπορούν να διακριθούν με μια πρώτη ματιά οι τρεις ζώνες της συγκόλλησης, μέταλλο βάσης (γαλάζιο βέλος), θερμικά επηρεασμένη ζώνη (κίτρινο βέλος), ζώνη τήξης (κόκκινο βέλος).

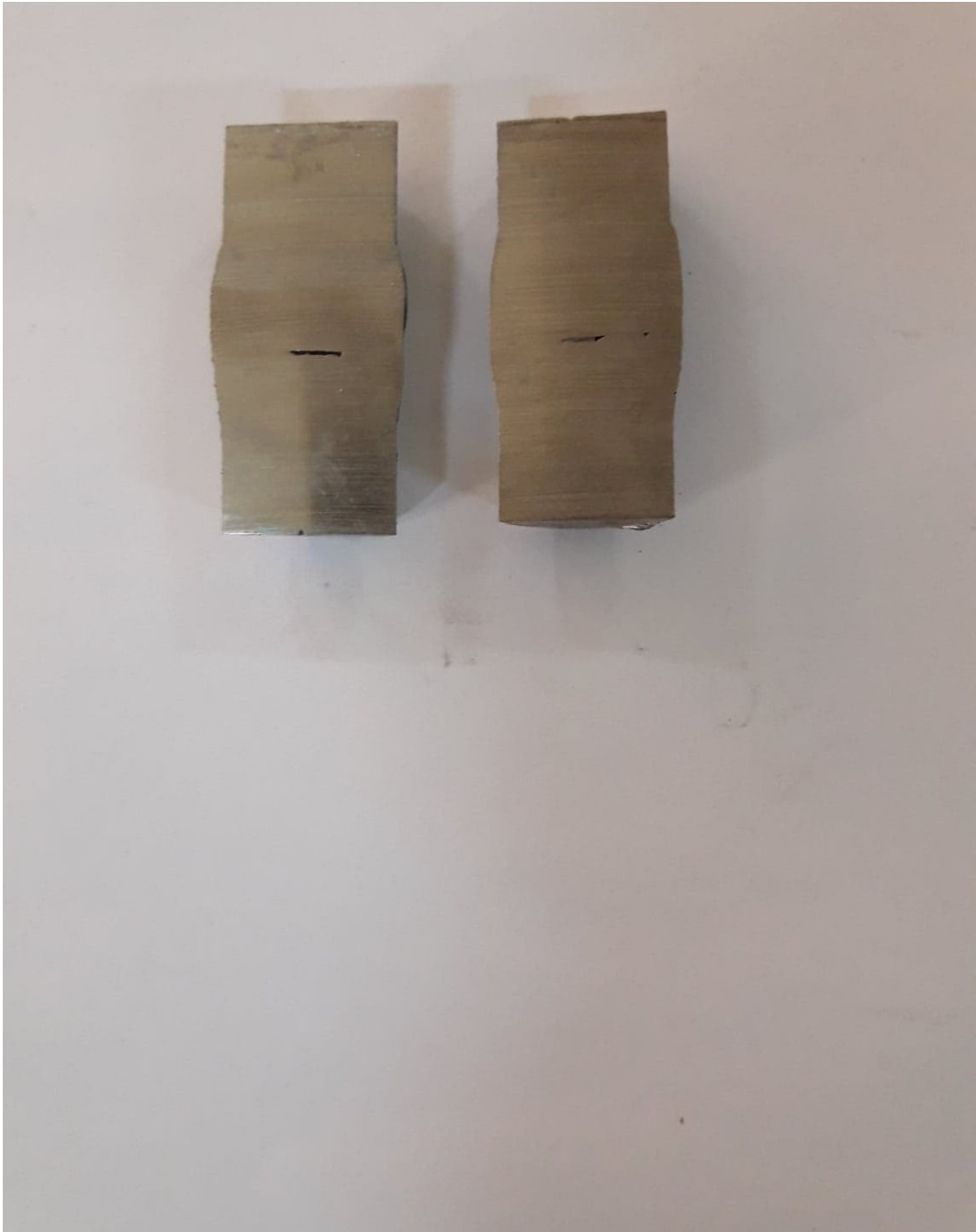
Τα δοκίμια αφού συγκολλήθηκαν, κόπηκαν στον δισκοτόμο, κάθετα στην συγκόλληση, για να ελεγχθεί με μια πρώτη ματιά αν υπάρχει κάποια αστοχία συγκόλλησης, όπως ατελής διείσδυση του τόξου . Στην συνέχεια όλα τα δοκίμια εξετάστηκαν στο οπτικό μικροσκόπιο, όπου εξακριβώθηκε ποια από αυτά είχαν συγκολληθεί επιτυχώς, χωρίς κάποια ατέλεια ή έστω μόνο με ρωγμή λόγω συστολής και σε ποια από αυτά παρατηρήθηκαν ατέλειες.



Εικόνα 19: Συγκολλημένα δοκίμια προς εξέταση. Τα δοκίμια κόπηκαν στον δισκοτόμο, κάθετα στην συγκόλληση.

Από τα 18 συγκολλημένα δοκίμια μόνο στα δοκίμια 11 και 14 η συγκόλληση πραγματοποιήθηκε με επιτυχία. Στα υπόλοιπα δοκίμια παρατηρήθηκε ατελής διείσδυση του

τόξου, όπως φαίνεται στην εικόνα 20, και συνεπώς απορρίφθηκαν. Τα δοκίμια στα οποία η συγκόλληση ήταν πετυχημένη, είναι αυτά τα οποία συγκολλήθηκαν με την μέθοδο GTAW-Pulsed όπως έχει αναφερθεί παραπάνω. Στην συνέχεια τα δοκίμια 11 και 14 οδηγήθηκαν για περαιτέρω μεταλλογραφική μελέτη και μελέτη των μηχανικών τους ιδιοτήτων. Τα υπόλοιπα δοκίμια απορρίφθηκαν καθώς δεν υπήρχε λόγος περαιτέρω μελέτης από την στιγμή που η συγκόλληση τους ήταν ανεπιτυχής



Εικόνα 20: Αστοχία συγκόλλησης, όπου φαίνεται ξεκάθαρα η ατελής διείσδυση του τόξου.

Οι παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμίων απεικονίζονται συγκεντρωτικά στον παρακάτω πίνακα για την πιο εύκολη σύγκριση μεταξύ τους

Πίνακας 12: Παράμετροι συγκόλλησης των δοκιμίων 11 και 14

	<i>Δοκίμιο 11</i>	<i>Δοκίμιο 14</i>
Ρεύμα	Συνεχές Παλμικό	Συνεχές Παλμικό
Σταθερό Ρεύμα (Base Current)	80A	70A
Ρεύμα Αιχμής (Peak Current)	120A	120A
Διάρκεια παλμού	0.4s	0.4s
Τύπος Ηλεκτροδίου	EWCe-2	EWCe-2
Μέταλλο προσθήκης	Renè®41 (1.5x1.5mm)	NC20 (Ø 0.8mm)
Προστατευτικό αέριο	Ar 99.95%	Ar 99.95%
Απόσταση μεταξύ των δοκιμίων	Επαφή δοκιμίων	Επαφή δοκιμίων
Λοξοτομή	Το ένα τμήμα έχει διαμόρφωση αιχμής 30°	2mm (30°-45°)
Τεχνική	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.	Ολοκλήρωση σε 7 πάσα. Περιστροφή ανα 120°. Απόψυξη μέχρι RT μετά από κάθε πάσο.

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας πραγματοποιήθηκε μεταλλογραφική μελέτη των δοκιμίων στην κατάσταση μετά την συγκόλληση, μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy), Φασματοσκοπίας Ακτίνων X Διασποράς Ενέργειας (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) αλλά και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων (Transmission Electron Microscopy). Επιπλέον πραγματοποιείται αξιολόγηση των μηχανικών ιδιοτήτων των υπό εξέταση δοκιμίων, μέσω σκληρομετρήσεων κατά Vickers.

Κύριο θέμα της παρούσας εργασίας είναι η μελέτη της μικροδομής του υλικού μετά το πέρας κάθε συγκόλλησης και η συσχέτιση αυτής με τα αντίστοιχα αποτελέσματα των σκληρομετρήσεων και εν τέλει η αξιολόγηση της συγκολλησιμότητας των δοκιμίων υπερκράματος νικελίου Haynes 282.

2.4 Μεταλλογραφική προετοιμασία των δοκιμίων

Η προετοιμασία των δοκιμίων που προορίζονται για μελέτη στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης περιλαμβάνει τα παρακάτω στάδια:

- Λείανση
- Στίλβωση
- Χημική προσβολή

Σημαντικό είναι, μετά από κάθε στάδιο και πριν την έναρξη του επόμενου, ο σωστός καθαρισμός των δοκιμίων. Ο καθαρισμός είναι πολύ σημαντικός προκειμένου τα δοκίμια, πριν την εισαγωγή τους στο επόμενο στάδιο επεξεργασίας, να έχουν καθαρές και ευδιάκριτες επιφάνειες, χωρίς υπολείμματα από το προηγούμενο στάδιο επεξεργασίας. Αφού καθαριστεί το δοκίμιο είναι πολύ εύκολο, οπτικά να διακριθεί, εάν το προηγούμενο στάδιο επεξεργασίας εφαρμόστηκε επιτυχημένα ή εάν χρειάζεται να ξανά επαναληφθεί.

Για να επιτευχθεί ο καθαρισμός, αρχικά το δοκίμιο ξεπλένεται με νερό και ταυτόχρονα τρίβεται με βαμβάκι. Στην συνέχεια η επιφάνεια ξεπλένεται με αιθανόλη, η οποία απομακρύνει το υπολειπόμενο νερό, με σκοπό να μην δημιουργηθούν στίγματα κατά την εξάτμιση του, τα οποία θα δυσκόλευαν την παρατήρηση στα στάδια της μικροσκοπίας. Τέλος το δοκίμιο στεγνώνεται με πεπιεσμένο αέρα και είναι έτοιμο να οδηγηθεί στα επόμενα στάδια επεξεργασίας.

2.4.1 Λείανση

Τα τεμάχια των οποίων η συγκόλληση θεωρήθηκε πετυχημένη, υποβλήθηκαν σε λείανση, σε περιστρεφόμενο και υδρόψυκτο δίσκο ημιαυτόματης λείανσης με την χρήση κατάλληλων χαρτιών λείανσης, αποτελούμενων από SiC και πυκνότητας κόκκων 220, 400, 800, 1200 και 2000 grit (κόκκοι SiC/in²), με σκοπό την αύξηση της τραχύτητας της επιφάνειας. Τα δοκίμια μετά την χρήση κάθε χαρτιού λείανσης θα πρέπει να αλλάζουν προσανατολισμό πάνω στον περιστρεφόμενο δίσκο κατά 90° για να γίνει εξάλειψη των γραμμών λείανσης του προηγούμενου χαρτιού. Κατά την διαδικασία της λείανσης γίνεται παροχή νερού στον

περιστρεφόμενο δίσκο, μέσω ενός ακροφυσίου, με σκοπό την απομάκρυνση των ρινισμάτων μετάλλου που δημιουργούνται κατά την διαδικασία, αλλά και με σκοπό την ψύξη του δοκιμίου, καθώς δημιουργούνται υψηλές θερμοκρασίες λόγω των δυνάμεων τριβής μεταξύ του χαρτιού λείανσης και του δοκιμίου.

Τα δοκίμια τα οποία επρόκειτο να χρησιμοποιηθούν για σκληρομετρήσεις, δεν χρειάζεται να υποστούν λείανση με όλα τα χαρτιά από 220 έως 2000 grit, αλλά μόνο μέχρι τα 800 grit για να φαίνονται οι γραμμές της λείανσης στο οπτικό μικροσκόπιο του σκληρομέτρου και να καθίστανται ορατά τα σημεία στα οποία θα πραγματοποιηθούν σκληρομετρήσεις.

2.4.2 Στίλβωση

Η στίλβωση των δοκιμίων πραγματοποιείται σε δυο στάδια με χρήση ειδικών βελούδινων υφασμάτων και αδαμαντόπαστας μεγέθους κόκκων, αρχικά στα 6μm και στην συνέχεια στο 1 μm στον περιστρεφόμενο δίσκο.

Τα δοκίμια τα οποία προορίζονται για μελέτη με SEM, υποβάλλονται σε αυτήν την διαδικασία, διότι είναι απαραίτητο να εξαλειφθούν οι γραμμές από την λείανση και να δημιουργηθεί μια επιφάνεια εντελώς καθαρή και η οποία θα μοιάζει με καθρέφτη.

Στο πρώτο στάδιο της στίλβωσης, τοποθετείται ειδικό βελούδινο πανί επάνω στον δίσκο και στην συνέχεια η αδαμαντόπαστα των 6μm, η οποία απλώνεται καλά επάνω στο πανί ώστε να μην δημιουργεί συσσωματώματα και χαράζουν την επιφάνεια του δοκιμίου. Στην συνέχεια τοποθετείται στιλβωτικό υγρό επάνω στο πανί και ο δίσκος τίθεται σε λειτουργία. Σε τακτά χρονικά διαστήματα γίνεται έλεγχος της διαδικασίας για να ελεγχθεί εάν έχουν εξαφανιστεί οι γραμμές λείανσης και εάν έχει ληφθεί το επιθυμητό αποτέλεσμα επιφάνειας.

Αφού ολοκληρωθεί το πρώτο στάδιο της στίλβωσης, γίνεται καθαρισμός του δοκιμίου και στην συνέχεια ακολουθεί το δεύτερο στάδιο. Κατά το δεύτερο στάδιο, η διαδικασία είναι η ίδια με το πρώτο, με την διαφορά ότι σε αυτή την περίπτωση χρησιμοποιείται αδαμαντόπαστα 1μm για λεπτομερέστερη στίλβωση. Αφού ολοκληρωθεί η διαδικασία και σε αυτό το στάδιο και έχει δημιουργηθεί η επιθυμητή επιφάνεια, το δοκίμιο καθαρίζεται και είναι έτοιμο για το επόμενο στάδιο, της χημικής προσβολής.

2.4.3 Χημική προσβολή

Το στάδιο της χημικής προσβολής είναι απαραίτητο και καθοριστικό για τα δοκίμια τα οποία θα εξεταστούν με SEM. Σκοπός της χημικής προσβολής είναι να καταφέρει να γίνει διάβρωση των ορίων των κόκκων, τα οποία είναι ενεργειακά αναβαθμισμένα, ώστε να διακρίνονται οι κόκκοι και η μικροδομή του δοκιμίου. Το χημικό αντιδραστήριο

τοποθετείται σε εάν κυκλικό γυάλινο δοχείο και στην συνέχεια εμβάπτιζεται μέσα σε αυτό το δοκίμιο, για ένα μικρό χρονικό διάστημα, 5 με 10 s περίπου. Μετά από κάθε εμβάπτιση γίνεται καθαρισμός του δοκιμίου και έλεγχος στο οπτικό μικροσκόπιο για να διαπιστωθεί κατά πόσο έχει προχωρήσει η προσβολή και σε τι βαθμό έχει γίνει η αποκάλυψη της μικροδομής του δοκιμίου. Συνολικά μπορεί να γίνουν αρκετές εμβάπτισεις για κάθε δοκίμιο μέχρι να αποκαλυφθεί η μικροδομή και οι οποίες μπορεί συνολικά μπορεί να έχουν αθροιστική διαρκεί από 15 με 20 s έως περίπου ένα λεπτό.

Το αντιδραστήριο το οποίο χρησιμοποιήθηκε για την πραγματοποίηση της διαδικασίας προσβολής είναι το Kalling's reagent no.2 ,το οποίο αποτελείται από 5gr CuCl, 100ml αιθανόλης και 100ml HCl. Επειδή το αρχικό αντιδραστήριο ήταν αρκετά ισχυρό, υπέστη μια αραίωση της τάξης του 20% κατ' όγκο, με αιθανόλη για να αποφευχθεί η άμεση διάβρωση της υπό μελέτη επιφάνειας.

Αφού η χημική προσβολή κριθεί επιτυχής το δοκίμιο καθαρίζεται και είναι έτοιμο για μελέτη της μικροδομής του.

Μετά την κοπή των δοκιμίων όπως αναφέρθηκε, προέκυψαν δυο τεμάχια από κάθε δοκίμιο. Το πρώτο τεμάχιο προετοιμάστηκε κατάλληλα για μελέτη στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM), όπως περιγράφηκε παραπάνω, ενώ το δεύτερο, αφού αρχικά χρησιμοποιήθηκε για σκληρομετρήσεις, στην συνέχεια προετοιμάστηκε κατάλληλα για μελέτη στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων (TEM). Η προετοιμασία για το TEM περιλαμβάνει κοπή του δοκιμίου έτσι ώστε να απομονωθούν οι τρεις ζώνες της συγκόλλησης, λείανση και δημιουργία του τελικού φακοειδούς δοκιμίου, κατάλληλο για να εισέλθει στον θάλαμο του TEM. Η αρχική κοπή για την απομόνωση των τριών ζωνών της συγκόλλησης έγινε σε μικροτόμο .Στην συνέχεια το κομμένο δοκίμιο μεταφέρθηκε στον περιστρεφόμενο δίσκο με σκοπό να υποστεί μείωση πάχους στα 300μm περίπου. Αφού επιτεύχθηκε το επιθυμητό πάχος, το δοκίμιο οδηγήθηκε σε ειδική διάταξη έτσι ώστε να γίνει περαιτέρω λείανση και μείωση του πάχους με επιθυμητό πάχος στα 30μm.

2.5 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy)

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM) χρησιμοποιείται για την παρατήρηση επιφανειών σε συνδυασμό με κατάλληλα συστήματα μικροανάλυσης για την στοιχειακή ανάλυση συγκεκριμένων περιοχών της υπό παρατήρησης εικόνας. Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στην αλληλεπίδραση του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας σε αυτό δέσης ηλεκτρονίων. [13,97]

Το SEM αποτελείται κυρίως από το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το θάλαμο που τοποθετείται το δείγμα, την αντλία κενού και το σύστημα ανιχνευτών και παρουσίασης. Η δέσμη των ηλεκτρονίων η οποία παράγεται από νήμα βολφραμίου, επιταχύνεται μέσω της επιβολής τάσης της τάξης των 20kV, προσπίπτει στο δείγμα και στην συνέχεια ανακλάται ακτινοβολία από την προσπίπτουσα επιφάνεια. Το είδος της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας από την επιφάνεια του δείγματος εξαρτάται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των ατόμων του υλικού και μπορεί να είναι:[13,97]

- Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary Electrons, SE)

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προκύπτουν από την ανελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα που βρίσκονται στα επιφανειακά στρώματα του δοκιμίου (σε βάθος 10nm). Έχουν ενέργεια 50eV και δίνουν πληροφορίες κυρίως για την τοπογραφία της επιφάνειας του δοκιμίου. Η ένταση του σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και τις επιφανειακές ανωμαλίες του δείγματος.

- Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons, BE)

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχουν ενέργεια από 5 έως 50keV. Προκύπτουν από την ελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων του δοκιμίου, που βρίσκονται σε βάθος 100nm. Η ένταση του παραγόμενου σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και από τον ατομικό αριθμό των στοιχείων. Δίνουν μια εικόνα κατανομής των στοιχείων (οι ανοιχτόχρωμες περιοχές αντιστοιχούν σε στοιχεία υψηλού ατομικού αριθμού, ενώ οι σκουρόχρωμες σε στοιχεία χαμηλού ατομικού αριθμού).

- Ηλεκτρόνια Auger (Auger Electrons, AE)

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

- Ακτίνες- X

Οι χαρακτηριστικές ακτίνες X, παράγονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των ηλεκτρονίων της δέσμης με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του δείγματος. Όταν ένα ηλεκτρόνιο εγκαταλείπει την εσωτερική στοιβάδα, τότε ένα άλλο ηλεκτρόνιο από υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα καλύπτει το κενό, μεταπίπτοντας σε μια χαμηλότερη ενεργειακή

στοιβάδα και εκπέμποντας τη διαφορά ενέργειας υπό τη μορφή ακτίνων-X. Η ενέργεια αυτών των ακτίνων-X είναι χαρακτηριστική για κάθε στοιχείο και με αυτό τον τρόπο είναι δυνατή η ταυτοποίηση του.

Τα σήματα των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, ενισχύονται και δημιουργούν ένα οπτικό σήμα. Έτσι είναι δυνατή η απεικόνιση, σε μεγέθυνση, της επιφάνειας που σαρώνει η δέσμη ηλεκτρονίων.[13,97]

Στα πλαίσια της παρούσας διπλωματικής εργασίας, το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης που χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση της μικροδομής των δοκιμίων ήταν το JEOL JSM-6380 LV, τάσης 20kV, με σύστημα μικροανάλυσης INCA X-Sight της Oxford Instruments. Ο θάλαμος του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου λειτουργεί υπό κενό της τάξης 10^{-6} atm και το σύστημα έχει ονομαστική μεγέθυνση από 10 έως 300.000 φορές για την παρατήρηση των δοκιμίων. Επιπλέον, ήταν εφικτός ο ημιποσοτικός και ποιοτικός προσδιορισμός των στοιχείων που περιέχονταν στις ενδομεταλλικές φάσεις που κατακρημνίστηκαν, με χρήση του συστήματος μικροανάλυσης των ακτίνων X.

2.6 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων (Transmission Electron Microscopy)

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διερχόμενης Δέσμης (TEM) αποτελεί ένα μοναδικό όργανο, μεταξύ των μεθόδων χαρακτηρισμού των υλικών χάρης την δυνατότητα την οποία παρέχει για μελέτης της μικροδομής, μέσω υψηλής ευκρίνειας απεικόνισης της, αλλά και την ταυτόχρονη λήψη πληροφοριών σχετικά με την χημική και την κρυσταλλογραφική σύσταση μιας πολύ μικρής περιοχής του δοκιμίου.[13,97]

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διερχόμενης Δέσμης αποτελείται από τα εξής κύρια μέρη:

- την πηγή παραγωγής της δέσμης ηλεκτρονίων
- τους φακούς συμπύκνωσης της δέσμης
- τον θάλαμο του δοκιμίου
- τους αντικειμενικούς και ενδιάμεσους φακούς
- τους φακούς προβολής
- την οθόνη προβολής

Η δέσμη των ηλεκτρονίων παράγεται από ένα θερμαινόμενο νήμα βολφραμίου, το οποίο βρίσκεται στην κορυφή της στήλης του μικροσκοπίου. Τα ηλεκτρόνια που εκπέμπονται από την κάθοδο επιταχύνονται προς την άνοδο και με την βοήθεια συγκεντρωτικών φακών

μαγνητικού τύπου συγκεντρώνονται και η δέσμη εστιάζεται σε μια πολύ μικρή περιοχή στο επίπεδο του δοκιμίου.[13,97]

Ο αντικειμενικός φακός ο οποίος βρίσκεται ακριβώς μετά το δοκίμιο, σχηματίζει την πρώτη ενδιάμεση εικόνα, καθώς και το διάγραμμα περίθλασης. Στην συνέχεια η δέσμη των ηλεκτρονίων διέρχεται από τον ενδιάμεσο φακό, ο οποίος σχηματίζει ένα είδωλο που αποτελεί μεγεθυμένη απεικόνιση του δοκιμίου. Τέλος, το είδωλο προβάλλεται μέσω του φακού προβολής σε μια φθορίζουσα οθόνη για παρατήρηση ή φωτογράφιση. Κατά τη διέλευση της δέσμης των ηλεκτρονίων, μέσα από το δοκίμιο, ένα μέρος αυτής απορροφάται από τα άτομα του υλικού ή σκεδάζεται. Η σκέδαση των ηλεκτρονίων ενισχύεται σε μεγάλο βαθμό από τον διαφορετικό κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό. Η διαφορά της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων από την μικροσκοπία σάρωσης είναι ότι στην πρώτη περίπτωση η εστιασμένη δέσμη των ηλεκτρονίων διαπερνά το υπό εξέταση δοκίμιο, καθώς και ότι η απεικόνιση της μικροδομής του υλικού οφείλεται στη διαθλώμενη και όχι στην εκπεμπόμενη από το δοκίμιο δέσμη.[13,97]

Τα δοκίμια που μελετώνται με την μέθοδο ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων πρέπει να έχουν πολύ μικρό πάχος, της τάξης των 50-100 μm , ώστε να είναι δυνατή η διέλευση του 50 – 90 % της προσπίπτουσας δέσμης των ηλεκτρονίων μέσα από αυτά. Συνεπώς η προετοιμασία των δοκιμίων είναι ιδιαίτερα απαιτητική, καθώς περιλαμβάνει τη μηχανική λείανση των δοκιμίων μέχρι το πάχος τους να φτάσει τα 100 μm . Στην συνέχεια είτε μέσω ηλεκτρολυτικής λείανσης, είτε μέσω βομβαρδισμού με ιόντα ακολουθεί η περαιτέρω λέπτυνση των δοκιμίων μέχρι το επιθυμητό πάχος.

Η διακριτική ικανότητα του TEM είναι περίπου 0.2nm και το δυναμικό επιτάχυνσης της παραγόμενης δέσμης ηλεκτρονίων είναι 200kV, ενώ σε μικροσκοπία μεγαλύτερης διακριτικής ικανότητας μπορεί να φτάσει και τα 500kV. Η ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων επιτρέπει τη λήψη εικόνων φωτεινού (bright field) και σκοτεινού πεδίου (dark field), διαγραμμάτων περίθλασης ηλεκτρονίων και την εκτέλεση στοιχειακών αναλύσεων. Η τεχνική της περίθλασης των ηλεκτρονίων πραγματοποιείται μαζί με την ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης και αποτελεί συμπληρωματική μέθοδο ανάλυσης. Οι πληροφορίες που λαμβάνονται μέσω αυτής της τεχνικής σχετίζονται με την κρυσταλλογραφική δομή των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών και πιο συγκεκριμένα, με τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό, το κρυσταλλικό σύστημα και τον τύπο πλέγματος, την παράμετρο πλέγματος και την ενδεχόμενη παραμόρφωση πλέγματος.[97]

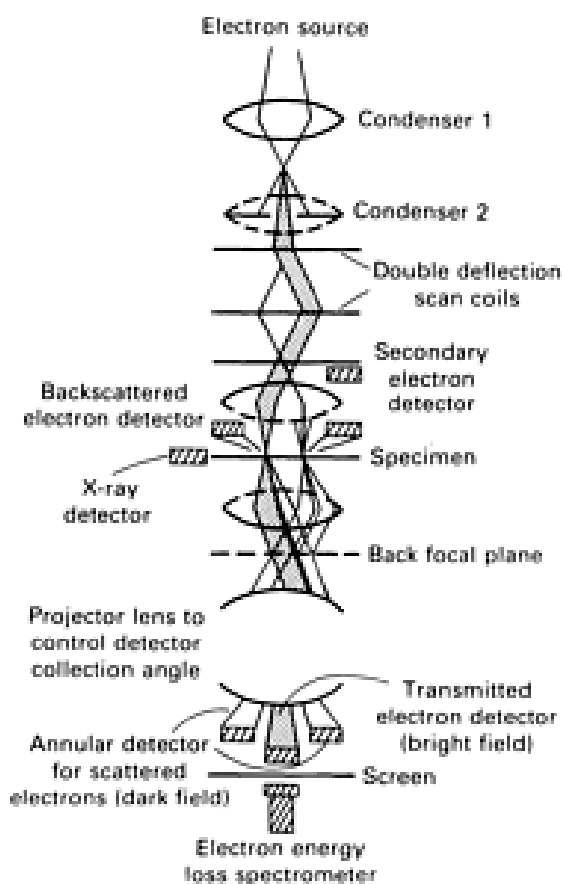
Η μονάδα STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) συμπληρώνει τις δυνατότητες του TEM. Η εστιασμένη πρωτογενής δέσμη ηλεκτρονίων προσπίπτει στο υπό μελέτη δοκίμιο και σαρώνει την επιφάνεια του. Τα ηλεκτρόνια που διαπερνούν το δείγμα αντί να εστιάζονται μέσω φακών, ανιχνεύονται με την βοήθεια κατάλληλης συσκευής ως ηλεκτρικό σήμα, το οποίο ενισχύεται και καταγράφεται. Το ηλεκτρικό σήμα που παράγεται από την αλληλεπίδραση των ηλεκτρονίων δέσμης με τα άτομα του δοκιμίου σχετίζεται με τη θέση της δέσμης και αποτελεί μέτρο της μάζας και του πάχους της αναλυόμενης περιοχής του δοκιμίου. Με την χρήση του STEM είναι δυνατή η αξιοποίηση και η χωρική ανάλυση σκεδάσεων της δέσμης ηλεκτρονίων, όπως είναι τα δευτερογενή ηλεκτρόνια, οι χαρακτηριστικές ακτίνες X. [97]

Το TEM λειτουργεί σε τάσεις οι οποίες ξεπερνούν τα 60kV, με τα 100, 120 ή 200kV να αποτελούν τις συνηθέστερες τάσεις για την μελέτη ανόργανων υλικών. Τα ηλεκτρόνια παράγονται από το σύστημα παραγωγής ηλεκτρονίων και καθοδηγούνται στο δείγμα από ηλεκτρομαγνητικούς φακούς οι οποίοι βρίσκονται πριν από αυτό. Η δέσμη των ηλεκτρονίων η οποία παράγεται προσπίπτει στο δείγμα και στην συνέχεια ένα ποσό ακτινοβολίας ανακλάται από την προσπίπτουσα επιφάνεια και τα υπόλοιπα διέρχεται διαμέσω του δείγματος. Το είδος της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας από την επιφάνεια του δείγματος και το είδος της διερχόμενης ακτινοβολίας διαμέσω του δοκιμίου εξαρτάται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα του υλικού. Οι αλληλεπιδράσεις αυτές χωρίζονται σε δυο κατηγορίες φαινομένων:

1. Τα ελαστικά φαινόμενα, τα οποία επηρεάζουν τις τροχιές των ηλεκτρονίων τα οποία προσπίπτουν στο δείγμα, αλλά δεν αλλάζει η ταχύτητα και η κινητική τους ενέργεια. Τα ελαστικά φαινόμενα οδηγούν στην εκπομπή εμπροσθοκεδαζόμενων και διερχόμενων ηλεκτρονίων, αλλά και οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων.
2. Τα ανελαστικά φαινόμενα, κατά τα οποία συμβαίνει μεταφορά ενέργειας στο προς μελέτη δείγμα, με αποτέλεσμα την πολύ μικρή αλλαγή στην τροχιά των ηλεκτρονίων και την παραγωγή δευτερογενών ηλεκτρονίων, ηλεκτρονίων Auger, χαρακτηριστικών και συνεχών ακτίνων X, μεγάλου μήκους κύματος ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας στις περιοχές του ορατού, του υπεριώδους και του υπέρυθρου φάσματος, δονήσεις πλέγματος (φωνόνια) και ταλαντώσεις ηλεκτρονίων (πλασμόνια).

Ένας αριθμός από τα σήματα τα οποία παρήχθησαν εξαιτίας της αλληλεπίδρασης της προσπίπτουσας δέσμης ηλεκτρονίων με το πολύ λεπτό δοκίμιο αξιοποιούνται και χρησιμοποιούνται για την μελέτη του δοκιμίου. [97]

Στα πλαίσια της παρούσας διπλωματικής εργασίας, το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης το οποίο χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση της μικροδομής του δοκιμίου ήταν το JEOL 2100 HRTEM, τάσης 200kV. Ο θάλαμος του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης λειτουργεί υπό κενό της τάξης 10^{-6} atm και το σύστημα έχει ονομαστική μεγέθυνση από 50 έως 1.500.000 φορές για την παρατήρηση των δοκιμίων. Επιπλέον, ήταν εφικτός ο ημιποσοτικός και ποιοτικός προσδιορισμός των στοιχείων που περιέχονταν στις ενδομεταλλικές φάσεις που κατακρημνίστηκαν, με χρήση του συστήματος μικροανάλυσης των ακτίνων X. [97]



Εικόνα 21: Σχηματική αναπαράσταση, TEM, όπου φαίνονται τα επιμέρους μέρη από τα οποία αποτελείται η διάταξη.

2.7 Σκληρομετρήσεις δοκιμίων με την μέθοδο Vickers

Αρχικά η σκληρότητα ενός υλικού είναι η αντίσταση που εμφανίζει το υλικό στην διείσδυση ενός ξένου σώματος που πιέζεται στην επιφάνεια του με κάποια συγκεκριμένη δύναμη και για ορισμένη χρονική διάρκεια. Θα μπορούσε μαθηματικά η σκληρότητα να εκφρασθεί ως:

$H = P/A$, όπου P είναι η εφαρμοζόμενη δύναμη και A είναι η επιφάνεια του αποτυπώματος.

Το σώμα αυτό που επιχειρεί να διεισδύσει στο προς εξέταση υλικό ονομάζεται διεισδυτής ή εντυπωτής. Η αρχή λειτουργίας των περισσότερων δοκιμών σκληρότητας βασίζεται στη μέτρηση των διαστάσεων του αποτυπώματος, που δημιουργεί ο διεισδυτής στο υλικό. Αν το αποτύπωμα αυτό είναι μικρό, σημαίνει ότι το υλικό αντιστέκεται στην διείσδυση και συνεπώς είναι σκληρό, ενώ αν το αποτύπωμα είναι μεγαλύτερο, το υλικό παρουσιάζει μικρότερη αντίσταση και επομένως είναι λιγότερο σκληρό. [98], [99]

Υπάρχουν πολλές μέθοδοι σκληρομέτρησης των υλικών, οι τρεις βασικές μέθοδοι όμως για τα μεταλλικά υλικά είναι παρακάτω τρεις:

- Rockwell
- Vickers
- Brinell

Κατά την διεξαγωγή της παρούσας πειραματικής διαδικασίας, η μέθοδος σκληρομέτρησης που εφαρμόστηκε ήταν η Vickers.

Στην σκληρομέτρηση κατά Vickers, ως διεισδυτής χρησιμοποιείται πυραμίδα από διαμάντι, ανοίγματος 136°. Τα φορτία τα οποία εφαρμόζονται στα υπό εξέταση δοκίμια ξεκινούν από μερικά p και φθάνουν μέχρι κάποιες εκατοντάδες Kp. Με την διείσδυση της πυραμίδας μέσα στο υλικό, δημιουργείται ένα τετραγωνικό αποτύπωμα ή αποτύπωμα ρομβοειδούς σχήματος. Ο μαθηματικός τύπος της σκληρότητας είναι :

$$HV = 1.854 P/d^2$$

όπου P : η εφαρμοζόμενη δύναμη σε Kp

και d ο μέσος όρος των διαγωνίων ($d_1 + d_2 / 2$) του αποτυπώματος σε mm.

Το αριθμητικό αποτέλεσμα έχει μονάδες Kp/mm² ή απλώς HV (μονάδα σκληρότητας κατά Vickers). Η δοκιμή σκληρότητας κατά Vickers χρησιμοποιείται για ένα μεγάλο εύρος υλικών, λόγω της ποικιλίας των φορτίων που χρησιμοποιεί. Επίσης λόγω του ρηχού αποτυπώματος που δημιουργεί, μπορεί να χρησιμοποιηθεί άνετα και στην σκληρομέτρηση και πολύ λεπτών ελασμάτων. Η δυνατότητα χρήσης επίσης πολύ μικρών φορτίων κάνει τη μέθοδο Vickers, κατάλληλη για μικροσκληρομέτρηση υλικών, η οποία είναι πολύ σημαντική για την μελέτη κατανομής της σκληρότητας, αλλά και για την μέτρηση της σκληρότητας των διαφόρων φάσεων που εμπεριέχονται μέσα στο υλικό. Οι διαγώνιοι των μικροαποτυπωμάτων, στις μικροσκληρομετρήσεις, μετρούνται σε οπτικό μικροσκόπιο, λόγω των μικρών διαστάσεων οι οποίες δεν είναι αντιληπτές με γυμνό μάτι. [98], [99]



Εικόνα 22: Σκληρόμετρο Carl-Frank GmbH, στο οποίο πραγματοποιήθηκαν οι σκληρομετρήσεις κατά Vickers

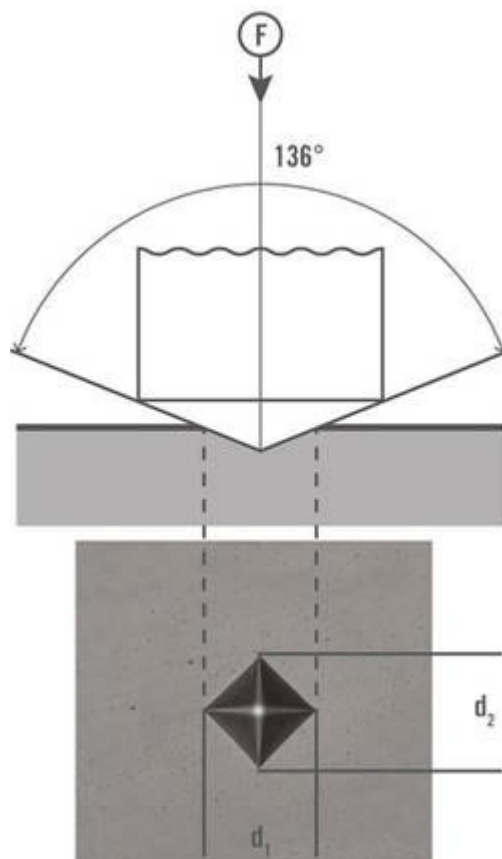
Η αξιολόγηση της σκληρότητας με την μέθοδο Vickers αποτελεί ένα πολυχρηστικό εργαλείο τόσο για την μέτρηση της μακρο-σκληρότητας, όσο και για την μέτρηση της μικροσκληρότητας. Παρέχει ένα μεγάλο εύρος επιλογής επιβαλλόμενου φορτίου, το οποίο κυμαίνεται από τα 10 gf έως τα 100 kgf και είναι κατάλληλη για ένα ευρύ φάσμα εφαρμογών και υλικών. [98], [99]

Η σκληρότητα Vickers (HV) υπολογίζεται μετρώντας τις διαγώνιους του αποτυπώματος που αφήνει ο διεισδυτής στην επιφάνεια του υλικού. Στην συνέχεια με την χρήση κατάλληλων πινάκων ή ειδικών εξισώσεων, οι μετρήσεις αυτές μετατρέπονται σε σκληρότητα, του υλικού, κατά Vickers (HV). [98], [99]

Η μέθοδος μπορεί να πραγματοποιηθεί είτε σε ένα κανονικό σκληρόμετρο όπου το δοκίμιο θα πρέπει να έχει λειανθεί πρώτα, είτε σε ένα μικροσκληρόμετρο όπου είναι απαραίτητο το δοκίμιο να έχει υποστεί την απαραίτητη στίλβωση. Οι απαιτούμενοι υπολογισμοί είναι ανεξάρτητοι από το μέγεθος του διεισδυτή και ο ίδιος διεισδυτής μπορεί να χρησιμοποιηθεί για όλα τα υλικά, ανεξαρτήτου σκληρότητας. [98], [99]

Ο διεισδυτής στην μέθοδο Vickers αποτελείται από διαμάντι και έχει μορφή ισόπλευρης πυραμίδας με τετραγωνική βάση και γωνία διεπιφάνειας στις 136° .

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας πραγματοποιήθηκε μακροσκληρομέτρηση των συγκολλημένων δοκιμίων. Προτού ξεκινήσει η διαδικασία της σκληρομέτρησης, τα δοκίμια τοποθετήθηκαν στον περιστρεφόμενο δίσκο λείανσης όπου πραγματοποιήθηκε λείανση τους αρχικά με τον χαρτί λείανσης των 400gritt και στην συνέχεια με αυτό των 800gritt. Μετά την λείανση της υπό εξέταση επιφάνειας, ακολούθησε η λείανση της βάσης των δοκιμίων με χαρτί λείανσης 220gritt, έτσι ώστε η επιφάνεια της βάσης να γίνει επίπεδη, γεγονός το οποίο θα βοηθήσει στο να είναι σταθερό το δοκίμιο κατά της διαδικασία της σκληρομέτρησης. Αυτό είναι απαραίτητο, διότι η μη σταθερότητα του δοκιμίου κατά την μελέτη επιφέρει αλλοίωση των αποτελεσμάτων, τα οποία θα οδηγήσουν σε λάθος συμπεράσματα για τις ιδιότητες του δοκιμίου. Το σκληρόμετρο το οποίο χρησιμοποιήθηκε για κατά την διπλωματική εργασία είναι το σκληρόμετρο Carl-Frank της εικόνας 20.



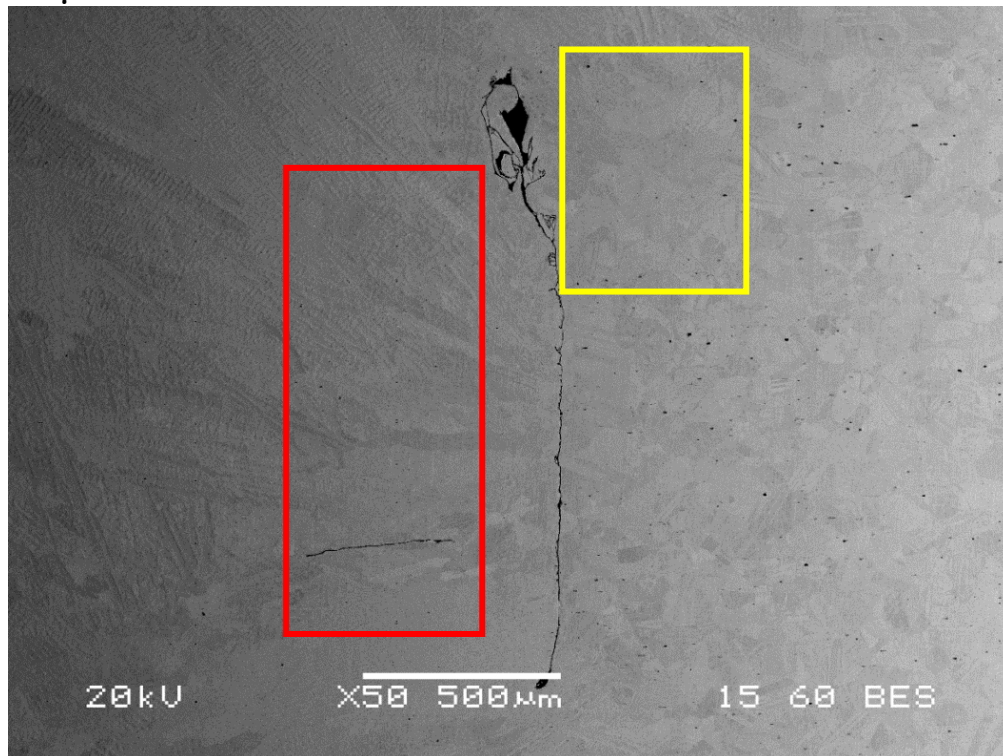
Εικόνα 23: Σχηματική αναπαράσταση του αποτυπώματος το οποίο αφήνει ο διεισδυτής στην επιφάνεια ενός δοκιμίου κατά την μέθοδο σκληρομέτρησης κατά Vickers.

3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

3.1 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης

Στα πλαίσια της πειραματικής διαδικασίας, πραγματοποιήθηκε μεταλλογραφική μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης του Haynes 282, για τα δοκίμια 11 και 14, με σκοπό τον πλήρη χαρακτηρισμό της μικροδομής. Ενδεικτικές μικρογραφίες καθώς και στοιχειακές χημικές αναλύσεις παρατίθενται παρακάτω.

3.1.1 Δοκίμιο 11



Εικόνα 24: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x50 του δοκιμίου 11. Παρατηρείται μια κύρια ρωγμή (1.5mm περίπου) και μια δεύτερη, μικρότερη ρωγμή (400µm περίπου) στην ΘΕΖ του συγκολλημένου δοκιμίου 11, οι οποίες προήλθαν από την συστολή του δοκιμίου κατά την απόψυξη του μετά την συγκόλληση. Επιπλέον παρατηρείται η διαζωνική ανάπτυξη των περιοχών της συγκόλλησης (μέταλλο βάσης, θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ζώνη τήξης)

Πίνακας 13: Στοιχειακή ανάλυση της ΘΕΖ(περιοχή με κόκκινο περίγραμμα, εικόνα 24), του δοκιμίου 11.

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	55.95	19.39	10.70	8.67	2.60	1.34	1.36
at%	55.22	21.60	10.52	5.24	3.14	2.88	1.41

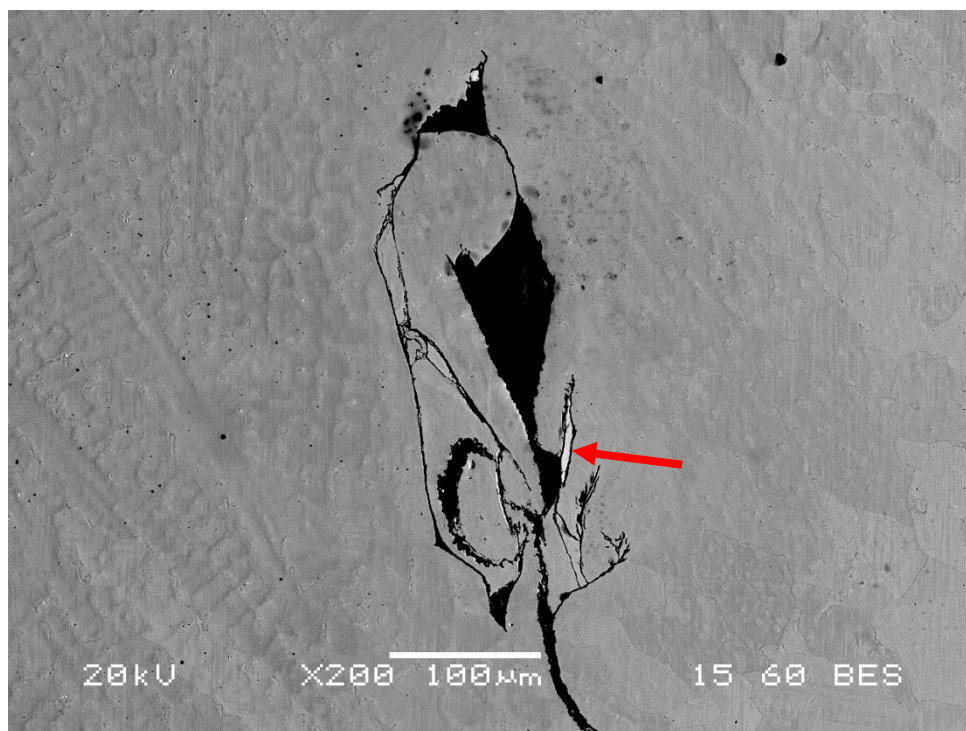
Όπως φαίνεται στις μικρογραφίες άλλα και τις στοιχειακές αναλύσεις που έχουν ληφθεί από την Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης, το μέταλλο βάσης χαρακτηρίζεται από fcc μητρική φάση με ανομοιόμορφη κατανομή μέσου μεγέθους κόκκων, περίπου 100μm. Παρατηρείται, ενδοκρυσταλλικά η κατακρήμνιση καρβιδίων τύπου MC εμπλουτισμένα σε Ti και Mo αλλά και νιτριδίων MN εμπλουτισμένα σε Ti. Τα όρια των κόκκων δεν είναι ευδιάκριτα καθώς δεν έχουν κατακρημνιστεί περικρυσταλλικά καρβίδια. Κατά συνέπεια δεν υπάρχουν καρβίδια τα οποία θα μπορούσαν να προσβληθούν κατά την χημική προσβολή και να φανερώσουν τους κόκκους και τα όρια τους.

Η χημική σύσταση του μετάλλου βάσης συμφωνεί με την χημική σύσταση που δίνεται από την Haynes International και οι μόνες παρατηρήσιμες φάσεις, στο μέταλλο βάσης, μαζί με την μητρική φάση, κατά την μελέτη με ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, είναι τα MC καρβίδια και τα MN νιτρίδια.

Στην περιοχή μεταξύ μετάλλου βάσης και θερμικά επηρεασμένης ζώνης οι κόκκοι φαίνονται ελαφρώς μεγεθυμένοι λόγω της θερμικής διαβάθμισης που επιτυγχάνεται στην περιοχή αυτή κατά την διαδικασία της συγκόλλησης. Το μέσο μέγεθος των κόκκων υπολογίζεται στα 300μm. Η μητρική δομή στην περιοχή αυτή δεν έχει σημαντικές διαφορές στην χημική σύσταση από αυτήν του μετάλλου βάσης. Οι μόνες αξιόλογες διαφορές είναι μια μικρή αύξηση του ποσοστού του Al και μείωση του ποσοστού του Ti, της τάξης του 0.1-0.2 wt% και στα δύο στοιχεία. Παρά τις μικρές αυτές αλλαγές το συνδυαστικό ποσοστό των Al και Ti παραμένει στο 3.6 wt% όπως το μέταλλο βάσης.

Πίνακας 14: Στοιχειακή ανάλυση περιοχής μεταξύ του μετάλλου βάσης και της θερμικά επηρεασμένης ζώνης του δοκιμίου 11, (περιοχή στο κίτρινο περίγραμμα στην εικόνα 24)

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	56.48	19.88	10.32	8.88	2.26	1.40	0.78
at%	55.77	22.17	10.15	5.37	3.01	2.74	0.81

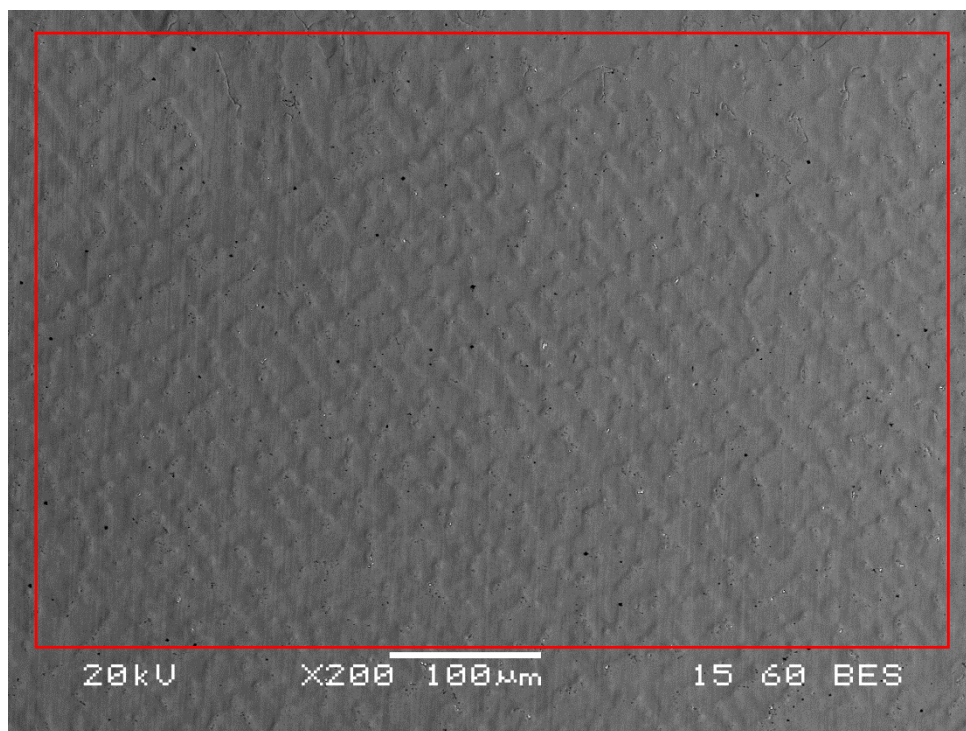


Εικόνα 25: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης Οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x200 δοκιμίου 11. Παρατηρείται η μια άκρη της ρωγμής, η οποία εντοπίζεται στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη του δοκιμίου 11. Από την στοιχειακή ανάλυση δεν προκύπτει η παρουσία κάποιας επιβλαβούς φάσης, η οποία θα μπορούσε να αποτελέσει αιτία έναρξης και διάδοσης της ρωγμής. Η ρωγμή δημιουργήθηκε και διαδόθηκε λόγω συστολής του δοκιμίου και λόγω του γρήγορου ρυθμού απόψυξης του.

Πίνακας 15: Στοιχειακή ανάλυση, της φάσης με κόκκινο βέλος, στην εικόνα 25.

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	56.31	19.87	10.41	8.98	2.30	1.34	0.79
at%	55.65	22.18	10.25	5.43	2.79	2.89	0.82

Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη του δοκιμίου χαρακτηρίζεται από fcc μητρική φάση αποτελούμενη από μεγεθυμένους κόκκους ανομοιόμορφου μεγέθους και πολυκατευθυντικής διεύθυνσης, μεγέθους 100µm. Η χημική σύσταση στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη παραμένει παρόμοια με αυτή του μετάλλου βάσης με ελάχιστες διαφορές στα κύρια κραματικά στοιχεία Ni, Cr, Co, Mo. Αξίζει να παρατηρηθεί η αύξηση στο ποσοστό των Al και Ti κατά 0.34 wt%, όπου αθροιστικά είναι στο 3.94 wt%.



Εικόνα 26: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x200 δοκιμίου 11. Παρατηρείται η δένδριτική ανάπτυξη των κόκκων στην ζώνη τήξης. Ενδεικτική είναι η παρουσία καρβιδίων M₆C και Laves φάσεων (κατακρημνίσεις με ανοιχτό χρώμα), αλλά και νιτριδίων (κατακρημνίσεις με σκούρο χρώμα), περιδένδριτικά, σε όλο το εύρος της ζώνης τήξης.

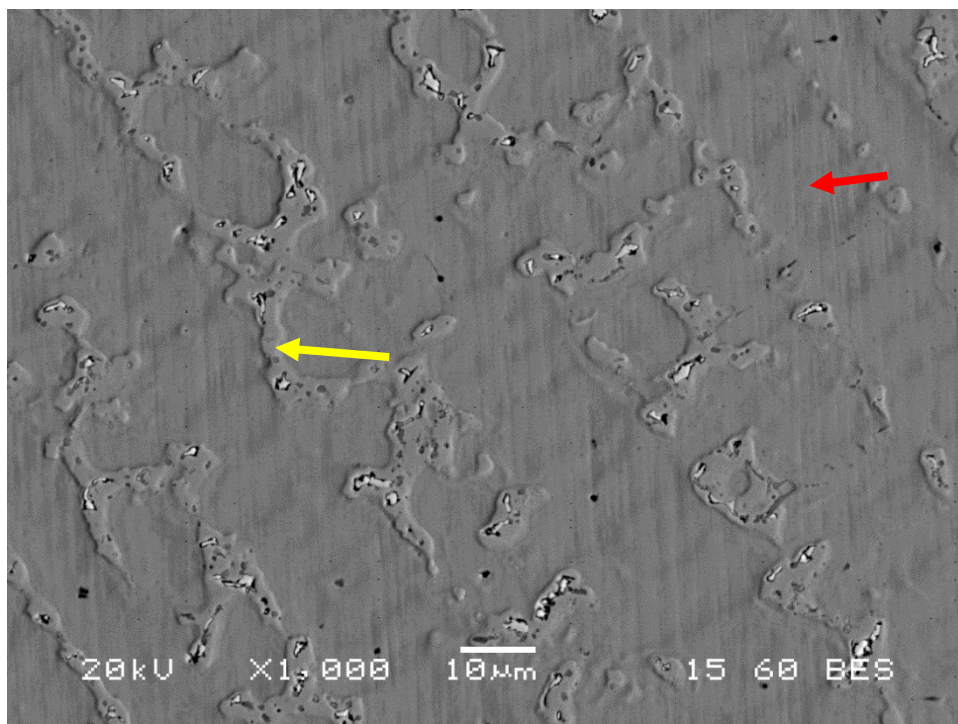
Πίνακας 16: Στοιχειακή ανάλυση, ζώνης συγκόλλησης του δοκιμίου 11 (κόκκινο περίγραμμα) στην εικόνα 26

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	56.24	19.73	10.32	8.44	2.60	1.24	1.43
at%	55.49	21.99	10.14	5.09	3.15	2.65	1.49

Η ζώνη τήξης του συγκολλημένου, με GTAW-Pulsed, δοκιμίου 11 παρουσιάζει μικροδομή αποτελούμενη από διαφορετικού πάχους και διαφορετικής μορφολογίας fcc τύπου δενδρίτες, έντονης και ανομοιομορφης κατευθυντικότητας, η οποία αποδίδεται σε γρήγορους ρυθμούς απόψυξης. Η χημική σύσταση της ζώνης τήξης που αναπτύσσεται με τη μέθοδο GTAW-Pulsed, διαφοροποιείται μεταξύ των διαδενδριτικών περιοχών, γεγονός το οποίο σχετίζεται με την υψηλή τάση για μικροδιαφορισμό των κραματικών στοιχείων στις περιοχές αυτές. Από την γενικευμένη χημική ανάλυση προκύπτει ότι η ζώνης τήξης παρουσιάζει παρόμοια χημική σύσταση με το μέταλλο βάσης, γεγονός το οποίο οφείλεται κατά κύριο λόγο στην παρόμοια χημική σύσταση που έχει το Haynes 282 με το μέταλλο προσθήκης Rene 41.

Κατά την μελέτη της μικροδομής με ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης παρατηρήθηκε ανάπτυξη καρβιδίων τύπου MC και M₆C, νιτριδίων εμπλουτισμένα σε Ti αλλά και επιβλαβών Laves φάσεων.

Η μικροδομή παρουσιάζει υψηλό κλάσμα όγκου καρβιδίων, τύπου MC και M₆C, τα οποία έχουν κατακρημνιστεί περικρυσταλλικά και ενδοκρυσταλλικά στην δομή. Τα MC καρβίδια σχηματίζονται σε υψηλά θερμοκρασιακά εύρη κατά την διαδικασία της στερεοποίησης του υλικού και κατά κύριο λόγο παρουσιάζουν πιο σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου, λόγω συμμετοχής στοιχείων με χαμηλό μέσο ατομικό αριθμό (κυρίως Ti) και έχουν κυβοειδή μορφολογία είτε μορφολογία η οποία παρομοιάζει με αυτήν των κινεζικών ιδεογραμμάτων (scriptlike). Τα καρβίδια τύπου M₆C αποτελούν προϊόν διάσπασης των καρβιδίων MC ($MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$) και η χημική τους σύσταση χαρακτηρίζεται κυρίως από υψηλή περιεκτικότητα σε Mo.



Εικόνα 27: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x1000, δοκιμίου 11. Στις ενδοδενδριτικές περιοχές παρατηρείται κατακρήμνιση φάσης Laves, M₆C καρβιδίων καθώς και κατακρήμνιση ευτηκτικών καρβιδίων τύπου MC, μορφολογίας scriptlike

Πίνακας 17: Στοιχειακή ανάλυση της περιδενδριτικής περιοχής στις ζώνη συγκόλλησης του δοκιμίου 11 (κόκκινο βελάκι) στην εικόνα 27.

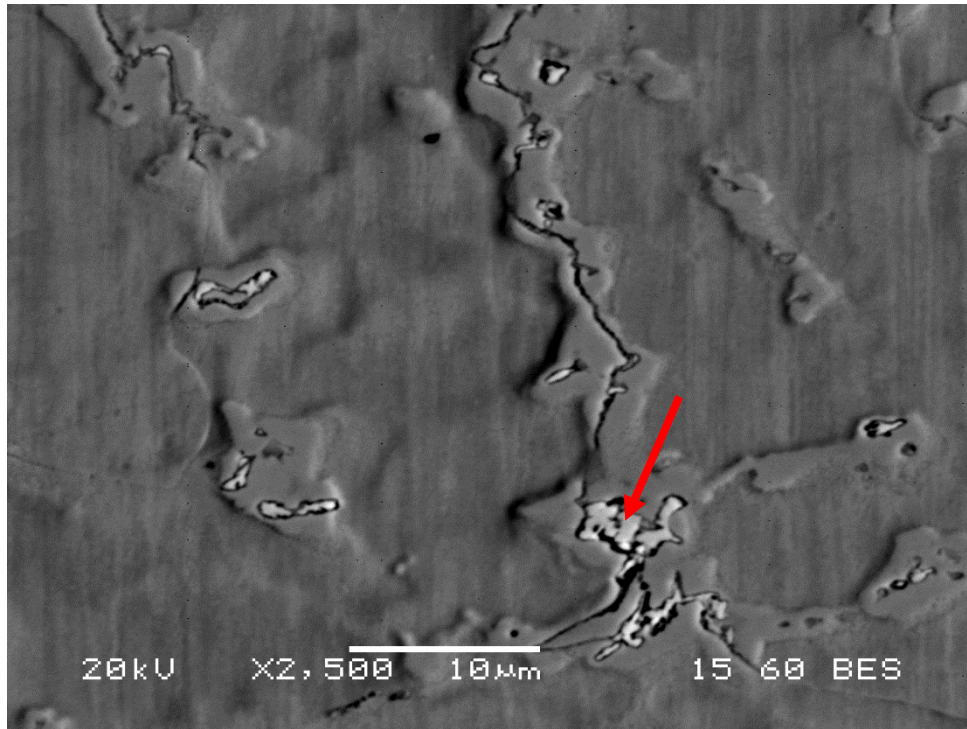
element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	54.07	20.23	10.70	8.63	2.59	1.38	2.40

at%	53.24	22.49	10.50	5.20	3.13	2.95	2.48
-----	-------	-------	-------	------	------	------	------

Πίνακας 18: Στοιχειακή ανάλυση της ενδοδενδριτικής περιοχής στην ζώνη συγκόλλησης του δοκιμίου 11 (κίτρινο βελάκι) στην εικόνα 27.

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	50.35	19.54	10.14	12.19	4.48	1.18	2.12
at%	50.22	22.01	10.08	7.44	5.47	2.55	2.23

Η χημική σύσταση στις ενδοδενδριτικές περιοχές παρουσιάζει διαφοροποίηση από την χημική σύσταση στις περιδενδριτικές περιοχές. Όπως φαίνεται από τον πίνακα το ποσοστό του Ti, έχει σχεδόν διπλασιαστεί με περιεκτικότητα 4.48 wt%t ενώ στις περιδενδριτικές η περιεκτικότητα είναι 2.59 wt%, .Το Mo παρουσιάζει μια σημαντική αύξηση στις περιοχές αυτές 12.19 wt%και 10.70 wt%αντίστοιχα, ενώ το ποσοστό του Ni, φαίνεται πως έχει υποστεί μείωση, 50.35 wt% και 54.07 wt% αντίστοιχα. Το ποσοστό των υπόλοιπων κραματικών στοιχείων παρατηρείται ότι παραμένει σχετικά αμετάβλητο. Όπως φαίνεται στη εικόνα 28, στις ενδοδενδριτικές περιοχές της ζώνης τήξης παρατηρείται η κατακρήμνιση φάσεων Laves, οι οποίες είναι εμπλουτισμένες σε Cr, Ni και Mo. Η φάση Laves χαρακτηρίζεται από το γενικό στοιχειομετρικό τύπο A_2B ή και $(A_1A_2)_2(B_1B_2)$ όπου A είναι συνήθως ένα από τα (Ni, Cr, Co) και B (Nb, Mo, Ti) στα υπερκράματα νικελίου.

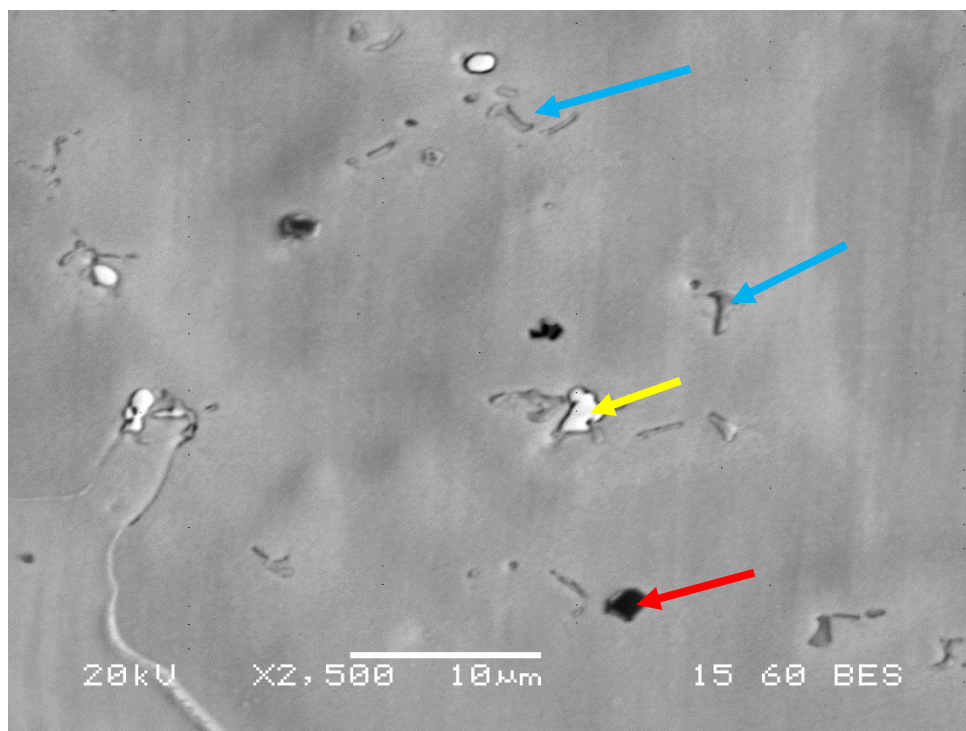


Εικόνα 28: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση $\times 2500$ δοκιμίου 11. Στις ενδοδενδριτικές περιοχές παρατηρείται κατακρήμνιση φάσης Laves εμπλουτισμένη σε Ni(37.08 wt%), Mo(25.67 wt%) και Cr(20.95 wt%).

Πίνακας 19: Στοιχειακή ανάλυση της φάσης Laves(κόκκινο βέλος), στην εικόνα 28

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	37.08	20.95	8.96	25.67	4.60	0.61	1.64
at%	39.00	24.88	9.39	16.52	5.92	1.40	1.82

Τα M_6C καρβίδια και οι Laves κατά την μελέτη με Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης παρουσιάζουν παρόμοια στοιχειακή ανάλυση, καθώς και περιέχουν υψηλό ποσοστό Mo, Cr, Ni αλλά και Co. Επιπλέον εμφανίζουν και σχετικά παρόμοια μορφολογία αλλά και ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου, γεγονός το οποίο οφείλεται κατά βάση στο Mo το οποίο είναι στοιχείο με μεγάλο ατομικό αριθμό. Η διαφορά στην ταυτοποίησή τους έγκειται στο γεγονός, ότι στα M_6C καρβίδια το Mo αποτελεί το κυρίαρχο συστατικό μαζί με το Cr, τα οποία αποτελούν ισχυρά καρβιδιογόνα στοιχεία. Αντιθέτως στις Laves φάσεις κυρίαρχο συστατικό αποτελεί το Ni το οποίο, όπως έχει ήδη αναφερθεί καταλαμβάνει την θέση του Α στον γενικό τύπο A_2B , μαζί με το Cr. Το Mo στις Laves αποτελεί, το δεύτερο κυρίαρχο συστατικό, το οποίο καταλαμβάνει την θέση του Β στον γενικό τύπο των Laves. Ένα άλλο χαρακτηριστικό αποτελεί η περιεκτικότητα σε Ti. Ενώ στα M_6C καρβίδια η περιεκτικότητα σε Ti είναι παρόμοια με την γενική σύσταση του υλικού, κοντά στο 2.6 wt%, στις Laves παρατηρείται αυξημένο ποσοστό κοντά στο 4.5 – 5 wt%.



Εικόνα 29: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση $\times 2500$ δοκιμίου 11. Παρατηρείται η κατακρήμνιση νιτριδίου του τιτανίου (κόκκινο βέλος) με Ti (49.91 wt%) και N (3.96 wt%), καρβιδίων τύπου M6C (κίτρινο βέλος), εμπλουτισμένων σε Mo (36.40 wt%) και Cr (28.13 wt%) και ευτηκτικών καρβιδίων τύπου MC, μορφολογίας scriptlike (γαλάζιο βέλος) στις περιδενδριτικές περιοχές.

Πίνακας 20: Στοιχειακή ανάλυση του νιτριδίου του τιτανίου(κόκκινο βελάκι), στην εικόνα 29

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	N
wt%	23.21	10.24	4.63	6.94	49.91	0.38	0.73	3.96
at%	18.87	9.40	3.75	3.45	49.73	0.67	0.62	13.50

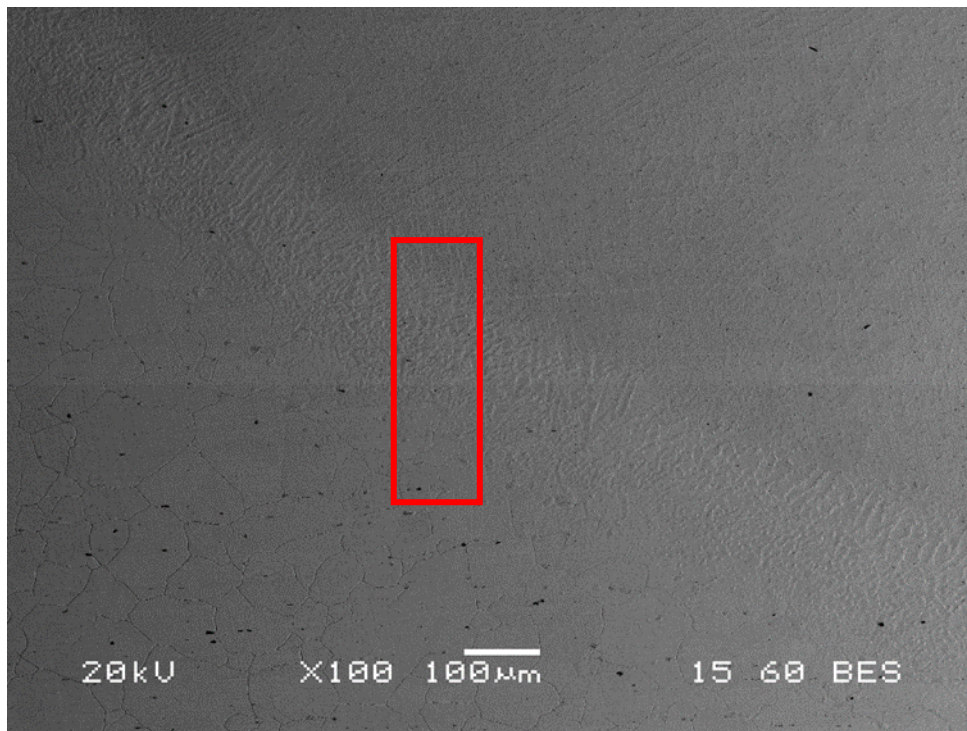
Πίνακας 21: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου M6C(κίτρινο βελάκι), στην εικόνα 29.

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	22.32	28.13	8.93	36.40	2.87	0.38	0.73
at%	24.75	35.21	9.86	24.70	3.91	0.67	0.62

Επιπρόσθετα στις ενδοδενδριτικές περιοχές παρατηρείται και η κατακρήμνιση ευτηκτικών καρβιδίων τύπου MC και μορφολογίας (Scriptlike), όπως έχει προαναφερθεί και προηγουμένως.

Στην ενδοδενδριτική περιοχή εντοπίζονται κατακρημνισμένα νιτρίδια, εμπλουτισμένα σε Ti. Τα νιτρίδια Ti έχουν κυβοειδή μορφολογία και σκουρόχρωμη απόχρωση η οποία οφείλεται στον χαμηλότερο ατομικό αριθμό του τιτανίου συγκριτικά με τα άλλα κραματικά στοιχεία. Στα νιτρίδια είναι σύνηθες να φύτρωνουν περιμετρικά τους καρβίδια, τύπου MC, τα οποία εμφανίζονται στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο με μια γκρίζα απόχρωση, λόγω του Ti και του Mo που περιέχονται στην δομή τους.

3.1.2 Δοκίμιο 14



Εικόνα 30: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x100, δοκιμίου 14. Παρατηρείται η δένδριτική ανάπτυξη στην ζώνη τήξης, η διαζωνική ανάπτυξη των περιοχών της συγκόλλησης (μέταλλο βάσης, θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ζώνη τήξης)

Πίνακας 22: Στοιχειακή ανάλυση της ΘΕΖ(περιοχή στο κόκκινο περίγραμμα,) στην εικόνα 30 του συγκολλημένου δοκιμίου 14

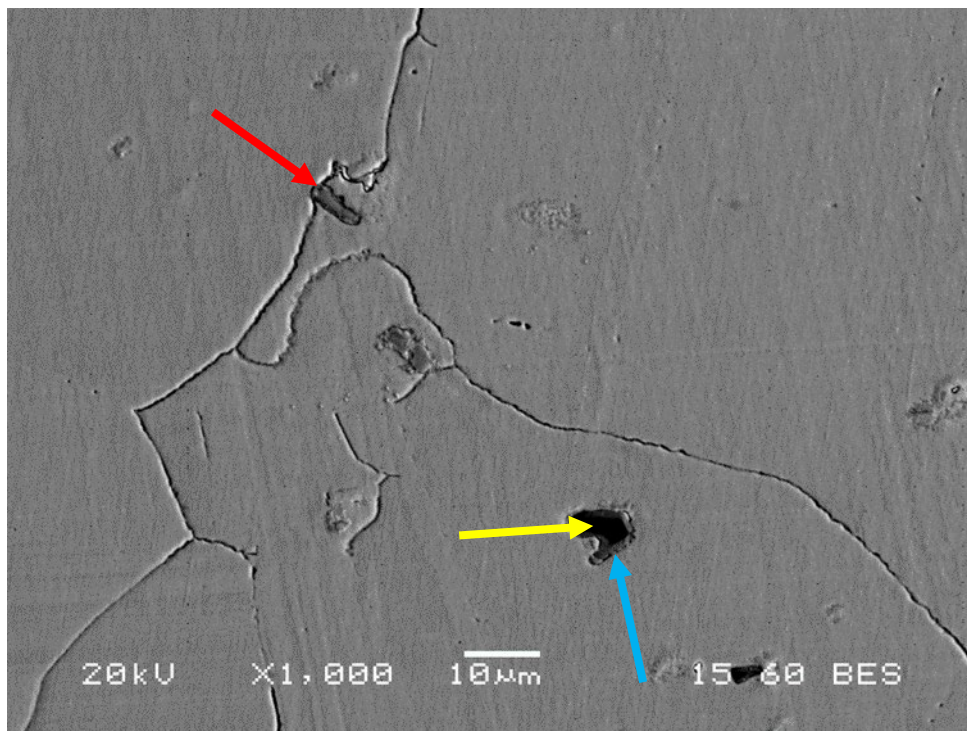
element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	W
wt%	55.90	19.47	10.96	8.29	2.17	1.37	0.69	1.14
at%	55.56	21.85	10.85	5.04	2.65	2.97	0.72	0.36

Όπως φαίνεται στις μικρογραφίες που έχουν ληφθεί από την Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης, το μέταλλο βάσης χαρακτηρίζεται από fcc μητρική φάση με ανομοιόμορφη κατανομή μέσου μεγέθους κόκκων, ακριβώς όπως το δοκίμιο 11.

Στην περιοχή μεταξύ μετάλλου βάσης και θερμικά επηρεασμένης ζώνης οι κόκκοι φαίνονται ελαφρώς μεγεθυμένοι λόγω της θερμικής διαβάθμισης που επιτυγχάνεται στην περιοχή αυτή κατά την διαδικασία της συγκόλλησης. Το μέγεθος των κόκκων μετρήθηκε στα 200 μm περίπου από 300μm στο συγκολλημένο δοκίμιο 11, γεγονός το οποίο πιθανότατα οφείλεται στην μικρότερη ένταση του σταθερού ρεύματος που χρησιμοποιήθηκε για τον δοκίμιο 14, άρα και της συνολικής ενέργειας η οποία διοχετεύεται κατά την συγκόλληση (base current 70A), συγκριτικά με το δοκίμιο 11 (base current 80A).

Η στοιχειακή ανάλυση στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη δεν έδειξε διαφοροποίηση στην χημική σύσταση, συγκριτικά με το μέταλλο βάσης. Συνεπώς και το δοκίμιο 14 όπως και το δοκίμιο 11 έχουν παρόμοια χημική σύσταση στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη.

Κατά την μικρογραφική μελέτη της θερμικά επηρεασμένης ζώνης παρατηρήθηκε η παρουσία MC καρβιδίων, MN νιτριδίων και M₆C καρβιδίων. Η ανάπτυξη των φάσεων αυτών παρατηρήθηκε ενδοκρυσταλλικά κυρίως αλλά και περικρυσταλλικά με προτίμηση ανάπτυξης τους προς το εσωτερικό των κόκκων.



Εικόνα 31: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x1000, δοκίμιου 14. Παρατηρείται ο σχηματισμός καρβιδίου MC (7μm περίπου) στα όρια των

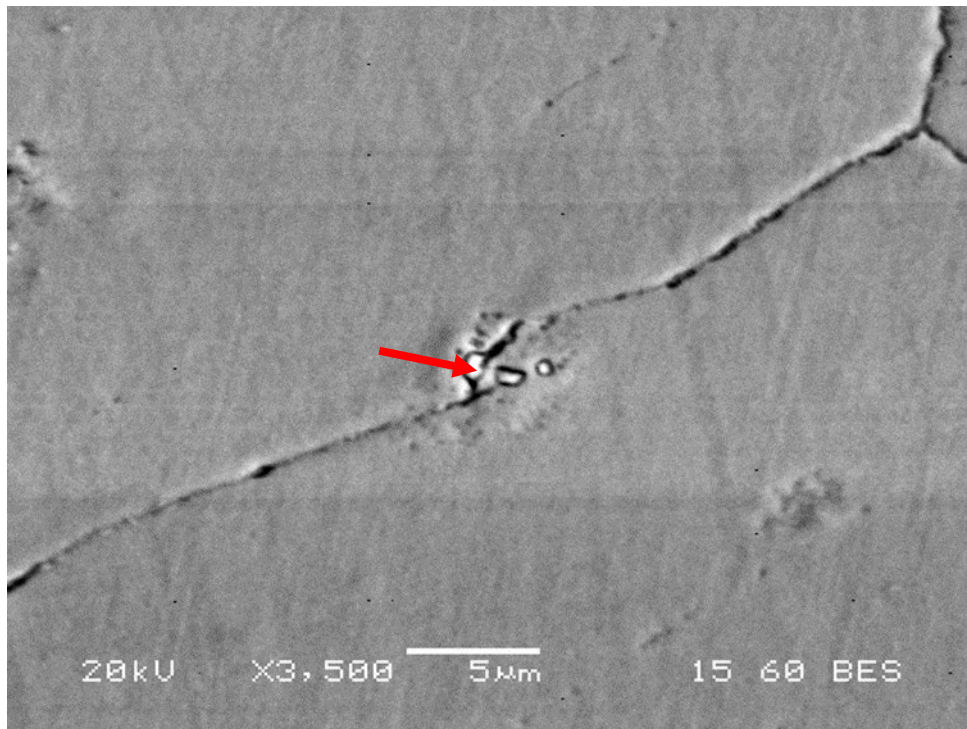
κόκκων(κόκκινο βέλος), εμπλουτισμένο σε Ti(55.38 wt%) και Mo(39.16 wt%), με προτίμηση ανάπτυξης προς το εσωτερικό των κόκκων. Επιπλέον παρατηρείται ενδοκρυσταλλικά η ανάπτυξη νιτριδίου MN (κίτρινο βέλος) εμπλουτισμένο σε Ti (98.06 wt%) και γύρω από αυτό την ανάπτυξη καρβιδίου τύπου MC(γαλάζιο βέλος), το οποίο αποτελεί χαρακτηριστικό φαινόμενο ετερογενούς φύτρωσης.

Πίνακας 23: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου MC(γαλάζιο βελάκι), στην εικόνα 31

element	Ni	Cr	Mo	Ti	Ta
wt%	2.39	1.86	39.16	55.38	1.22
at%	2.47	2.17	24.77	70.18	0.41

Πίνακας 24: Στοιχειακή ανάλυση νιτριδίου του τιτανίου(κίτρινο βελάκι), στην εικόνα 31

element	Ti	Mo
wt%	98.06	1.94
at%	99.02	0.98



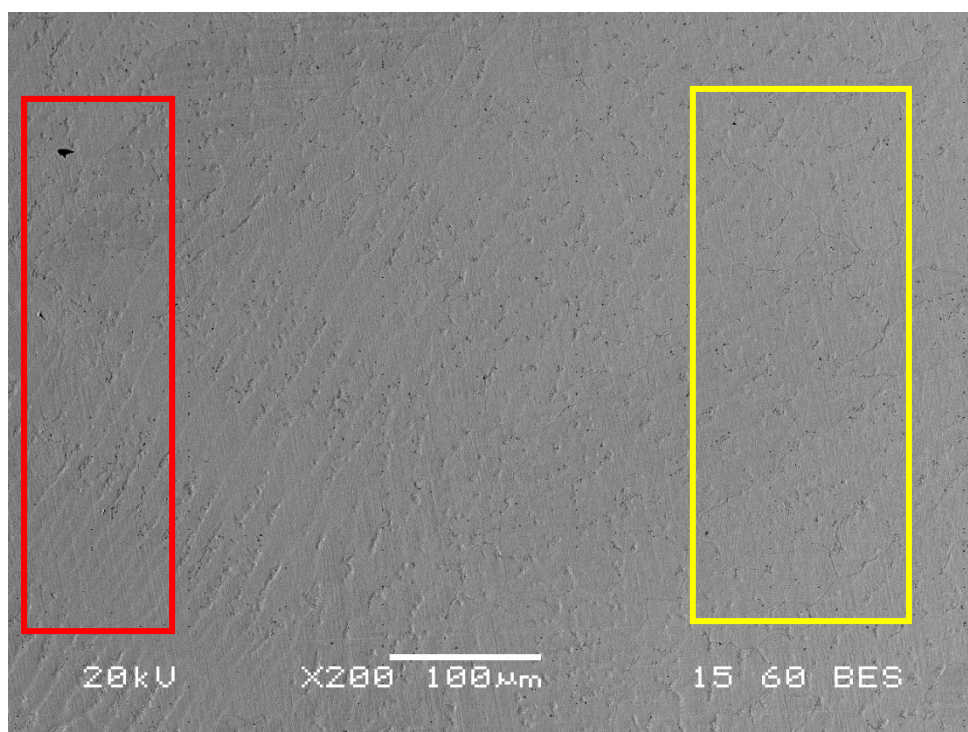
Εικόνα 32: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων δοκιμίου 14 σε μεγέθυνση x3500. Παρατηρείται περικρυσταλλικά ο σχηματισμός καρβιδίων τύπου M6C (κόκκινο βέλος), εμπλουτισμένων σε Mo (38.30 wt%) και Cr (27.59 wt%).

Πίνακας 25: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίων τύπου M6C (κόκκινο βέλος), στην ΘΕΖ του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 32

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Si
wt%	23.85	27.59	6.76	38.30	2.83	0.66

at%	26.49	34.60	7.48	26.03	3.85	1.53
-----	-------	-------	------	-------	------	------

Όπως ειπώθηκε και κατά την μελέτη του δοκιμίου 11 τα καρβίδια τύπου M_6C αποτελούν προϊόν διάσπασης των καρβιδίων MC ($MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$) και η χημική τους σύσταση χαρακτηρίζεται κυρίως από υψηλή περιεκτικότητα σε Mo και Cr. Στην μελέτη του δοκιμίου 14, παρατηρείται η κατακρήμνιση των καρβιδίων M_6C , ενδοκρυσταλλικά και περικρυσταλλικά. Τα M_6C καρβίδια έχουν υψηλή περιεκτικότητα σε Mo(38.30 wt%) και Cr(27.59 wt%) και παρουσιάζουν μια πλακοειδής μορφολογία, με ανοιχτή απόχρωση στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο και μέγεθος της τάξης των 3 μ m



Εικόνα 33: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σε μεγέθυνση x200 δοκιμίου 14. Παρατηρείται η δενδριτική ανάπτυξη στην ζώνη τήξης. Όπως φαίνεται οι δενδρίτες δεν έχουν το ίδιο ομοιόμορφη ανάπτυξη και κατευθυντικότητα σε όλο το εύρος της ζώνης τήξης όπως συμβαίνει στο δοκίμιο 11.

Πίνακας 26: Στοιχειακή ανάλυση αριστερά ζώνης τήξης(περιοχή στο κόκκινο περίγραμμα), του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 33

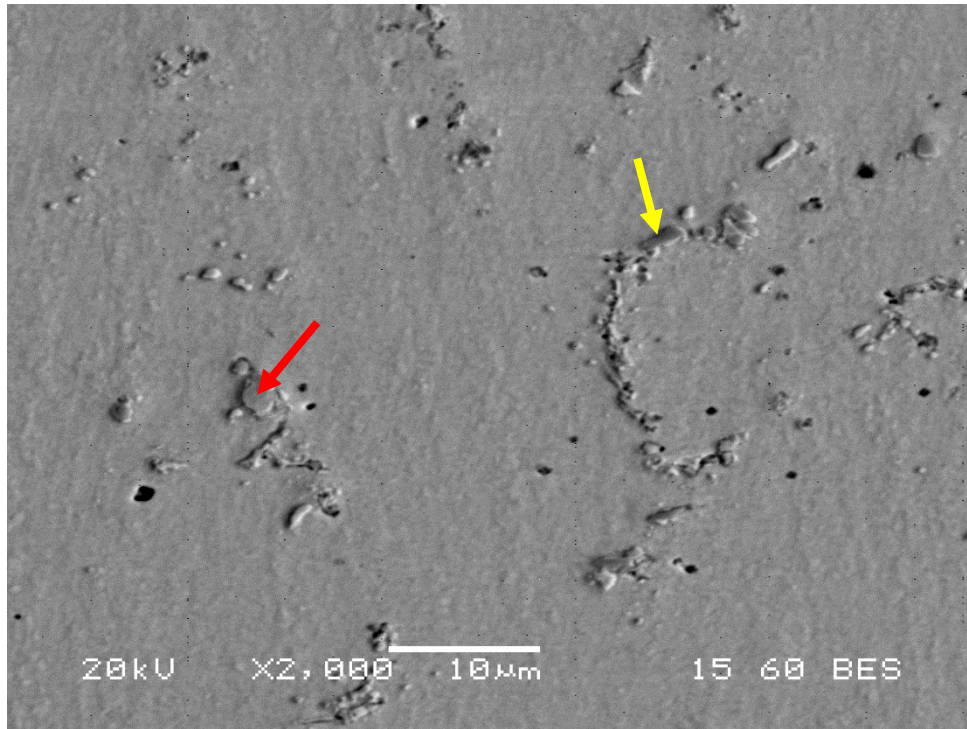
element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	63.23	19.88	7.19	5.70	1.78	0.92	0.75
at%	62.06	22.03	7.03	3.42	2.14	1.96	0.77

Πίνακας 27: Στοιχειακή ανάλυση στο κέντρο της ζώνης τήξης(περιοχή στο κίτρινο περίγραμμα), του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 33

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al
wt%	70.94	19.85	4.09	3.43	1.09	0.62
at%	69.42	21.93	3.98	2.05	1.30	1.31

Η χημική ανάλυση στην ζώνη συγκόλλησης κατέδειξε διαφοροποίηση στα περισσότερα κραματικά στοιχεία του υλικού. Το νικέλιο ως κύριο συστατικό παρουσίασε μια αύξηση της τάξης του 10 – 15 wt% περίπου, με το Cr να παραμένει στο ίδιο ποσοστό 19.88 wt%, ενώ όλα τα υπόλοιπα κραματικά στοιχεία παρουσίασαν μείωση της περιεκτικότητας τους άλλα σε μεγαλύτερο και άλλα σε μικρότερο βαθμό, όπως φαίνεται και από την στοιχειακή ανάλυση του πίνακα . Το ποσοστό του Ni αυξάνεται σταδιακά κατά την μετάβαση από την ΘΕΖ του δοκιμίου προς το κέντρο της ζώνης τήξης, από ένα ποσοστό 55.90% wt σε ποσοστό 70.94 wt%. Αντίστοιχα στα υπόλοιπα κραματικά στοιχεία η διαβάθμιση των ποσοστών ακολουθεί αντίθετη πορεία. Κατά την μετάβαση από την ΘΕΖ προς το κέντρο της ζώνης τήξης παρατηρείται μείωση των περιεκτικότητων. Το γεγονός αυτό οφείλεται στην αραίωση που δημιουργείται από την χρήση του filler metal NC20. Καθώς το NC20 περιέχει νικέλιο σε ποσοστό 80 wt% και χρώμιο σε ποσοστό 20 wt% προκαλεί αραίωση της περιεκτικότητας των κραματικών στοιχείων του δοκιμίου 14. Το γεγονός αυτό έχει μεγάλο αντίκτυπο στην μικροδομή την οποία θα παρουσιάσει τον δοκίμιο 14 στην ζώνη τήξης και κατά συνέπεια και στις μηχανικές ιδιότητες του.

Πολύ σημαντική παρατηρείται η μείωση των ποσοστών του Al και Ti, τα οποία στην αριστερά της ζώνης τήξης του δοκιμίου 14 έχουν αθροιστική περιεκτικότητα στο 2.7 wt% από 3.6 wt% στο μέταλλο βάσης και το οποίο μειώνεται ακόμα περισσότερο στο κέντρο της ζώνης τήξης, σε ποσοστό 1.71 wt%. Αυτή η μείωση της τάξης του 1-2 wt% είναι πολύ καθοριστική για την δυνατότητα ανάπτυξης της γ' φάσης και συνεπώς και για την αντοχή και τις συνολικές μηχανικές ιδιότητες του συγκολλημένου δοκιμίου. Η ζώνη τήξης του δοκιμίου 14 έχει απογυμνωθεί από Al και Ti και συνεπώς δεν αναμένεται η παρουσία γ' φάσης.



Εικόνα 34: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (x2000) δοκιμίου 14. Παρατηρείται κατακρήμνιση καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$ (κίτρινο βελάκι), σύστασης πλούσιας σε Cr (64.99 wt%) και Mo (7.62 wt%) και πλακοειδούς μορφολογίας. Επιπλέον των καρβιδίων $M_{23}C_6$, εντοπίζεται και η παρουσία σ φάσεων (κόκκινο βελάκι), σφαιρικής ή πλακοειδούς μορφολογίας. Η σ είναι της μορφής A_2B με την θέση του A να καταλαμβάνει το Ni (56.09 wt%) και την θέση του B να καταλαμβάνει το Cr (31.75 wt%).

Πίνακας 28: Στοιχειακή ανάλυση σ φάσης (κόκκινο βέλος) στην ζώνη τήξης του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 34

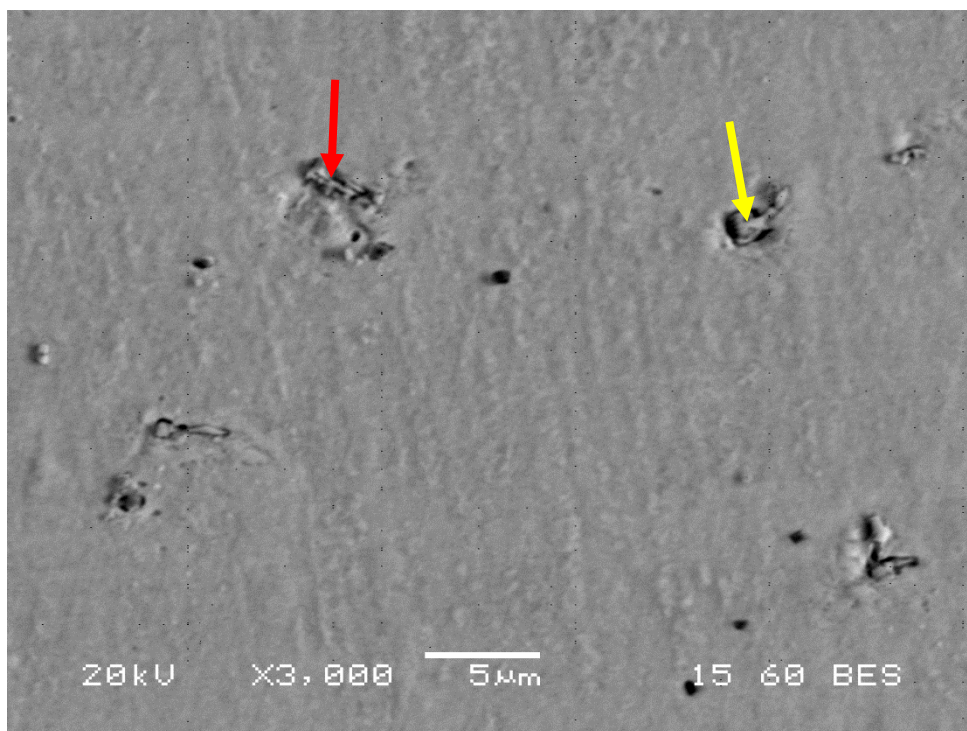
element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al
wt%	56.09	31.75	3.76	6.49	1.51	0.39
at%	54.79	35.02	3.66	3.88	1.81	0.83

Πίνακας 29: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου τύπου $M_{23}C_6$ (κίτρινο βέλος) στην ζώνη τήξης του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 34

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti
wt%	24.12	64.99	1.79	7.62	1.47
at%	22.81	69.39	1.69	4.41	1.70

Όπως φαίνεται στις μικρογραφίες από την ζώνη τήξης του δοκιμίου 14, είναι εμφανής η παρουσία καρβιδίων, τύπου $M_{23}C_6$ αλλά και φάσεων σ. Από τις στοιχειακές αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στις φάσεις αυτές προέκυψε ότι τα $M_{23}C_6$ καρβίδια, είναι πλούσια σε χρώμιο, σε ποσοστά της τάξης του 60 wt% και σε μικρότερο βαθμό σε Mo, σε ποσοστά της

τάξης του 8 wt%. Έντονη είναι και η παρουσία της ψαθυροποιητικής φάσης σ (Ni_2Cr). Η σ φάση έχει γενικό τύπο A_xB_y και σφαιρικό ή πλακοειδές σχήμα με την θέση του A να καταλαμβάνει το Ni(56.09 wt%) και την θέση του B να καταλαμβάνει το Cr(31.75 wt%) . Χαρακτηριστικό της σ φάσης αποτελεί το γεγονός ότι φυτρώνει κοντά ή/και δίπλα με τα M_{23}C_6 καρβίδια, λόγω του παρόμοιου συστήματος κρυστάλλωσης που έχουν, γεγονός το οποίο παρατηρείται κατά την μελέτη με την ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης. Τα M_{23}C_6 κρυσταλλώνονται στο fcc σύστημα με $a_0= 1.050\text{-}1.070$, ενώ η σ φάση κρυσταλλώνεται στο τετραγωνικό σύστημα με $a_0= 0.880\text{-}0.910$. [1], [60], [63], [86], [90], [96],



Εικόνα 35: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Σάρωσης οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (x3000) δοκιμίου 14. Παρατηρείται κατακρήμνιση φάσης Laves(κίτρινο βελάκι), και σ φάσης(κόκκινο βελάκι), πλακοειδούς μορφολογίας. Η σ είναι της μορφής A_2B με Ni (58.54 wt%) Cr (28.07 wt%).

Στην ζώνη τήξης παρατηρείται κατακρήμνιση καρβιδίων M_{23}C_6 , πλακοειδούς μορφολογίας και εμπλουτισμένα σε Cr και Mo. Η κατακρήμνιση των καρβιδίων εντοπίζεται κατά μήκος των ορίων των κόκκων.

Πίνακας 30: Στοιχειακή ανάλυση σ φάσης(κόκκινο βέλος) στην ζώνη τήξης του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 35

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti
wt%	58.54	28.07	3.41	7.79	2.18
at%	57.92	31.35	3.37	4.72	2.65

Πίνακας 31: Στοιχειακή ανάλυση Laves φάσης(κίτρινο βελάκι) στην ζώνη τήξης του συγκολλημένου δοκιμίου 14, στην εικόνα 35

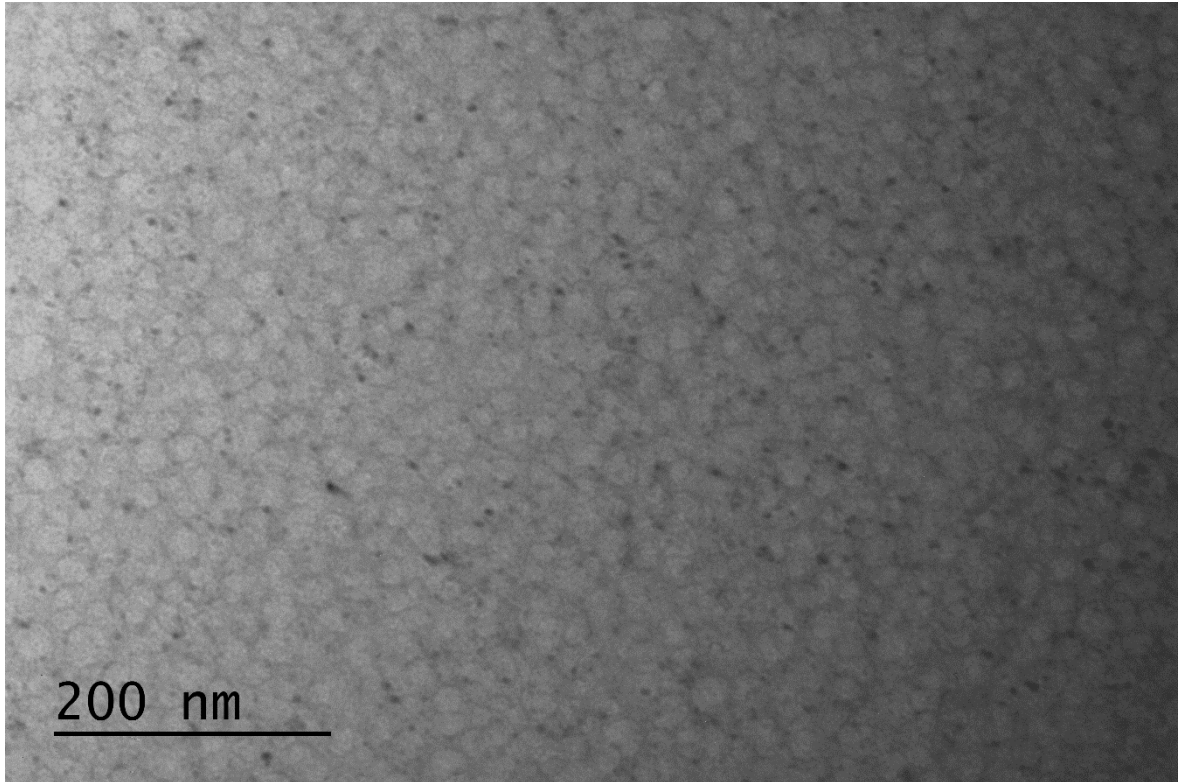
element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti
wt%	13.29	24.47	1.36	35.67	25.22
at%	13.99	29.08	1.42	22.97	32.54

Όπως και στην ΘΕΖ του δοκιμίου 14, έτσι και στην ζώνη τήξης υπάρχει παρουσία φάσεων Laves . Οι Laves είναι ιδιαίτερα ψαθυροποιητικές φάσεις και απογυμνώνουν την μήτρα, από κραματικά στοιχεία τα οποία συνήθως σχηματίζουν στερεό διάλυμα αντικατάστασης . Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την μείωση της αντοχής του υλικού και τον υποβιβασμό των μηχανικών ιδιοτήτων.

3.2 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων

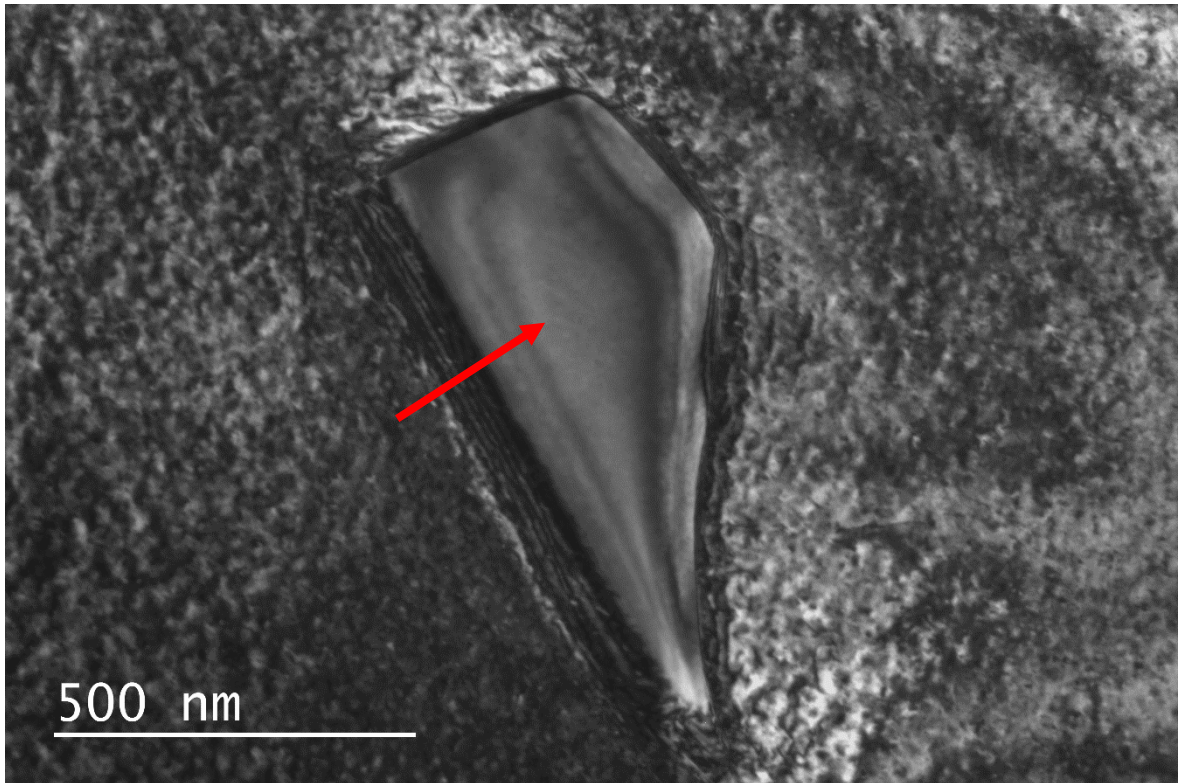
Σε συνέχεια της μελέτης των συγκολλημένων δοκιμίων, μέσω SEM, ακολούθησε περαιτέρω μελέτη σε βάθος, μέσω μελέτης των δοκιμίων με μεθόδους Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων(TEM). Η μικροδομή εξετάστηκε από την σκοπιά της νανοκλίμακας και παρακάτω παρατίθενται οι αντίστοιχες μικρογραφίες και οι στοιχειακές χημικές αναλύσεις.

3.2.1 Δοκίμιο 11



Εικόνα 36: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων, δοκιμίου 11. Παρατηρείται η εμφάνιση της γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$] στην μήτρα του δοκιμίου 11. Η γ' έχει σφαιρική μορφολογία και μέγεθος 20 nm.

Όπως φαίνεται από τις μικρογραφίες που έχουν ληφθεί μέσω της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων (TEM), στην ζώνη τήξης του δοκιμίου 11, παρατηρείται η ομοιόμορφη διασπορά εντός της μητρικής φάσης γ , της ενδομεταλλικής ένωσης γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$]. Η γ' παρουσιάζει μια σφαιρική μορφολογία και έχει μέγεθος 20nm περίπου. Το μέγεθος της γ' έρχεται σε συμφωνία με το μέγεθος που περιγράφεται στο datasheet της Haynes International κατόπιν της Standard Full Heat Treatment και έχει παρατηρηθεί σε πειράματα και δημοσιεύσεις για το Haynes 282. Η γ' είναι ομοιόμορφα κατανομημένη σε όλον τον όγκο τού δοκιμίου και αποτελεί την κύρια φάση στην οποία οφείλονται οι εξαιρετικές ιδιότητες του Haynes 282.



Εικόνα 37: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 11. Παρατηρείται η κατακρήμνιση καρβιδίου τύπου MC κυβικής-πλακοειδούς μορφολογίας, εμπλουτισμένο σε Ti (32.16% wt) και Mo (44.31% wt).

Όπως παρατηρήθηκε και κατά την μελέτη με Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης, έτσι και κατά την μελέτη με την Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων, παρατηρούνται καρβίδια τύπου MC, κυβοειδούς-πλακοειδούς μορφολογίας, εμπλουτισμένα σε Ti και Mo. Ο χώρος γύρω από τα καρβίδια παρατηρείται να έχει υποστεί παραμόρφωση, η οποία γίνεται αντιληπτή από τις συνεχείς επάλληλες γραμμές γύρω από το καρβίδιο. Η παραμόρφωση αυτή οφείλεται στα διαφορετικά συστήματα κρυστάλλωσης που έχουν το MC καρβίδιο (*cubic*) με την μητρική δομή (*fcc*) και στην μη καλή συναρμογή μεταξύ τους.

Πίνακας 32: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου MC στην εικόνα 37

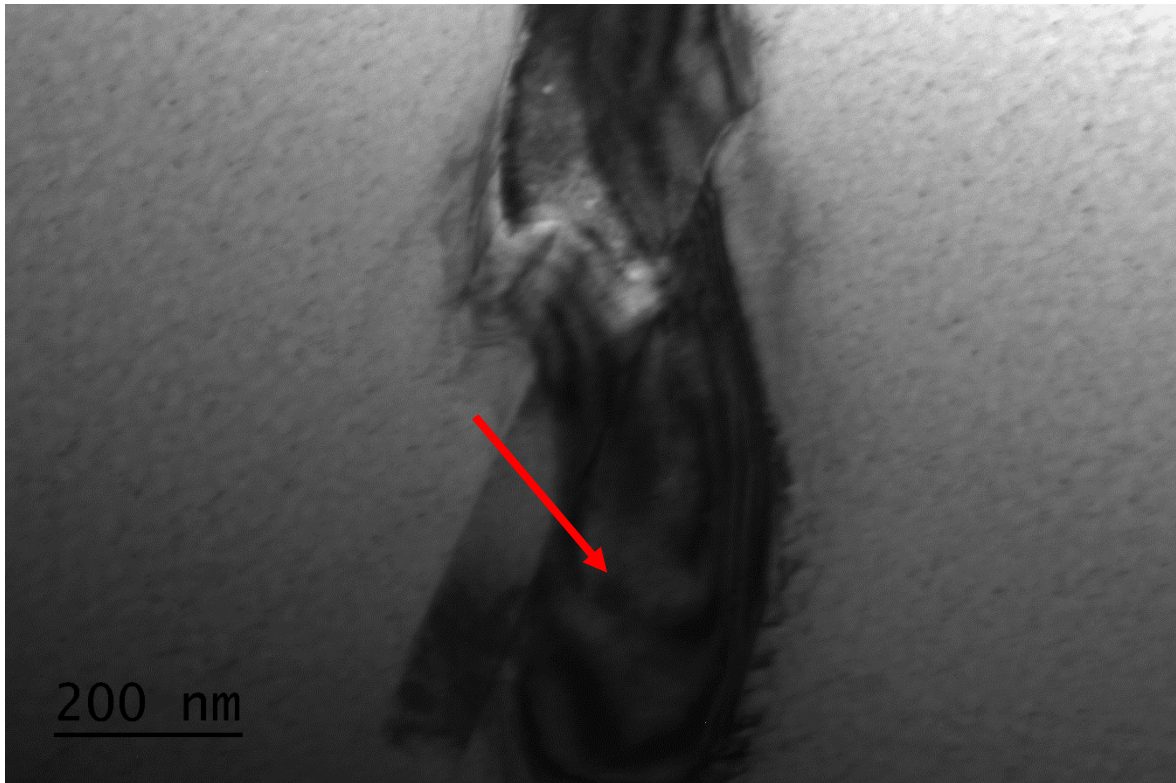
element	Ni	Cr	C	Mo	Ti
wt%	0.91	4.02	18.60	44.31	32.16
at%	0.56	2.79	55.82	16.64	24.19



Εικόνα 38: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση καρβιδίου τύπου MC, εμπλουτισμένο σε Ti (38.36% wt) και Mo (49.39% wt). Όπως φαίνεται και στην εικόνα β, ή οποία αποτελεί συνέχεια της α, το καρβίδιο έχει μορφολογία (script-like).

Πίνακας 33: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου MC, στην εικόνα 38

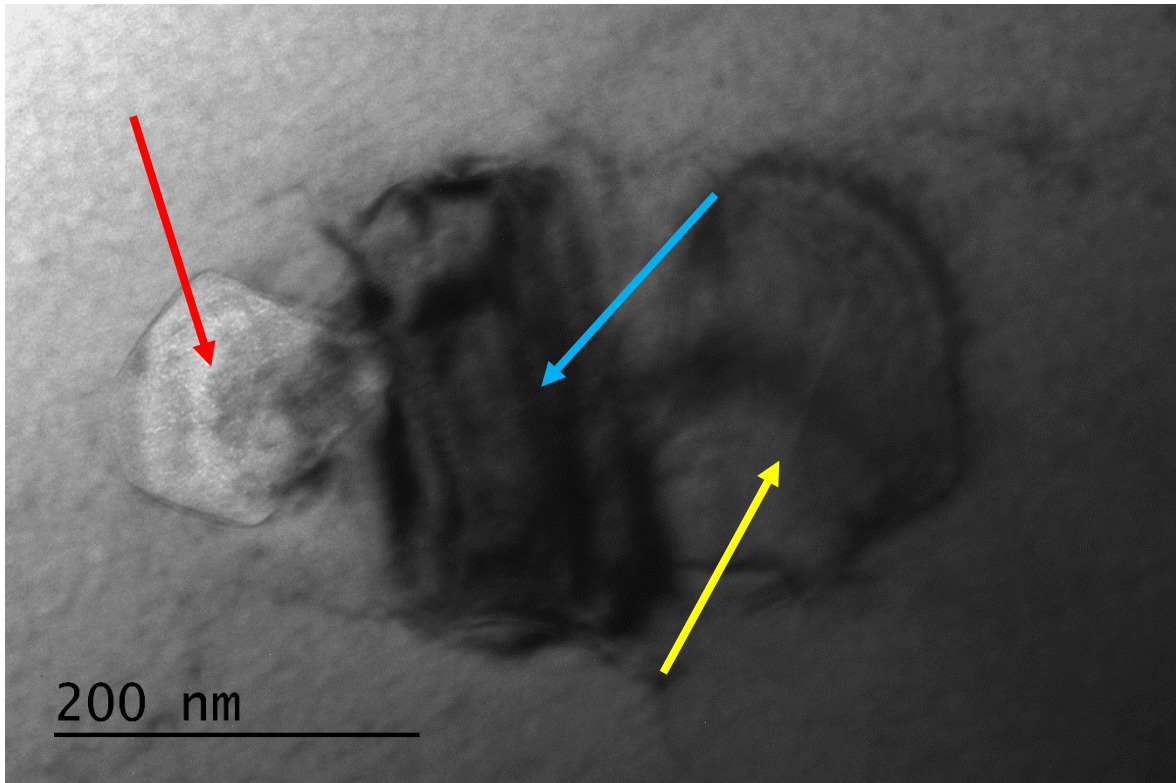
element	Cr	C	Mo	Ti
wt%	5.57	6.68	49.39	38.36
at%	5.41	28.11	26.01	40.47



Εικόνα 39: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14, σε συνέχεια της προηγούμενης εικόνας. Παρατηρείται η κατακρήμνιση φάσης Laves, δίπλα από το MC καρβίδιο, εμπλουτισμένη σε Cr (17.07% wt), Ni (36.73% wt), Ti (17.97% wt), Mo (18.61% wt)

Πίνακας 34: Στοιχειακή ανάλυση φάσης Laves, στην εικόνα 39

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe
wt%	36.72	17.07	7.59	18.61	17.97	0.60	1.44
at%	36.82	19.31	7.57	11.41	22.07	1.31	1.51



Εικόνα 40: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η εμφάνιση συστοιχίας σωματιδίων. Από αριστερά προς τα δεξιά εμφανίζονται, σουλφίδιο του μαγνησίου MgS (κόκκινο βέλος), φάση πλούσια σε Ni (29.34%wt), Cr (13.92%wt), Co (8.72%wt), Mo(25.75%wt), Ti (19.66%wt), η οποία πιθανότατα παραπέμπει σε Laves(κίτρινο βέλος) και φάση πλούσια σε Ni (50.21%wt),Cr (22.78%wt), Co (10.05%wt), Mo (11.31%wt) η οποία πιθανότατα παραπέμπει σε σ φάση (γαλάζιο βέλος).

Πίνακας 35: Στοιχειακή ανάλυση φάσης MgS (κόκκινο βέλος), στην εικόνα 40

element	Ni	Cr	Co	Mg	S	Ti	Fe	O
wt%	41.52	17.82	8.72	10.23	16.84	2.22	1.66	0.98
at%	31.00	15.02	6.49	18.45	23.02	2.03	1.30	2.69

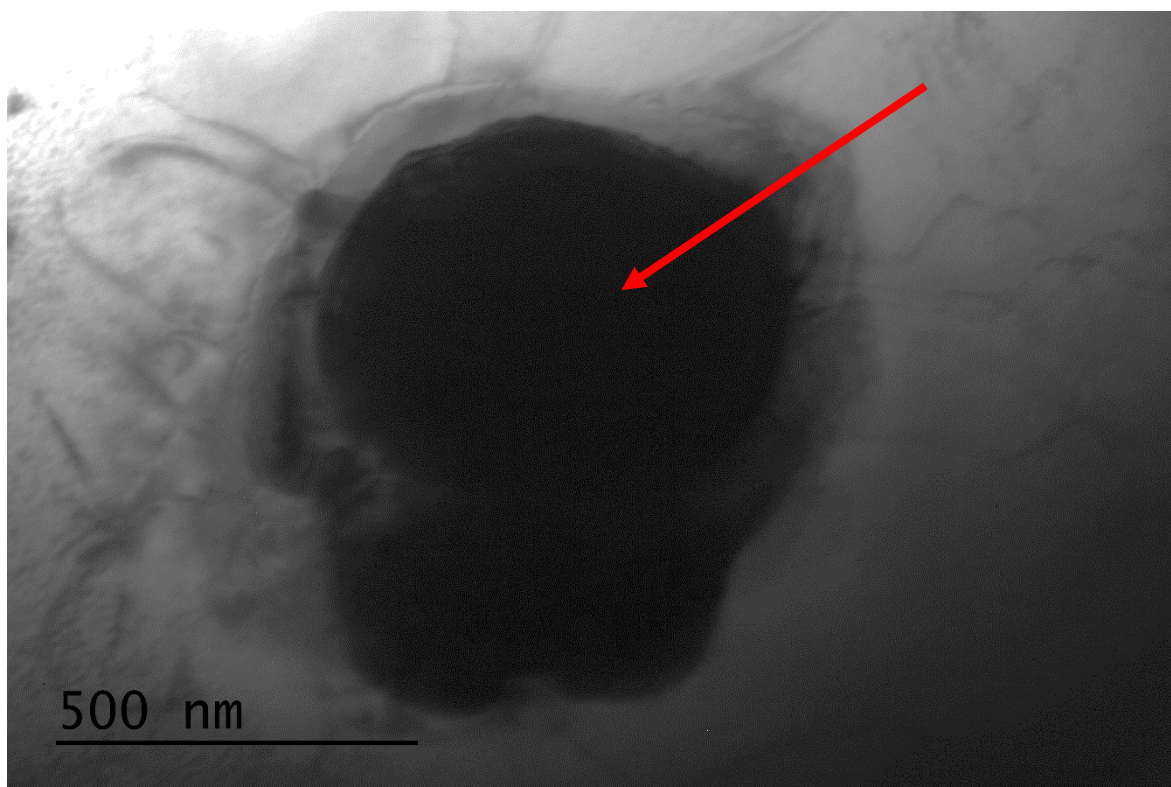
Πίνακας 36: Στοιχειακή ανάλυση φάσης Laves (κίτρινο βέλος), στην εικόνα 40

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Zr	Fe
wt%	29.34	13.92	6.42	25.75	19.66	0.48	3.04	1.39
at%	30.63	16.41	6.68	16.45	25.17	1.08	2.05	1.52

Πίνακας 37: Στοιχειακή ανάλυση φάσης σ (γαλάζιο βέλος), στην εικόνα 40

element	Ni	Cr	Co	Mo	Mg	Ti	Fe	Al
wt%	50.21	22.78	10.05	11.31	0.49	1.85	2.48	0.83
at%	49.84	25.54	9.94	6.87	1.18	2.25	2.58	1.79

Η παρουσία του Mg οφείλεται στην ύπαρξη οξειδίων του μαγνησίου, τα οποία προκύπτουν από τις διεργασίες τήξης και χύτευσης και συγκεκριμένα λόγω των καλουπιών στα οποία πραγματοποιείται η χύτευση και είναι κατασκευασμένα από μαγνησίο. [67] Το θείο γενικά δεν αναμένεται στη σύσταση των υπερκραμάτων και ίσως προέκυψε λόγω επιμόλυνσης του τήγματος κατά την συγκόλληση.

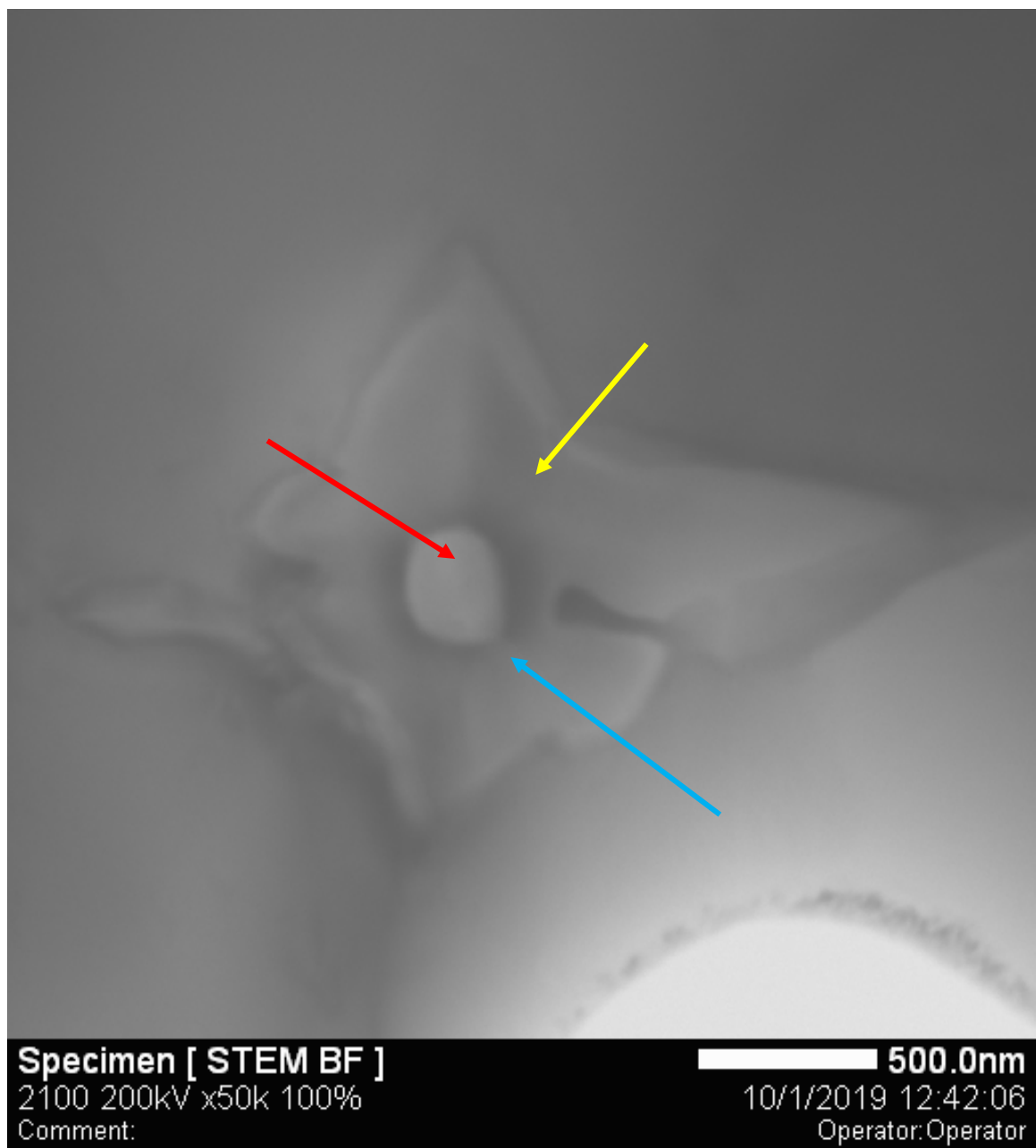


Εικόνα 41: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 11. Παρατηρείται η κατακρήμνιση φάσης Laves, εμπλουτισμένη σε Mo (39.65%wt), Ni (24.37%wt) και Cr (22.55%wt) και Co (10.21% wt). Η Laves έχει τύπο της μορφής $(Ni,Cr)_2Mo$ και έχει χαρακτηριστική σφαιρική μορφολογία.

Πίνακας 38: Στοιχειακή ανάλυση φάσης Laves, στην εικόνα 41

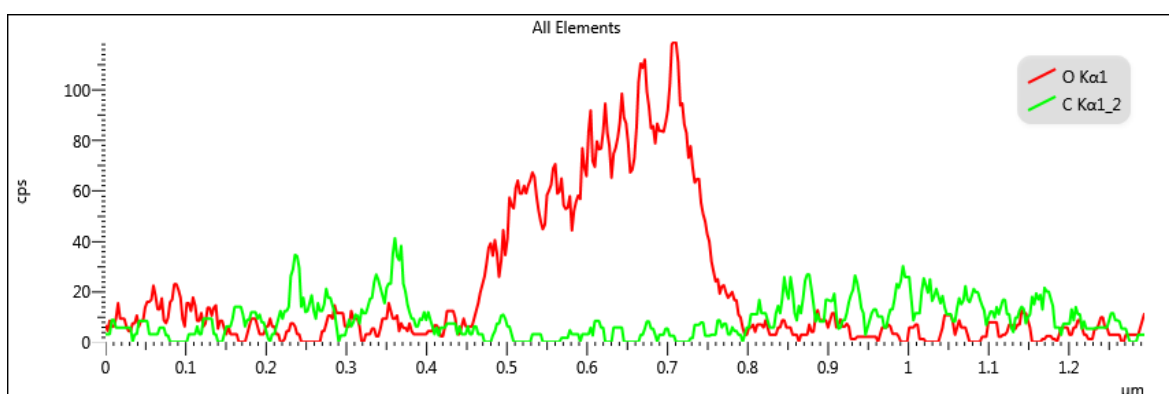
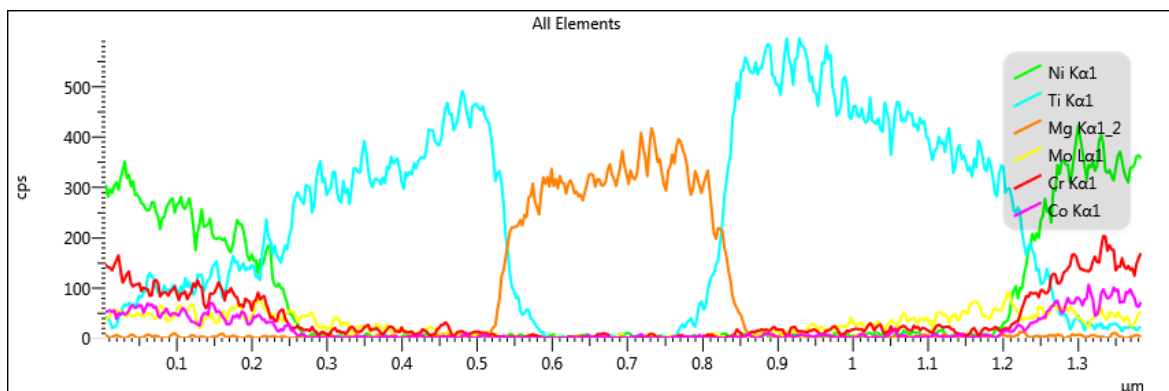
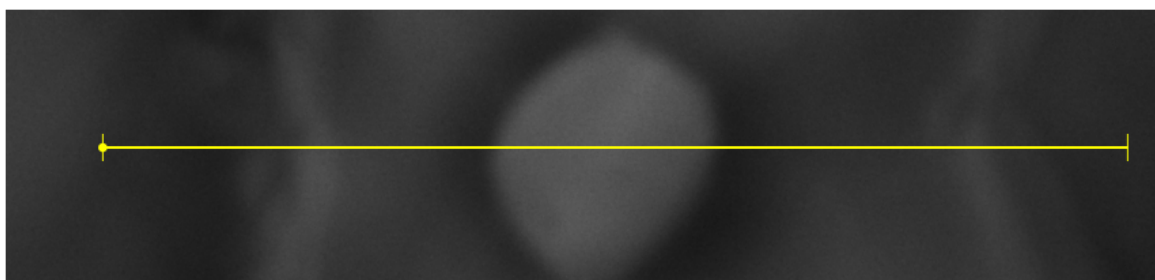
element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Si	Fe	C
wt%	24.37	22.55	10.21	39.65	0.81	0.55	1.37	0.49
at%	27.00	28.21	11.27	26.88	1.10	1.28	1.59	2.66

Η παρουσία των Laves παρατηρείται και κατά την μελέτη με ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης. Η περιεκτικότητα των Laves σε κύρια κραματικά στοιχεία, όπως Ni, Cr και Mo αποκαλύπτεται κατά την στοιχειακή ανάλυση και συμφωνεί με όσα έχουν παρατηρηθεί και στις προηγούμενες στοιχειακές αναλύσεις κατά την μελέτη με SEM.



Εικόνα 42: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 11. Παρατηρείται η εμφάνιση οξειδίου του μαγνησίου(κόκκινο βέλος) και γύρω από το οξείδιο η ανάπτυξη νιτριδίου του τιτανίου(κίτρινο βέλος). Στην διεπιφάνεια επαφής με το νιτρίδιο παρατηρείται η ανάπτυξη καρβιδίου τύπου MC(γαλάζιο βέλος).

Στην συνέχεια της μελέτης με TEM πέρα από τις ως τώρα μικροδομές οι οποίες έχουν εντοπιστεί, παρατηρείται και η εμφάνιση οξειδίου του μαγνησίου. Το οξείδιο έχει σφαιρική μορφολογία και αποτελεί τον πυρήνα για ετερογενή φύτευση του νιτριδίου TiN γύρω από αυτό. Στη διεπιφάνεια επαφής με το TiN παρατηρείται η ανάπτυξη καρβιδίου (Ti,Mo)C, όπως έχει παρατηρηθεί άλλωστε στις περισσότερες περιπτώσεις της ως τώρα μελέτης.



Εικόνα 43: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 11. Παρατίθεται η γραμμική στοιχειακή ανάλυση (STEM-EDS linescan), όπου απεικονίζεται η αλλαγή στη σύσταση κατά τη μετάβαση από το ένα κατακρήμνισμα στο άλλο και επιβεβαιώνεται η εμφάνιση του οξειδίου του μαγνησίου και του MC καρβιδίου

Από την γραμμική στοιχειακή ανάλυση που πραγματοποιήθηκε φαίνεται η διαβάθμιση των στοιχείων από τα αριστερά προς τα δεξιά, όπου και επιβεβαιώνεται η παρουσία των φάσεων που προαναφέρθηκαν.

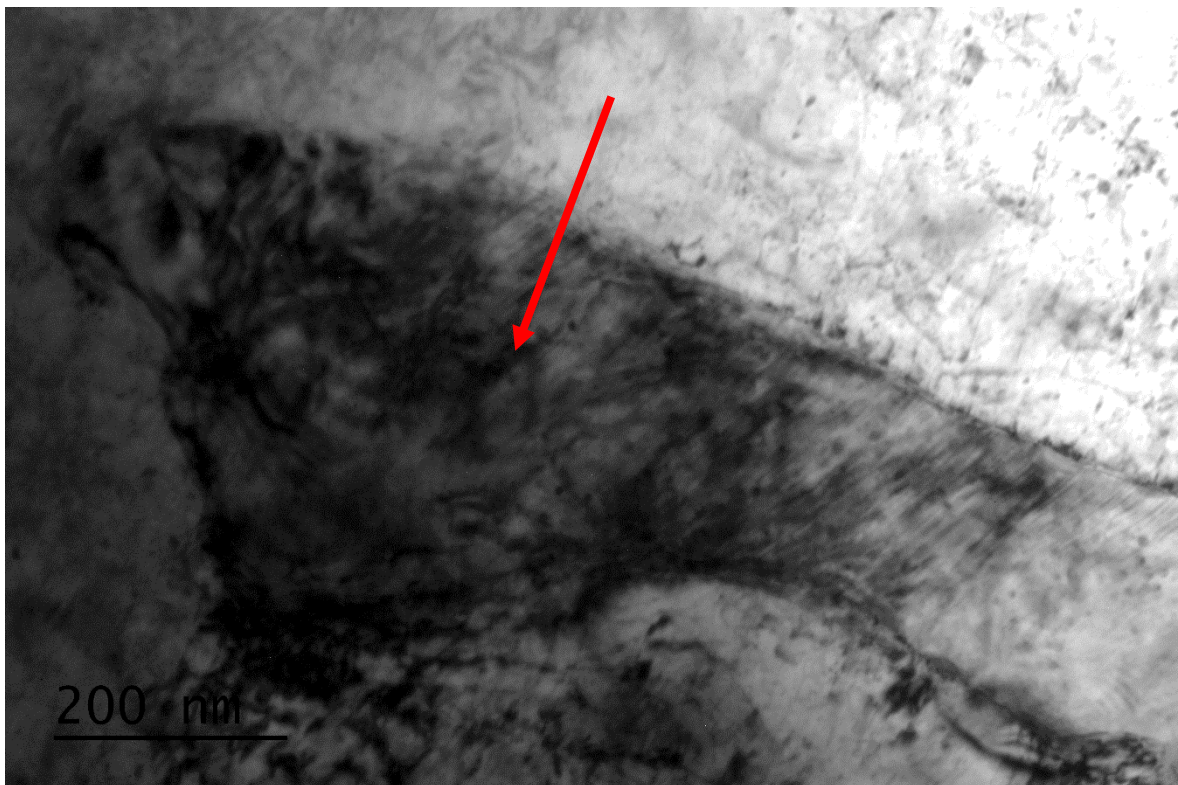
Η παρουσία του οξειδίου του μαγνησίου, παρόλο που το μαγνήσιο σαν στοιχείο δεν παρατηρείται στην στοιχειακή ανάλυση του Haynes 282, πιθανότατα οφείλεται στην διαδικασία παραγωγής των υπερκραμάτων. Κατά την διαδικασία παραγωγής τους, με την διαδικασία τήξης και χύτευσης υπό κενό, τα υπερκράματα χυτεύονται σε καλούπια

κατασκευασμένα από MgO ή/και CaO. Συνεπώς η επιμόλυνση του τήγματος με κάποιο οξείδιο Mg ή/και Ca είναι πιθανή. [67]

Το άζωτο είναι ένα στοιχείο το οποίο βρίσκεται σε αφθονία στον ατμοσφαιρικό αέρα. Κατά την διαδικασία τήξης και χύτευσης υπό κενό, του Haynes 282, είναι δυνατό να έγινε προσρόφηση του στο τήγμα λόγω μη δημιουργίας αποτελεσματικού κενού κατά την διαδικασία.

3.2.2 Δοκίμιο 14

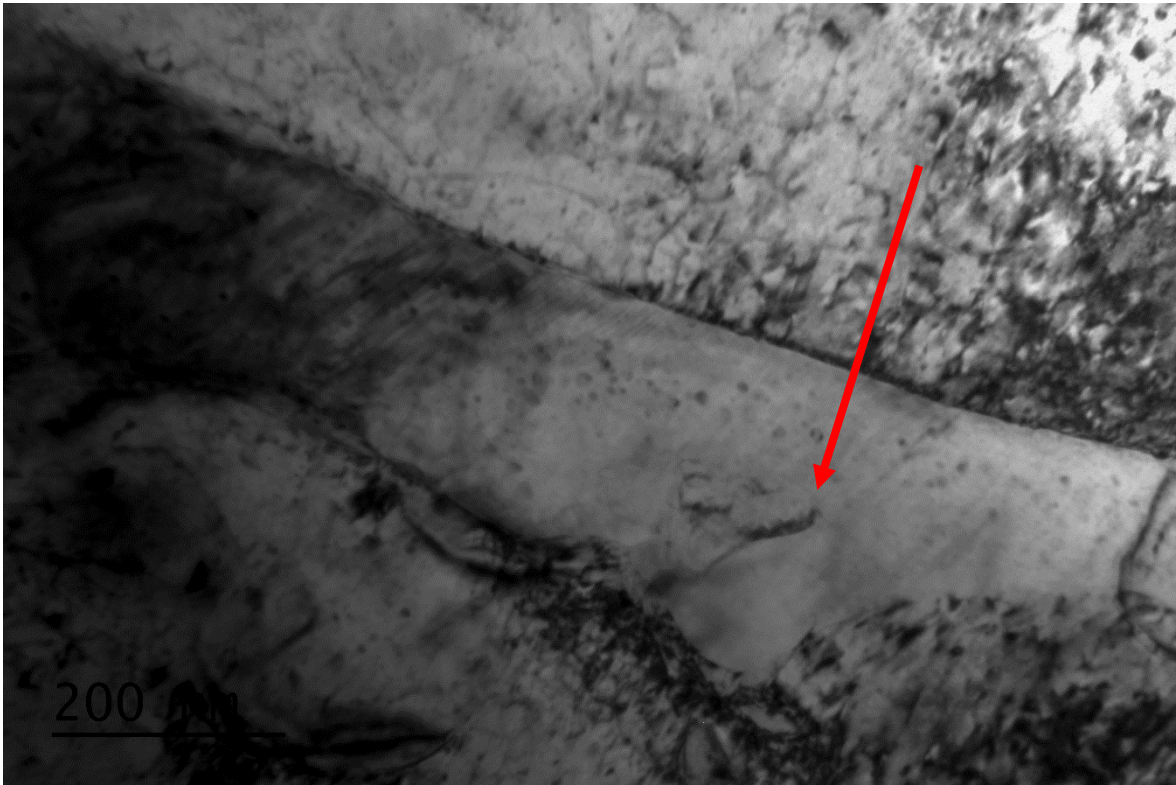
Ο βαθμός αραίωσης που προσδίδει στο δοκίμιο 14, η συγκόλληση με το NC20, δεν καθιστά εφικτή την κατακρήμνιση της γ' φάσης, η οποία και θα προσέδιδε την απαιτούμενη αντοχή στον δοκίμιο. Αυτό διαπιστώνεται και κατά την μελέτη του δοκιμίου 14 με TEM όπου δεν παρατηρείται σε κανένα σημείο η κατακρήμνιση γ' φάσης.



Εικόνα 44: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται κατακρήμνιση καρβιδίου τύπου M23C6 εμπλουτισμένο σε Cr(69.03% wt) και Mo(22.70% wt) και πλακοειδούς μορφολογίας.

Πίνακας 39: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου M23C6, στην εικόνα 44

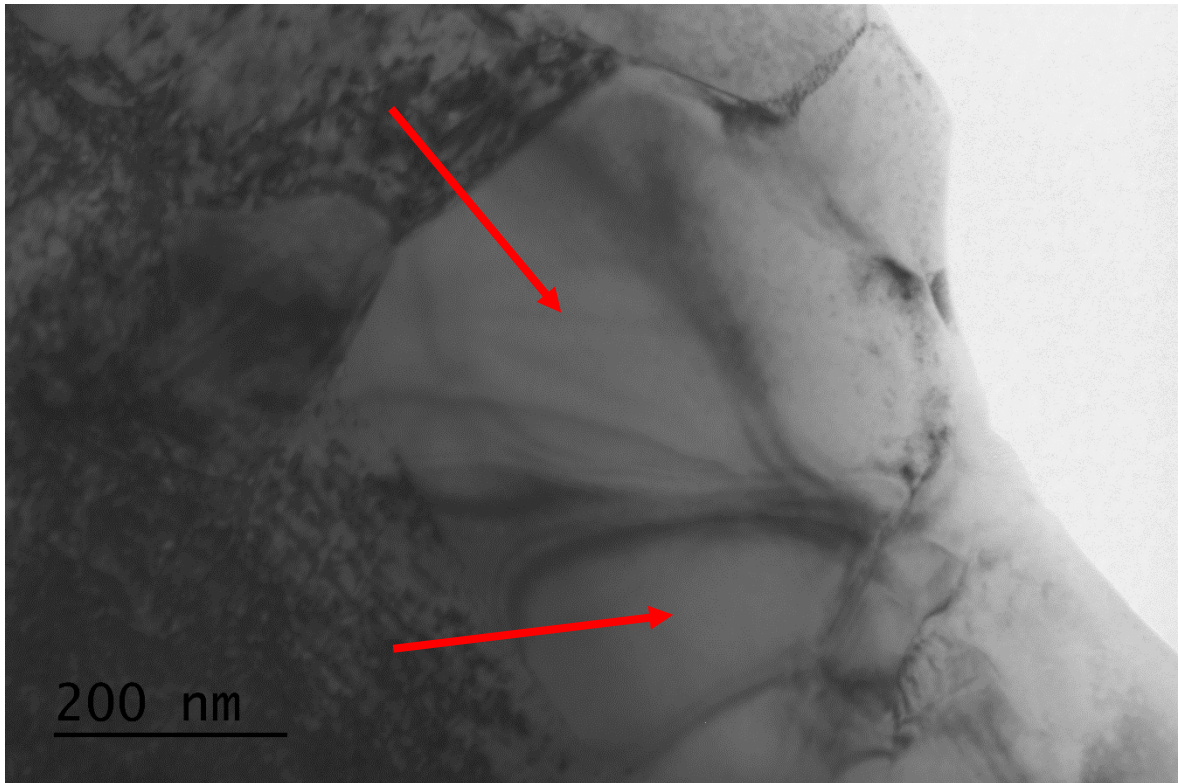
element	Ni	Cr	C	Mo	Ti	Co
wt%	2.91	69.03	4.15	22.70	0.58	0.64
at%	2.51	66.99	17.42	11.94	1.10	0.55



Εικόνα 45: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Συνέχεια της εικόνας 44. Παρατηρείται κατακρήμνιση καρβιδίου τύπου M23C6 εμπλουτισμένο σε Cr (65.98% wt) και Mo (21.98% wt) και πλακοειδούς μορφολογίας

Πίνακας 40: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου M23C6, στην εικόνα 45

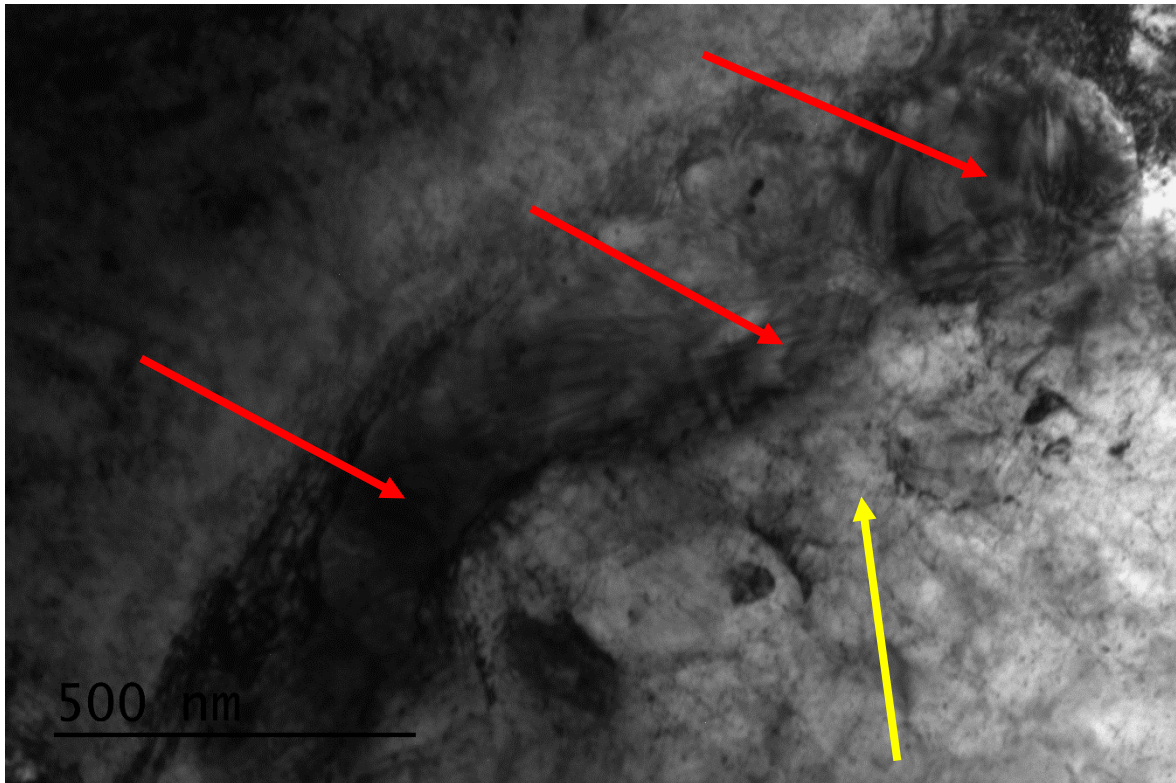
element	Ni	Cr	C	Mo	Co	Ti	Mg
wt%	5.10	65.98	5.33	21.98	0.48	0.51	0.62
at%	4.19	61.21	21.41	11.05	0.40	0.51	1.22



Εικόνα 46: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση συστοιχίας καρβιδίων $M_{23}C_6$ εμπλουτισμένα σε Cr (61.76% wt) και Mo (27.44% wt). Ο τρόπος αυτός κατακρήμνισης είναι χαρακτηριστικός των $M_{23}C_6$ καρβιδίων.

Πίνακας 41: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου $M_{23}C_6$, στην εικόνα 46

element	Ni	Cr	C	Mo	Co	Ti
wt%	1.42	61.76	8.19	27.44	0.46	0.72
at%	1.10	53.92	30.96	12.98	0.35	0.69



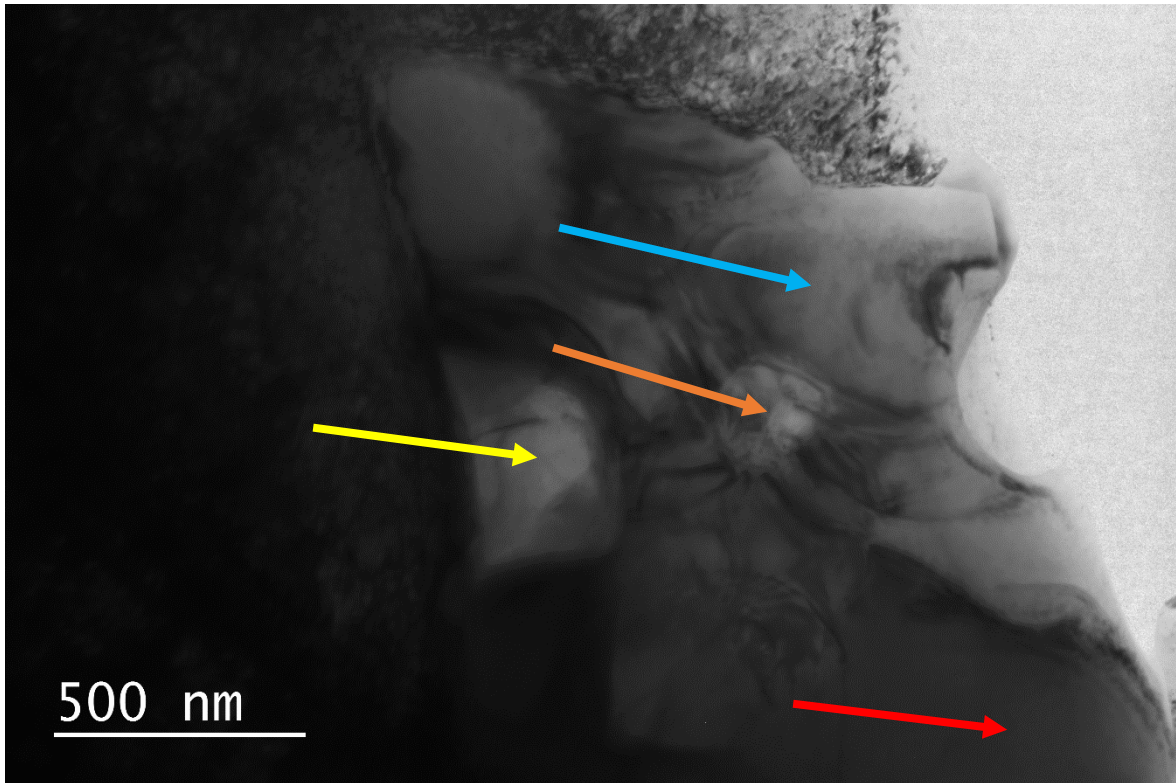
Εικόνα 47: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση συστοιχίας $M_{23}C_6$ καρβιδίων. Δίπλα στα καρβίδια επιπλέον παρατηρείται κατακρήμνιση φάσης (κίτρινο βέλος) πλούσια σε Ni (48.56% wt) και Cr (38.26% wt), η οποία παραπέμπει πιθανότατα σε σ φάση με στοιχειομετρικό τύπο NiCr.

Πίνακας 42: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου $M_{23}C_6$ (κόκκινο βελάκι), στην εικόνα 47

element	Ni	Cr	C	Mo	Co	Ti
wt%	24.79	53.45	3.26	15.71	1.89	0.90
at%	21.80	53.09	14.02	8.46	1.65	0.98

Πίνακας 43: Στοιχειακή ανάλυση φάσης κάτω από τα $M_{23}C_6$ καρβίδια (κίτρινο βελάκι), η οποία παραπέμπει πιθανότατα σε σ φάση με στοιχειομετρικό τύπο NiCr στην εικόνα 47

element	Ni	Cr	C	Mo	Co	Ti	Fe
wt%	48.56	38.26	0.98	7.29	3.38	0.91	0.61
at%	45.75	40.70	4.51	4.20	3.18	1.05	0.61



Εικόνα 48: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση διαφορών σωματιδίων στην συγκεκριμένη περιοχή του υπό εξέταση δοκιμίου. Από κάτω προς τα πάνω υπάρχει η εμφάνιση καρβιδίου MC (κόκκινο βέλος), εμπλουτισμένο σε Ti(32.38% wt) και Mo(45.13% wt), σουλφιδίου του μαγνησίου (κίτρινο βέλος) με Mg (51.36% wt) και S (16.84% wt), οξείδιο του μαγνησίου (πορτοκαλί βέλος) με Mg (42.30%wt) και O (19.33% wt) και ακριβώς δίπλα από το οξείδιο παρατηρείται η ετερογενής φύτρωση νιτριδίου του τιτανίου (γαλάζιο βέλος) TiN με Ti (67.08% wt) και N (14.06% wt).

Πίνακας 44: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου MC(κόκκινο βέλος), στην εικόνα 48

element	Ni	Cr	C	Mo	Ti
wt%	2.11	12.70	7.34	45.13	32.38
at%	1.76	11.96	29.89	23.02	33.08

Πίνακας 45: Στοιχειακή ανάλυση MgS(κίτρινο βέλος), στην εικόνα 48

element	Ni	Cr	Ti	Mg	S	O	Se
wt%	1.95	0.76	0.99	37.70	51.36	1.30	5.95
at%	0.98	0.43	0.61	45.92	47.43	2.40	2.23

Πίνακας 46: Στοιχειακή ανάλυση νιτριδίου TiN(γαλάζιο βέλος), στην εικόνα 49

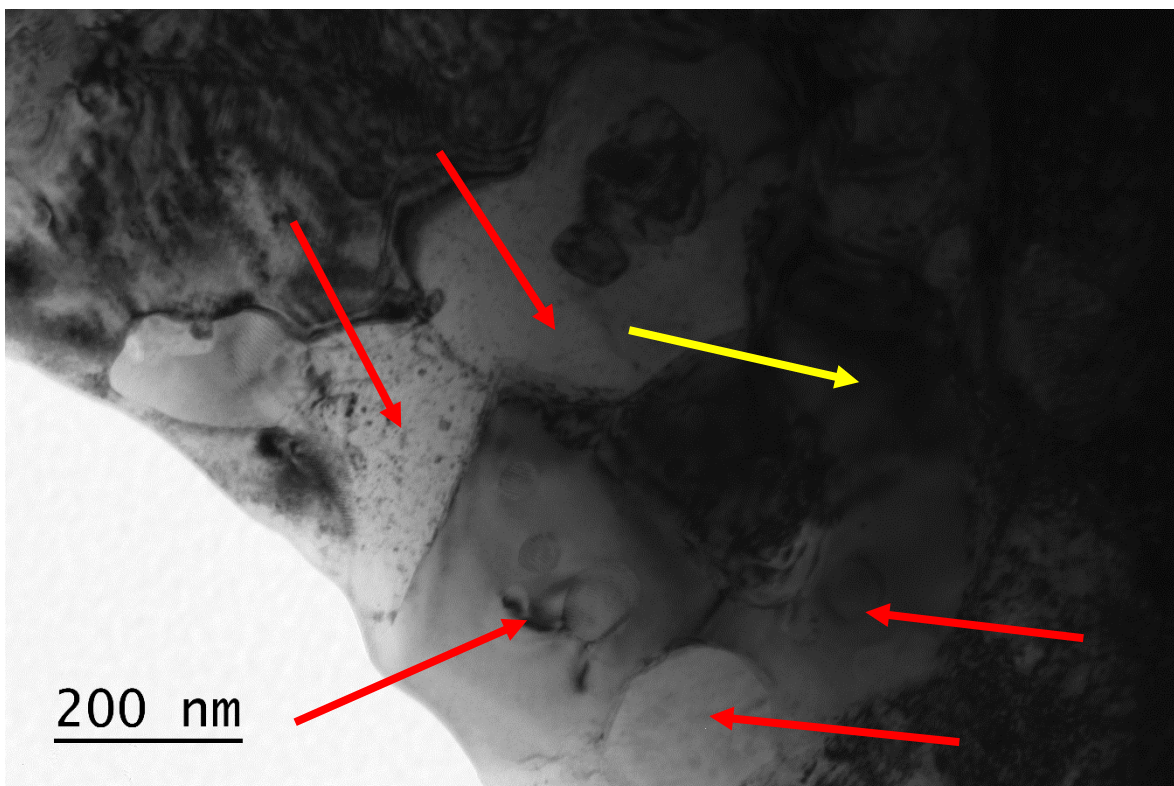
element	N	Cr	C	Mo	Ti	Ni
wt%	14.06	6.80	3.87	5.98	67.08	2.21
at%	33.95	4.42	10.91	2.11	47.35	1.26

Πίνακας 47: Στοιχειακή ανάλυση οξειδίου του μαγνησίου MgO(πορτοκαλί βέλος), στην εικόνα 48

element	Ni	Cr	Ti	Mg	O
wt%	2.21	2.60	33.09	42.30	19.33
at%	1.01	1.34	18.50	46.54	32.32

Παρόλο που κατά την μελέτη με ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, δεν παρατηρήθηκαν άλλα καρβίδια στην ζώνη τήξης, πέρα από τα $M_{23}C_6$, κατά την μελέτη του δοκιμίου με ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης, παρατηρείται η κατακρήμνιση καρβιδίων τύπου MC, τα οποία είναι εμπλουτισμένα σε Ti και Mo.

Επιπλέον μπορεί να παρατηρηθεί η εμφάνιση σουλφιδίου του μαγνησίου MgS. Η παρουσία του Mg οφείλεται στην ύπαρξη οξειδίων του μαγνησίου, τα οποία προκύπτουν από τις διεργασίες τήξης και χύτευσης και συγκεκριμένα λόγω των καλουπιών στα οποία πραγματοποιείται η χύτευση και είναι κατασκευασμένα από μαγνησίο. Το θείο γενικά δεν αναμένεται στη σύσταση των υπερκραμάτων και ίσως προέκυψε λόγω επιμόλυνσης του τήγματος κατά την συγκόλληση.



Εικόνα 49: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$ (κόκκινο βέλος) εμπλουτισμένα σε Cr (60.65%wt) και Mo

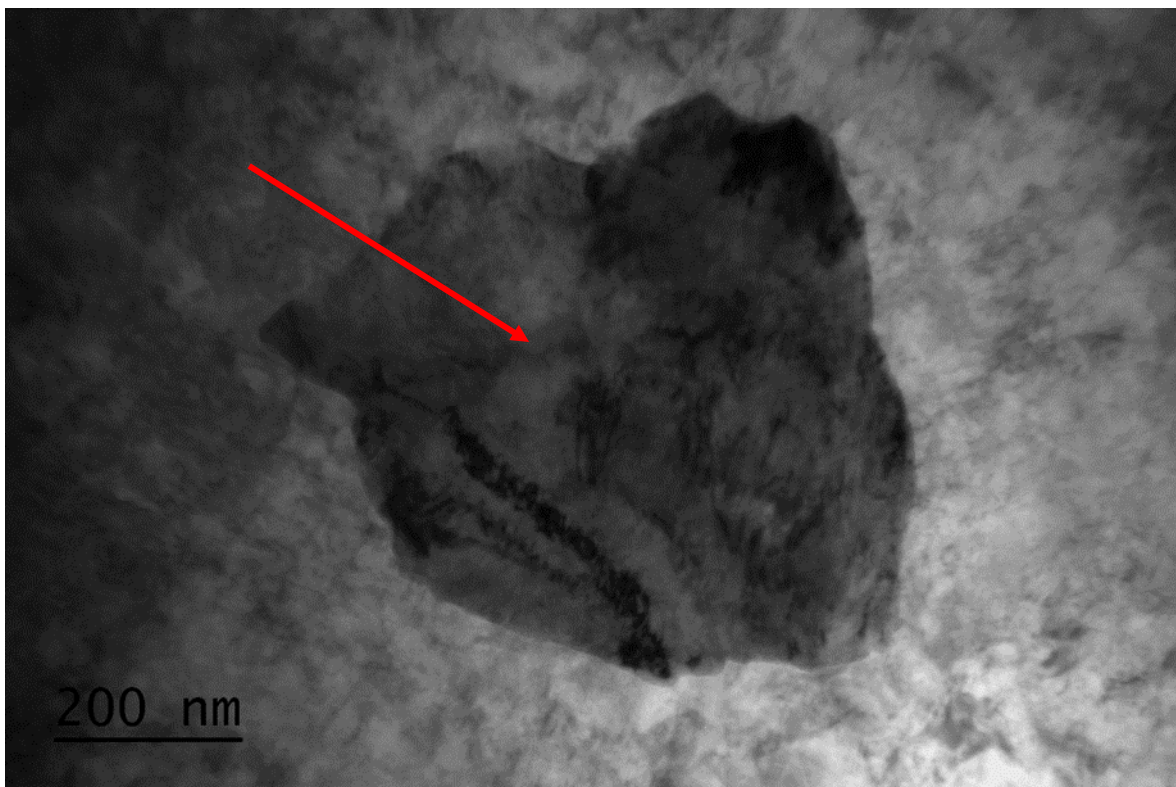
(20.84%wt) δίπλα σε αυτά η κατακρήμνιση σ φάσης(κίτρινο βέλος) εμπλουτισμένης σε Ni(59.01%wt) και Cr (27.15%wt).

Πίνακας 48: Στοιχειακή ανάλυση σ φάσης (κίτρινο βέλος), στην εικόνα 49

element	Ni	Cr	Co	Mo	C
wt%	59.01	27.15	4.10	6.29	3.45
at%	51.56	26.78	3.57	3.36	14.72

Πίνακας 49: Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίου M23C6 (κόκκινο βέλος), στην εικόνα 49

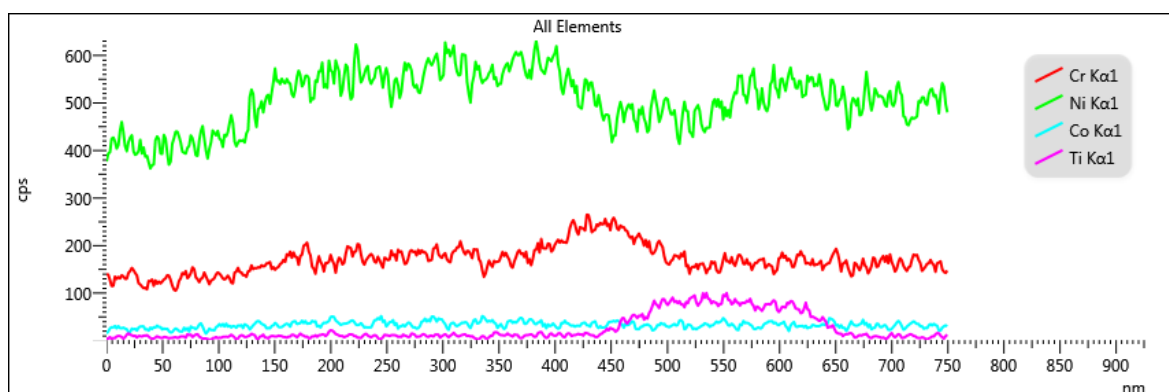
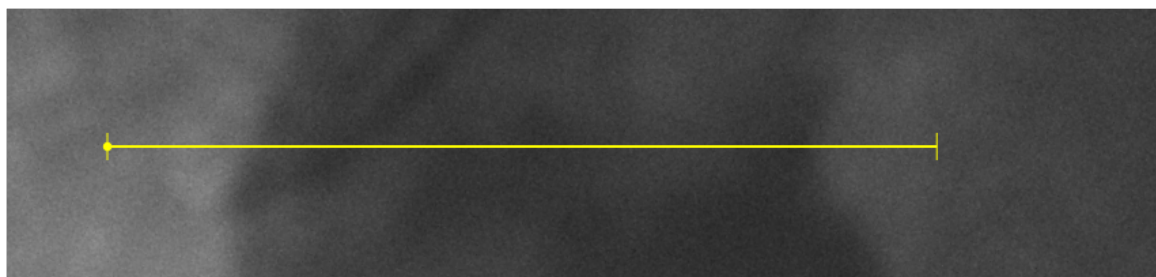
element	Ni	Cr	Co	Mo	C
wt%	10.09	60.65	1.64	20.84	6.78
at%	8.00	54.31	1.30	10.11	26.29



Εικόνα 50: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση σ φάσης με υψηλή περιεκτικότητα σε Ni (59.29%wt) και Cr (23.74%wt). Η σ φάση φαίνεται πως έχει σφαιρική προς πλακοειδή μορφολογία μεγέθους 400nm.

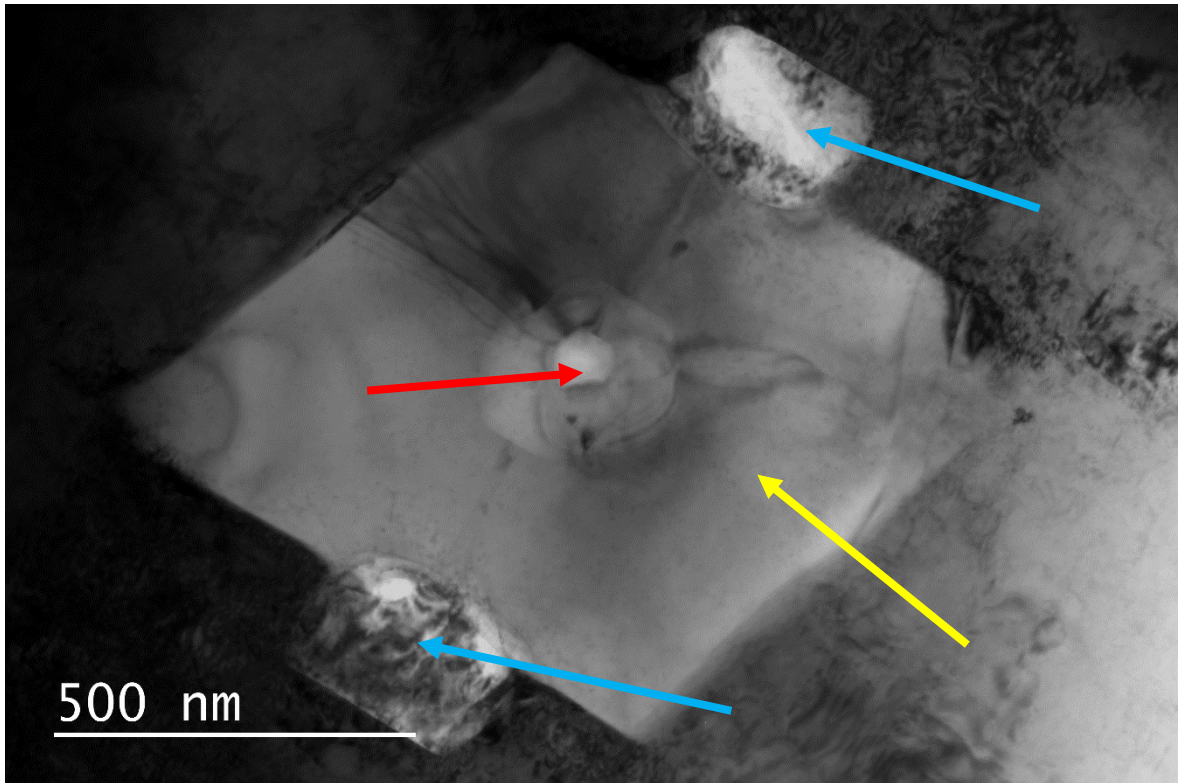
Πίνακας 50: Στοιχειακή ανάλυση σ φάσης, στην εικόνα 50

element	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Fe	C	Mn	Al
wt%	59.29	23.74	3.50	5.14	5.95	0.79	0.73	0.52	0.34
at%	56.08	25.35	3.30	2.98	6.90	0.78	3.39	0.53	0.69

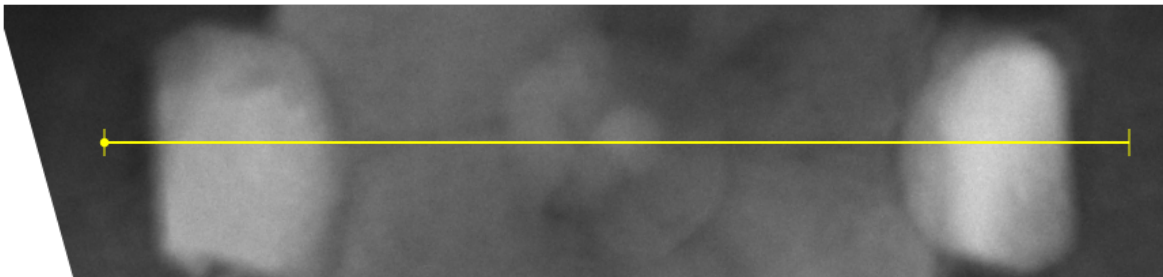


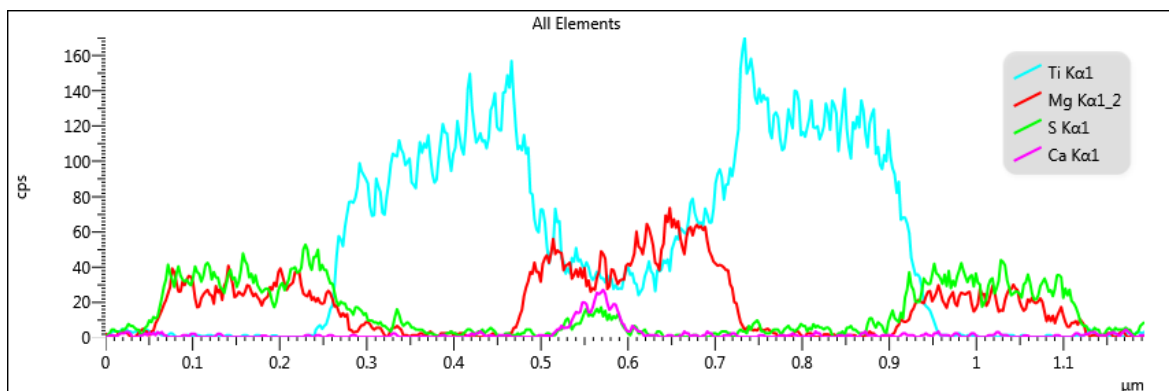
Εικόνα 51: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατίθεται η γραμμική στοιχειακή ανάλυση(STEM-EDS linescan), όπου απεικονίζεται η αλλαγή στη σύσταση κατά μήκος της σ φάσης, και φαίνεται η περιεκτικότητα σε Ni και Cr κατά μήκος της φάσης.

Κατά την μελέτη του δοκιμίου παρατηρήθηκαν διάφορες φάσεις σε όλη την έκταση του δοκιμίου. Στην **εικόνα 52** εντοπίστηκε οξειδίο του μαγνησίου γύρω από το οποίο έχει φυτρώσει ένα νιτρίδιο του Ti. Στην διεπιφάνεια επαφής με τον TiN, το οποίο έχει φυτρώσει ετερογενώς γύρω από τον πυρήνα του οξειδίου, παρατηρείται ο σχηματισμός σουλφιδίου του μαγνησίου MgS



Εικόνα 52: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατηρείται η κατακρήμνιση οξειδίου του μαγνησίου (κόκκινο βέλος) και γύρω από αυτό η ετερογενής φύτρωση νιτριδίου του τιτανίου (κίτρινο βέλος), με την χαρακτηριστική κυβοειδή μορφολογία. Στην διεπιφάνεια επαφής με το νιτρίδιο του τιτανίου παρατηρείται ο σχηματισμός σουλφιδίου του μαγνησίου (γαλάζιο βέλος).





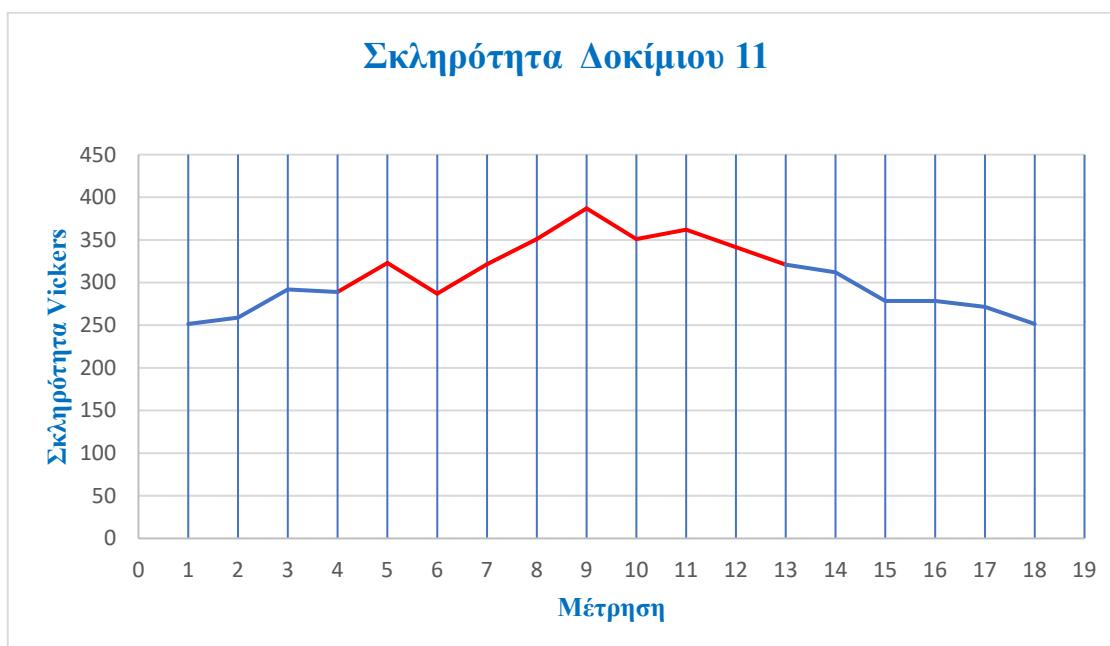
Εικόνα 53: Ηλεκτρονική Μικρογραφία Διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων δοκιμίου 14. Παρατίθεται η γραμμική στοιχειακή (STEM-EDS linescan), όπου απεικονίζεται η αλλαγή στη σύσταση κατά τη μετάβαση από το ένα κατακρήμνισμα στο άλλο και επιβεβαιώνεται η ετερογενής φύτρωση του TiN, γύρω από το MgO και γύρω από το TiN τον σχηματισμό MgS.

3.3 Δοκιμές σκληρότητας

Με την ολοκλήρωση της διαδικασίας μελέτης των δοκιμίων μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας ακολούθησε η μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού και συγκεκριμένα της σκληρότητας των δυο δοκιμίων. Παρακάτω ακολουθούν τα διαγράμματα σκληρότητας των δυο δοκιμίων.

Οι σκληρομετρήσεις πραγματοποιούνται σε σκληρόμετρο Karl-Frank GmbH. Κάθε δοκίμιο πριν τοποθετηθεί στην περιστρεφόμενη τράπεζα, υπέστη λείανση στην κάτω επιφάνεια, για να γίνει επίπεδη ώστε να παραμένει ακίνητο κατά την σκληρομέτρηση. Ο αριθμός των μετρήσεων σε κάθε δοκίμιο είναι διαφορετικός και αυτό οφείλεται στο διαφορετικό μέγεθος που έχει το κάθε δοκίμιο αλλά και στην διαφορετική έκταση των ζωνών της συγκόλλησης. Οι σκληρομετρήσεις πραγματοποιούνται κατά μήκος του δοκιμίου ξεκινώντας από το μέταλλο βάσης και συνεχίζοντας κάθετα στην ΘΕΖ και στην ζώνη τήξης. Το βήμα κάθε μετρήσεις πρέπει να είναι τουλάχιστον 10d, όπου d είναι διαγώνιος της πυραμίδας κατά τον άξονα κίνησης των μετρήσεων.

3.3.1 Δοκίμιο 11



Διάγραμμα σκληρότητας – θέσης, του συγκολλημένου με GTAW- pulsed δοκιμίου 11, με την χρήση filler metal, Rene-41. Στον άξονα x παρατίθενται οι μετρήσεις κατά μήκος των τριών ζωνών συγκόλλησης, ενώ στην άξονα y η τιμή της σκληρότητας για την κάθε θέση. Παρατηρείται σταδιακή αύξηση της σκληρότητας κατά την μετάβαση από το μέταλλο βάσης προς την θερμικά επηρεασμένη ζώνη και στην συνέχεια προς την ζώνη τήξης, όπου η περιοχή με κόκκινο χρώμα υποδεικνύει την περιοχή της ζώνης τήξης

Η μέση τιμή σκληρότητας του δοκιμίου 11 μετρήθηκε στα 304 ± 42 HRV και κυμαίνεται στα επίπεδα σκληρότητας του Haynes 282 γηρασμένη κατάσταση σύμφωνα με τον **πίνακα 5**. Ξεκινώντας τις μετρήσεις από την πρώτη μέτρηση στο μέταλλο βάσης και συνεχίζοντας προς την ζώνη συγκόλλησης παρατηρείται αύξηση της σκληρότητας από 251 HRV σε 387 HRV και από εκεί συνεχίζοντας ξανά προς το μέταλλο βάσης και την τελευταία μέτρηση, ξανά μείωση της σκληρότητας στα 233 HRV. Η περιοχή με κόκκινο χρώμα υποδεικνύει την περιοχή της ζώνης τήξης

Εν ολίγοις η σκληρότητα του δοκιμίου 11 παρουσιάζει μια αυξητική πορεία από το μέταλλο βάσης προς την θερμικά επηρεασμένη ζώνη και στην συνέχεια προς την ζώνης τήξης.

3.3.2 Δοκίμιο 14



Διάγραμμα σκληρότητας – θέσης, του συγκολλημένου με GTAW- pulsed δοκίμιου 14, με την χρήση filler metal, NC20. Στον άξονα x παρατίθενται οι μετρήσεις κατά μήκος των τριών ζωνών συγκόλλησης, ενώ στην άξονα y η τιμή της σκληρότητας για την κάθε θέση. Παρατηρείται πολύ μεγάλη μείωση της σκληρότητας κατά την μετάβαση από το μέταλλο βάσης προς την θερμικά επηρεασμένη ζώνη και στην συνέχεια προς την ζώνη τήξης, όπου η περιοχή με κόκκινο χρώμα υποδεικνύει την περιοχή της ζώνης τήξης

Από το διάγραμμα και τις μετρήσεις, οι οποίες πραγματοποιήθηκαν στο δοκίμιο 14, βρέθηκε μέση τιμή σκληρότητας του στα 217 ± 44 HRV και κυμαίνεται στα επίπεδα σκληρότητας του Haynes 282 ανοπτημένη κατάσταση σύμφωνα με τον **πίνακα 5**. Σε αντίθεση με το δοκίμιο 11, στο δοκίμιο 14 παρατηρείται πολύ μεγάλη μείωση της σκληρότητας, καθώς οι μετρήσεις προχωράνε από το μέταλλο βάσης προς την ζώνη συγκόλλησης, από μια τιμή στα 250 HRV σε μια τιμή στα 168 HRV και στην συνέχεια ξανά στα 250 HRV στο μέταλλο βάσης.

Η μείωση αυτή στην σκληρότητα του δοκιμίου 14 ήταν αναμενόμενη, από την στιγμή που δεν παρατηρήθηκε κατακρήμνιση γ' φάσης κατά την μελέτη του δοκιμίου με ηλεκτρονική μικροσκοπία. Και σε αυτήν την περίπτωση η κόκκινη περιοχή υποδεικνύει την ζώνη τήξης και παρατηρείται ότι συγκριτικά με το δοκίμιο 11 οι μετρήσεις είναι λιγότερες στην περιοχή αυτή, καθώς το δοκίμιο 14 παρουσιάζει ζώνη τήξης μικρότερου εύρους από αυτήν του δοκιμίου 11, όπως παρατηρήθηκε και προηγουμένως.

4. ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στην συγκεκριμένη διπλωματική εργασία μελετήθηκε η συγκολλησιμότητα του υπερκράματος νικελίου μέσω παραμετροποίησης της μεθόδου GTAW. Συγκεκριμένα τα δοκίμια παρελήφθησαν στην ανοπτημένη κατάσταση και μελετήθηκαν έπειτα από την επιβολή θερμικού κύκλου συγκόλλησης GTAW. Στόχος είναι η σύγκριση των δοκιμίων στις εκάστοτε συνθήκες του πειράματος και η εξαγωγή πληροφοριών σχετικά με τις πιο επιθυμητές παραμέτρους της συγκόλλησης και τελικά η ερμηνεία της συγκολλησιμότητας των δοκιμίων, με αναφορά σε χαρακτηριστικά μικροδομής και τις μηχανικές ιδιότητες. Ο χαρακτηρισμός της μικροδομής πραγματοποιήθηκε μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων, ενώ η επίδραση στις μηχανικές ιδιότητες έγινε μέσω σκληρομέτρησης κατά Vickers.

Αξίζει να σημειωθεί ότι η συγκολλησιμότητα ράβδων υπερκράματος νικελίου, Haynes 282, με διαφορετικά filler metals, πέραν του ίδιου του Haynes 282 δεν έχει διευρυνθεί εκτενώς. Με την ολοκλήρωση της πειραματικής διαδικασίας παρατηρήθηκε ότι οι βέλτιστες από τις παραμέτρους οι οποίες χρησιμοποιήθηκαν ήταν αυτές με τις οποίες συγκολλήθηκε το δοκίμιο 11.

Η μελέτη της μικροδομής από την ζώνη τήξης του δοκιμίου 11, το οποίο συγκολλήθηκε με Rene 41 ως μέταλλο προσθήκης, κατέδειξε την λεπτομερή και ομοιόμορφη κατακρήμνιση της ενδομεταλλικής φάσης γ' $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ εντός της μητρικής φάσης γ. Η γ' φάση χαρακτηρίζεται από σφαιρική μορφολογία και μέσο μέγεθος περίπου 20nm. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε εκτεταμένη ενδοδενδριτική κατακρήμνιση φάσης Laves, πλούσιας σε Mo (40%wt) και Cr (23%wt), καθώς και καρβιδίων τύπου M_6C , σύστασης επίσης πλούσιας σε Mo (40%wt). Ευτηκτικά καρβίδια $(\text{Ti,Mo})\text{C}$, μορφολογίας scriptlike,

εντοπίστηκαν ενδοδενδριτικά και ετερογενώς κατακρημνισμένα γύρω από TiN και έναν πυρήνα οξειδίου του Mg. Αξιοσημείωτο είναι ότι δεν παρατηρείται αραίωση στην χημική σύσταση του υλικού, γεγονός που οφείλεται στην παραπλήσια σύσταση του Rene 41 με το μέταλλο βάσης Haynes 282. Από την δοκιμή σκληρομέτρησης κατά Vickers προέκυψε ότι η σκληρότητα της ζώνης τήξης του δοκιμίου 11 είναι 304 ± 42 HV. Η μελέτη της μικροδομής από τη ζώνη τήξης του δοκιμίου 14, το οποίο συγκολλήθηκε με NC20 ως μέταλλο προσθήκης, δεν κατέδειξε την κατακρήμνιση της ενδομεταλλικής φάσης γ' . Το γεγονός αυτό αποτυπώθηκε έντονα και στην σκληρότητα του δοκιμίου, η οποία κυμαίνεται στα επίπεδα της σκληρότητας του Haynes 282 σε ανοπτημένη κατάσταση (as received) και είναι 175 ± 5 HV στην ζώνη τήξης. Παρατηρήθηκε επίσης σημαντική αραίωση στη χημική σύσταση της ζώνης τήξης του δοκιμίου, με αύξηση της περιεκτικότητας της μητρικής φάσης γ σε Ni και μείωση της περιεκτικότητας της σε Al, Ti, Co και Mo. Νιτρίδια TiN και καρβίδια $(Ti,Mo)C$ εντοπίστηκαν ετερογενώς κατακρημνισμένα γύρω από πυρήνες οξειδίων Mg και Al, ενώ σε αντίθεση με το δοκίμιο 11 παρατηρήθηκε κατακρήμνιση καρβιδίων $M_{23}C_6$, πλούσιων σε Cr. Τέλος διαπιστώθηκε ο σχηματισμός σουλφιδίων Mg στην διεπιφάνεια επαφής με άλλα κατακρημνίσματα (π.χ. οξείδια και νιτρίδια).

Προτού ξεκινήσει συζήτηση των αποτελεσμάτων για την μελέτη με ηλεκτρονική μικροσκοπία SEM και TEM, θα γίνει μια αρχική συζήτηση για την επίδραση των παραμέτρων στην δημιουργία μη αποτελεσματικής συγκόλλησης, με αποτέλεσμα την ατελή διείσδυση του τόξου.

4.1 Παράμετροι Συγκόλλησης

Με μια πρώτη ματιά στους πίνακες 7 - 11 και τις παραμέτρους των συγκολλήσεων, ο σημαντικότερος παράγοντας, ο οποίος επηρεάζει την πετυχημένη ή ατελή διείσδυση του τόξου αποτελεί η απόσταση μεταξύ των δοκιμίων. Στα δοκίμια 11 και 14 στα οποία υπήρξε επαφή των δοκιμίων κατά την συγκόλληση, η διείσδυση του τόξου ήταν επαρκής και στα δοκίμια δεν παρατηρήθηκε κάποια ρωγμή κατά τον πρωταρχικό οπτικό έλεγχο, παρά μόνο κατά την μελέτη με SEM όπου παρατηρήθηκαν συστολικές ρωγμές στην ζώνη τήξης του δοκιμίου 11.

4.1.1 Τύπος ηλεκτροδίου – Προστατευτικό αέριο

Ο τύπος του ηλεκτροδίου αλλά και το είδος του προστατευτικού αερίου παραμένουν ίδια σε όλες τις συγκολλήσεις οπότε δεν μπορεί να βγει κάποιο συμπέρασμα κατά πόσο επηρεάζουν την τελική έκβαση της συγκόλλησης.

4.1.2 Διαμόρφωση λοξοτομής

Από την άλλη η διαμόρφωση λοξοτομής των δοκιμίων, βλέπουμε ότι παίζει αρκετά σημαντικό ρόλο για το τελικό αποτέλεσμα της συγκόλλησης. Από τις συγκολλήσεις που πραγματοποιήθηκαν μπορεί να ειπωθεί ότι, όσο μικρότερη είναι η διαμόρφωση της λοξοτομής, τόσο αυξάνει η πιθανότητα να έχουμε καλύτερη δυνείσδυση του τόξου και μια πετυχημένη συγκόλληση.

4.1.3 Ρεύμα Συγκόλλησης

Η επιλογή του ρεύματος συγκόλλησης από μόνο της δεν οδηγεί σε κάποιο ξεκάθαρο συμπέρασμα για την δυνείσδυση του τόξου, καθώς θα περίμενε κανείς η μεγαλύτερη ένταση ρεύματος να εξασφαλίσει την απαιτούμενη διείσδυση. Παρατηρείται ότι σε κάποιες συγκολλήσεις, παρόλο που ένταση του ρεύματος ήταν μεγάλη, η συγκόλληση δεν ήταν πετυχημένη (π.χ. δοκίμιο 2, 180A), σε αντίθεση με τα δοκίμια 11 και 14, όπου η ένταση ρεύματος ήταν μικρότερη αλλά υπήρξε η απαιτούμενη διείσδυση. Το βέβαιο είναι ότι η ένταση ρεύματος επηρεάζει σίγουρα την έκταση των ζωνών συγκόλλησης, αλλά και τις παρατηρούμενες μικροδομές. Επιπλέον από τα πειράματα που διεξήχθησαν φαίνεται ότι η χρήση παλμικού ρεύματος αποτελεί καταλληλότερη επιλογή από άποψη διεισδυτικότητας του τόξου.

4.1.4 Μέταλλο προσθήκης

Το μέταλλο προσθήκης είναι γνωστό ότι επηρεάζει την έκβαση μια συγκόλλησης. Η επιλογή του Rene41, παρόλο που δεν έχει το ίδιο καλή συγκολλησιμότητα με το Haynes 282, λόγω του μεγαλύτερου ποσοστού γ' , έγινε καθώς έχει παραπλήσια χημική σύσταση με το Haynes 282. Το Rene41 έχει μεγαλύτερη περιεκτικότητα σε Al και Ti, συνεπώς κατακρημνίζει μεγαλύτερο κλάσμα όγκου γ' , η οποία εφόσον κατακρημνιστεί σε υψηλό ποσοστό περιορίζει σημαντικά τη συγκολλησιμότητα. Η επιλογή του NC20 ως μέταλλο προσθήκης για τη συγκόλληση του Haynes 282, πραγματοποιήθηκε έτσι ώστε να αποτραπεί ή έστω να περιοριστεί η κατακρήμνιση της γ' φάσης στη ζώνη τήξης της συγκόλλησης. Το γεγονός ότι η σύσταση του μετάλλου προσθήκης βασίζεται μόνο στο Ni και το Cr οδηγεί σε αραίωση της σύστασης στη ζώνη τήξης, περιορίζοντας την κατακρήμνιση της γ' φάσης κατά την απόψυξη. Τα ανωτέρω αναμένεται να οδηγήσουν σε συγκόλληση υψηλής ποιότητας με μειωμένη την πιθανότητα εμφάνισης αστοχιών.

4.1.5 Τεχνική και τρόπος συγκόλλησης

Τέλος η τεχνική και ο τρόπος συγκόλλησης έχουν αντίκτυπο στην μικροδομή που θα παρουσιάσουν τα δοκίμια καθώς ο τρόπος απόδοσης ενέργειας από το τόξο είναι, διαφορετικός μεταξύ των δοκιμίων. Για παράδειγμα η συγκόλληση σε πολλαπλά βήματα

και η επανάτηξη μετά από κάθε πάσο θα έχει ως αποτέλεσμα την διαλυτοποίηση των φάσεων στην ζώνη τήξης αλλά και την ΘΕΖ και δημιουργία νέων κατά την επαναστερεοποίηση, σε αντίθεση με την συγκόλληση σε ένα βήμα. Επιπλέον φαίνεται ότι η συγκόλληση των δοκιμίων σε διαδοχικά πάσα και απόψυξη μέχρι την θερμοκρασία περιβάλλοντος, ύστερα από κάθε πάσο οδήγησε σε πιο ικανοποιητικές συγκολλήσεις, από την σκοπιά της διείδυσης του τόξου, όπως δείχνουν και τα δοκίμια 11 και 14 που συγκολλήθηκαν με την ίδια τεχνική.

4.2 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM)

Εν γένει, όλα τα παραπάνω δοκίμια χαρακτηρίζονται από τη μητρική φάση γ (fcc), η οποία, σύμφωνα με την ποιοτική και ημιποσοτική ανάλυση του EDS είναι πλούσια σε Ni, Cr, Co και σε μικρότερα ποσοστά σε Mo, Al, Ti και Fe. Σε όλες τις παραπάνω μικρογραφίες διακρίνεται αντίθεση πεδίου στη μικροδομή του υλικού καθώς εναλλάσσονται περιοχές σκουρόχρωμης αντίθεσης πεδίου με ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου. Αυτό οφείλεται στην εναλλαγή στοιχείων χαμηλού και υψηλού μέσου ατομικού αριθμού, αντίστοιχα, το οποίο μπορεί να παρατηρηθεί μέσω ανάλυσης με χρήση BES.

4.2.1 Θερμικά επηρεασμένη Ζώνη

Κατά την στοιχειακή ανάλυση, στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη των δοκιμίων 11 και 14 δεν παρατηρούνται μεγάλες αλλαγές στις περιεκτικότητες των κραματικών στοιχείων. Από τους πίνακες 13 και 22 φαίνεται ότι τα μοναδικά στοιχεία τα οποία διαφοροποιούνται σε κάποιο βαθμό μεταξύ των δοκιμίων είναι το Ti και ο Fe. Τα δυο αυτά στοιχεία έχουν μειωμένη περιεκτικότητα στο δοκίμιο 14, με το Fe να έχει πέσει στο μισό της περιεκτικότητας την οποία έχει το δοκίμιο 11, από 1.36 wt% σε 0.69 wt% και το Ti να έχει υποστεί μείωση 0.33 wt%. Αν και αυτό το ποσοστό μπορεί να φαίνεται μικρό, παίζει σημαντικό ρόλο, καθώς όπως είναι γνωστό το Ti μαζί με το Al είναι τα στοιχεία τα οποία οδηγούν στην κατακρήμνιση της γ' φάσης, στην οποία οφείλεται η υψηλή αντοχή των υπερκραμάτων νικελίου.

Από τις εικόνες 24 και 30 μπορεί εύκολα να διαπιστωθεί η διαφορά στο εύρος της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Στο δοκίμιο 11, η θερμικά επηρεασμένη ζώνη φαίνεται να καλύπτει ένα εύρος της τάξης των 500 μm , σε αντίθεση με το δοκίμιο 14, στο οποίο η έκταση της ΘΕΖ δεν ξεπερνά τα 250 μm . Η διαφορά αυτή στο εύρος των δυο ΘΕΖ οφείλεται στο διαφορετικό ρεύμα συγκόλλησης που χρησιμοποιήθηκε στα δυο δοκίμια. Κατά την συγκόλληση του δοκιμίου 11 χρησιμοποιήθηκε, όπως ειπώθηκε και κατά την παρουσίαση των παραμέτρων κάθε συγκόλλησης, παλμικό ρεύμα, με 80^A σταθερή ένταση και peak 120^A, ενώ για το δοκίμιο 14 χρησιμοποιήθηκε παλμικό ρεύμα, με 70^A

σταθερή ένταση και peak 120^A. Η διαφορά αυτή των 10^A στην σταθερή ένταση ρεύματος οδήγησε κατά κύριο λόγο στην δημιουργία μεγαλύτερου εύρους θερμικά επηρεασμένης ζώνης στο δοκίμιο 11.

Η δημιουργία θερμικά επηρεασμένης ζώνης, μεγάλου εύρους γενικά, δεν είναι επιθυμητή, καθώς η ΘΕΖ αποτελεί το σημείο εκείνο των συγκολλήσεων στο οποίο προκύπτουν οι περισσότερες ατέλειες και αστοχίες.

Επιπλέον εύκολα διαπιστώνεται ότι στο δοκίμιο 14 δεν παρατηρείται καμία ρωγμή από συστολή, όπως συμβαίνει με το δοκίμιο 11, όπου υπάρχουν 2 συστολικές ρωγμές στην ΘΕΖ και μπορούν να επηρεάσουν την αντοχή του δοκιμίου.

Βάση όσων προαναφέρθηκαν, βγαίνει το συμπέρασμα ότι, με κριτήριο τα ποιοτικά χαρακτηριστικά των θερμικά επηρεασμένων ζωνών των δυο δοκιμίων, το δοκίμιο 14 αποτελεί ιδανικότερη επιλογή από το δοκίμιο 11 καθώς, έχει παρόμοια χημική σύσταση με το μέταλλο βάσης, έχει μικρότερου εύρους θερμικά επηρεασμένη ζώνη και τέλος δεν παρατηρείται κάποια ρωγμή η οποία θα μπορούσε να αποτελέσει αιτία αστοχίας του υλικού.

4.2.2 Ζώνη τήξης

Οι εικόνες 26 και 33 όπου απεικονίζεται η ζώνη τήξης των δοκιμίων 11 και 14 αντίστοιχα, φανερώνει μια διαφορά στον τρόπο στερεοποίησης των συγκολλημένων δοκιμίων. Το δοκίμιο 11 παρουσιάζει μικροδομή αποτελούμενη από διαφορετικού πάχους και διαφορετικής μορφολογίας fcc τύπου δενδρίτες, έντονης και ανομοιομορφης κατευθυντικότητας, η οποία κατά βάση αποδίδεται σε γρήγορους ρυθμούς απόψυξης. Από την άλλη στο δοκίμιο 14 φαίνεται ότι οι δενδρίτες δεν έχουν το ίδιο ομοιόμορφη ανάπτυξη και κατευθυντικότητα σε όλο το εύρος της ζώνης τήξης όπως συμβαίνει στο δοκίμιο 11. Σε αυτήν την περίπτωση μπορεί να βγει το συμπέρασμα ότι το φαινόμενο αυτό οφείλεται, στην διαφορά που υπάρχει στο σταθερό ρεύμα συγκόλλησης των δυο δοκιμίων. Το μικρότερο ρεύμα συγκόλλησης που χρησιμοποιήθηκε στο δοκίμιο 14 δεν προσέδωσε την απαιτούμενη ενέργεια για ομοιόμορφη ανάπτυξη των δενδριτών όπως το δοκίμιο 11.

Κατά την στοιχειακή ανάλυση της ζώνης τήξης των δοκιμίων 11 και 14 παρατηρούνται μεγάλες διαφοροποιήσεις στην περιεκτικότητα των κραματικών στοιχείων. Από την γενικευμένη χημική ανάλυση του δοκιμίου 11 προκύπτει ότι η ζώνης τήξης παρουσιάζει παρόμοια χημική σύσταση με το μέταλλο βάσης, γεγονός το οποίο οφείλεται κατά κύριο

λόγο στην παρόμοια χημική σύσταση που έχει το Haynes 282 με το μέταλλο προσθήκης Rene 41. Επιπλέον παρατηρείται ότι η συνδυασμένη περιεκτικότητα Al και Ti στην ζώνη τήξης είναι ελαφρώς μικρότερη από την αντίστοιχη αθροιστική περιεκτικότητα στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Λαμβάνοντας υπόψιν την περιεκτικότητα του Rene41, σε Al και Ti, θα περιμέναμε να γίνει εμπλουτισμός της ζώνης τήξης σε αυτά τα στοιχεία, αντιθέτως βλέπουμε μείωση της περιεκτικότητας τους, γεγονός το οποίο υποδεικνύει μια μικρή τάση για διάχυση και μικροδιαφορισμό των στοιχείων αυτών προς την ΘΕΖ.

Η χημική ανάλυση στην ζώνη συγκόλλησης του δοκιμίου 14, κατέδειξε διαφοροποίηση στα περισσότερα κραματικά στοιχεία του υλικού. Το νικέλιο ως κύριο συστατικό παρουσίασε μια αύξηση της τάξης του 10 – 15 wt% περίπου, με το Cr να παραμένει στο ίδιο ποσοστό 19.88 wt%, ενώ όλα τα υπόλοιπα κραματικά στοιχεία παρουσίασαν μείωση της περιεκτικότητας τους άλλα σε μεγαλύτερο και άλλα σε μικρότερο βαθμό, όπως φαίνεται και από την στοιχειακή ανάλυση τους **πίνακες 26** και **27**. Το ποσοστό του Ni αυξάνεται σταδιακά κατά την μετάβαση από την ΘΕΖ του δοκιμίου προς το κέντρο της ζώνης τήξης, από ένα ποσοστό 55.90 wt% σε ποσοστό 70.94 wt%. Αντίστοιχα στα υπόλοιπα κραματικά στοιχεία η διαβάθμιση των ποσοστών ακολουθεί ανάποδη πορεία και κατά την μετάβαση από την ΘΕΖ προς το κέντρο της ζώνης τήξης παρατηρείται μείωση των περιεκτικότητων. Το γεγονός αυτό οφείλεται στην αραίωση που δημιουργείται από την χρήση του filler metal NC20. Καθώς το NC20 περιέχει νικέλιο σε ποσοστό 80% και χρώμιο σε ποσοστό 20% προκαλεί αραίωση της περιεκτικότητας των κραματικών στοιχείων του δοκιμίου 14. Το γεγονός αυτό έχει μεγάλο αντίκτυπο στην μικροδομή την οποία παρουσίασε το δοκίμιο 14 στην ζώνη τήξης και κατά συνέπεια και στις μηχανικές ιδιότητες του.

Πολύ σημαντική παρατηρείται η μείωση των ποσοστών του Al και Ti, τα οποία στα αριστερά της ζώνης τήξης του δοκιμίου 14 έχουν συνδυασμένη περιεκτικότητα στο 2.7% από 3.6% στο μέταλλο βάσης και το οποίο μειώνεται ακόμα περισσότερο στο κέντρο της ζώνης τήξης, σε ποσοστό 1.71% wt. Αυτή η μείωση της τάξης του 1-2% wt είναι πολύ καθοριστική για την δυνατότητα ανάπτυξης της γ' φάσης και συνεπώς και για την αντοχή και τις συνολικές μηχανικές ιδιότητες του συγκολλημένου δοκιμίου. Η ζώνη τήξης του δοκιμίου 14 έχει απογυμνωθεί από Al και Ti και συνεπώς δεν αναμένεται η παρουσία γ' φάσης. Το γεγονός αυτό επιβεβαιώθηκε και κατά την μελέτη με ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων όπου δεν παρατηρήθηκε κατακρήμνιση γ' στο δοκίμιο 14 σε αντίθεση με το δοκίμιο 11.

Οι διαφορές αυτές στην χημική σύσταση της ζώνης τήξης, μεταξύ των δυο δοκιμίων, έχουν ως αποτέλεσμα την δημιουργία και διαφορετικών φάσεων σε αυτά. Στις μικρογραφίες της ζώνης τήξης του δοκιμίου 11 και βάση των **εικόνων 27, 28, 29** παρατηρήθηκε η κατακρήμνιση νιτριδίων του τιτανίου TiN, καρβιδίων τύπου MC, καρβιδίων τύπου M₆C και φάσεων Laves. Από την άλλη στην ζώνη τήξης του δοκιμίου 14, παρατηρήθηκε πληθώρα καρβιδίων τύπου M₂₃C₆, φάσεων Laves αλλά και σ φάσης, όπως φαίνεται στις **εικόνες 34 και 35**.

Οι Laves, αποτελούν σκληρές και ψαθυρές φάσεις οι οποίες έχουν σύνθετες πολυατομικές δομές και κατακρημνίζονται κυρίως ενδοδενδριτικά, το οποίο μπορεί να εξηγηθεί και στον μικροδιαφορισμό που δείχνει το μολυβδαίνιο σε αυτές τις περιοχές, το οποίο απαντάται σε υψηλές περιεκτικότητες σε αυτές. Οι Laves αποτελούν επιπλέον αιτία δημιουργίας μικρορωγμών, οι οποίες τελικά οδηγούν σε θραύση και αστοχία του υλικού κάτω από συνθήκες επιβολής φορτίου. Επιπρόσθετα απογυμνώνουν την μήτρα από βασικά κραματικά στοιχεία, όπως Ni, Cr, Mo, Co και Ti, γεγονός το οποίο οδηγεί σε επιπλέον υποβάθμιση της αντοχής των υπερκραμάτων. Τα παραπάνω αποτελούν τους λόγους για τους οποίους οι Laves θεωρούνται ανεπιθύμητες φάσεις στα υπερκράματα νικελίου. Laves εμφανίζονται και στα δυο συγκολλημένα δοκίμια και χαρακτηριστικό τους αποτελεί η υψηλή περιεκτικότητα σε Mo και η ενδοδενδριτική κατακρήμνιση τους. Απαλοιφή της φάσης Laves δύναται να υπάρξει μέσω θερμικής κατεργασίας μετά τη συγκόλληση (Post Weld Heat Treatment, PWHT) στους 1150

Τα M₂₃C₆ καρβίδια, μπορούν να αποτελέσουν έναν μηχανισμό ενίσχυσης των υπερκραμάτων, ιδιαίτερα όταν κατακρημνίζονται περικρυσταλλικά. Με αυτόν τον τρόπο εμποδίζουν την διάδοση των διαταραχών και οδηγούν στην αγκύρωση τους στα όρια των κόκκων και συνεπώς την αύξηση της αντοχής του υλικού. Επιπλέον η κατακρήμνιση τους στα όρια των κόκκων αποτελεί και έναν μηχανισμό ελέγχου του μεγέθους των κόκκων των υπερκραμάτων, καθώς και προσδίδουν και αντοχή σε διάτμηση. Από την άλλη, η κατακρήμνιση μεγάλου αριθμού καρβιδίων στα όρια των κόκκων έχει ως αποτέλεσμα τον απεμπλουτισμό των περιοχών αυτών από χρώμιο κυρίως και μολυβδαίνιο δευτερευόντως, κάτι το οποίο κάνει τα όρια των κόκκων επιρρεπή σε οξειδωση και διάβρωση στις συνθήκες λειτουργίας των υπερκραμάτων, σε υψηλές θερμοκρασίες και έντονα διαβρωτικά περιβάλλοντα.

Όπως ειπώθηκε και παραπάνω για την σ φάση, χαρακτηριστικό της αποτελεί το γεγονός ότι φυτρώνει κοντά ή/και δίπλα με τα M₂₃C₆ καρβίδια, λόγω του παρόμοιου συστήματος

κρυστάλλωσης που έχουν, γεγονός το οποίο παρατηρείται κατά την μελέτη με την ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης. Τα $M_{23}C_6$ κρυσταλλώνονται στο fcc σύστημα με $a_0 = 1.050-1.070$, ενώ η σ φάση κρυσταλλώνεται στο τετραγωνικό σύστημα με $a_0 = 0.880-0.910$. Άρα η παρουσία της είναι δικαιολογημένη καθώς ο αριθμός των $M_{23}C_6$ καρβιδίων είναι πολύ μεγάλος, όπως έχει παρατηρηθεί και προηγουμένως και ευνοεί την φύτρωση της σ . Η σ φάση αποτελεί προϊόν κατακρήμνισης από στερεό διάλυμα και φυτρώνει συνήθως με ένα φακοειδές σχήμα, αλλά δεν αποκλείεται και το βελονοειδές σχήμα. Η σ μπορεί να φυτρώνει εντός των κόκκων όπου έχει αρνητικό αντίκτυπο στην αντοχή σε ερπυσμό του υλικού, στην αντοχή του ενάντια στην οξειδωση καθώς μειώνει την περιεκτικότητα σε Cr της μήτρας αλλά και στις συνολική αντοχή του. Στην περίπτωση όπου η σ φυτρώνει σαν φιλμ στα όρια των κόκκων μπορεί η παρουσία της να μην έχει τόσο αρνητικές συνέπειες. Στην περίπτωση του δοκιμίου 14 η σ φάση εμφανίζεται εντός των δενδριτών, συνεπώς η παρουσία της θεωρείται αρνητική για το δοκίμιο.

Με βάση λοιπόν τις χημικές συστάσεις αλλά και τις παρατηρούμενες φάσεις στις ζώνες τήξης των δυο δοκιμίων μπορεί να ειπωθεί ότι η ζώνη τήξης του δοκιμίου 11 είναι προτιμητέα συγκριτικά με αυτή του δοκιμίου 14

4.3 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης Ηλεκτρονίων

Κατά την μελέτη των δοκιμίων με TEM, έγινε μια πιο εκτενής μελέτη της μικροδομής της ζώνης τήξης των δυο δοκιμίων, όπου παρατηρείται μια πληθώρα φάσεων και στα δυο δοκίμια.

Αρχικά, από μια πρώτη ματιά και στα δυο δοκίμια φαίνεται ξεκάθαρα ότι δεν υπάρχει κατακρήμνιση γ' φάσης στο δοκίμιο 14, σε αντίθεση με το δοκίμιο 11, όπου έχει κατακρημνιστεί γ' σφαιρικής μορφολογίας και μεγέθους περίπου στα 20nm. Το γεγονός αυτό είναι εξαιρετικά σημαντικό καθώς το δοκίμιο 14 δεν έχει την απαιτούμενη αντοχή που θα προσέφερε η γ' , το οποίο επιβεβαιώθηκε και από την δοκιμή σκληρότητας. Συνεπώς από την αρχή κιόλας της μελέτης με TEM, φαίνεται ότι η συγκόλληση με NC20, θεωρείται ακατάλληλη.

Στο δοκίμιο 11 εντοπίστηκε, όπως και στην μελέτη με SEM, μεγάλος αριθμός καρβιδίων τύπου MC, εμπλουτισμένα σε Ti και Mo, κυβοειδούς μορφολογίας, είτε μορφολογίας

(script-like). Σε αρκετές περιπτώσεις τα MC καρβίδια φυτρώνουν περιμετρικά των νιτριδίων τύπου TiN.

Πέραν των όσων φάσεων παρατηρήθηκαν κατά την μελέτη με SEM, η μελέτη των δοκιμίων με ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης κατέδειξε επιπλέον φάσεις οι οποίες δεν είχαν εντοπιστεί προηγουμένως.

Στο δοκίμιο 11 και στην **εικόνα 40** παρατηρείται η εμφάνιση σουλφιδίου του μαγνησίου MgS και σ φάσης, εμπλουτισμένης σε Ni και Cr. Το σουλφίδιο του μαγνησίου είναι ιδιαίτερα επιβλαβής φάση, καθώς μπορεί να οδηγήσει σε liquation cracking.

Από την άλλη σ φάση δεν παρατηρηθήκατε κατά την μελέτη με SEM του δοκιμίου 11, αλλά κατά την μελέτη με TEM, εντοπίστηκε να κατακρημνίζεται δίπλα στο σουλφίδιο του μαγνησίου.

Στην συνέχεια της μελέτης με TEM πέρα από τις ως τώρα μικροδομές οι οποίες έχουν εντοπιστεί, παρατηρείται και η εμφάνιση οξειδίου του μαγνησίου. Το οξείδιο έχει σφαιρική μορφολογία και αποτελεί τον πυρήνα για ετερογενή φύτρωση του νιτριδίου TiN γύρω από αυτό. Στην διεπιφάνεια επαφής με το TiN παρατηρείται η ανάπτυξη καρβιδίου (Ti,Mo)C, όπως έχει παρατηρηθεί άλλωστε στις περισσότερες περιπτώσεις της ως τώρα μελέτης. Τα οξείδια όπως είναι γνωστό μπορούν να αποτελέσουν αιτία θραύσης και αστοχίας του υλικού κατά την λειτουργία του.

Στο δοκίμιο 14 και στις **εικόνες 44-47, 49** εντοπίζεται να έχει κατακρημνιστεί μεγάλος αριθμός καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$, εμπλουτισμένα σε Cr και Mo, πλακοειδούς μορφολογίας.

Πέραν των $M_{23}C_6$, στο δοκίμιο 14 κατά την μελέτη με TEM, εντοπίστηκαν και καρβίδια τύπου MC, όπως φαίνεται στην **εικόνα 48**, τα οποία δεν είχαν εντοπιστεί κατά την μελέτη με SEM. Το γεγονός αυτό υποδεικνύει ότι πιθανότατα ο αριθμός των MC καρβιδίων είναι πολύ μικρός και γι' αυτό τον λόγο δεν παρατηρήθηκαν κατά την μελέτη με SEM.

Σε πολλές των περιπτώσεων, όπως φαίνεται και από τις **εικόνες 47, 49, 50** δίπλα στα $M_{23}C_6$ καρβίδια, εντοπίστηκε η εμφάνιση σ φάσης, σφαιροειδούς ή φακοειδούς σχήματος. Όπως έχει ήδη αναφερθεί χαρακτηριστικό της σ φάσης αποτελεί το γεγονός ότι φυτρώνει κοντά ή/και δίπλα με τα $M_{23}C_6$ καρβίδια, λόγω του παρόμοιου συστήματος κρυστάλλωσης που έχουν, γεγονός το οποίο παρατηρείται και κατά την μελέτη με την ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης.

Όπως και στο δοκίμιο 11 έτσι και στο δοκίμιο 14 υπάρχει παρουσία σουλφιδίου του μαγνησίου, το οποίο παρατηρήθηκε στις **εικόνες 48 και 52**. Το σουλφίδιο του μαγνησίου είναι ιδιαίτερα επιβλαβής φάση, όπως ήδη αναφερθηκε πιο πάνω, καθώς μπορεί να οδηγήσει σε liquation cracking

Από τις **εικόνες 48, 52** μπορεί εύκολα να διαπιστωθεί η υπέρχει μεγάλου αριθμού οξειδίων σε όλη την έκταση του δοκιμίου 14. Συγκριτικά με το δοκίμιο 11 ο αριθμός των οξειδίων φαίνεται να είναι μεγαλύτερος στο δοκίμιο 14. Το οξείδια είναι στην πλειοψηφία τους οξείδια του μαγνησίου, αλλά παρατηρούνται και οξείδια τα οποία περιέχουν αλουμίνιο ή/και ασβέστιο. Είναι γνωστό ότι τέτοιου είδους εγκλείσματα είναι επιβλαβή για τα υπερκράματα νικελίου και η παρουσία τους θεωρείται ανεπιθύμητη καθώς, αποτελούν σημεία φύτρωσης άλλων κατακρημνισμάτων, πχ νιτριδίων και καρβιδίων.

Φαινόμενα ετερογενούς φύτρωσης TiN γύρω από πυρήνες οξειδίων Mg και Al απαντώνται και στα δυο δοκίμια. Χαρακτηριστικό παράδειγμα αποτελούν οι **εικόνες 42, 52**. Σε αυτές παρατηρείται η ύπαρξη ενός πυρήνα οξειδίου του μαγνησίου και γύρω από αυτά η ετερογενής φύτρωση νιτρίδιου του τιτανίου. Γύρω από το νιτρίδιο του τιτανίου εντοπίζονται είτε σουλφίδια του μαγνησίου, όπως φαίνεται στις **εικόνες 42 και 52** είτε κάποιο καρβίδιο τύπου MC.

4.4 Δοκιμές σκληρότητας

Μετά την πραγματοποίησή των σκληρομετρήσεων, είναι φανερό ότι το δοκίμιο το οποίο θεωρείται αποδεκτό είναι το συγκολλημένο με Rene41, δοκίμιο 11. Η αδυναμία κατακρήμνισης γ' φάσης, καθιστά το δοκίμιο 14 ακατάλληλο. Η συγκόλληση GTAW-Pulsed του H282 με Rene41 θεωρείται πιο ικανοποιητική από άποψη μηχανικής συμπεριφοράς, συγκριτικά με εκείνη που πραγματοποιήθηκε με το NC20. Η χρήση μετάλλου προσθήκης (Rene41) παραπλήσιας χημικής σύστασης με το μέταλλο βάσης (H282), δεν επέφερε αραίωση στη σύσταση της ζώνης τήξης, με αποτέλεσμα την ομοιόμορφη και λεπτομερή κατακρήμνιση της γ' φάσης εντός της μητρικής φάσης γ, κατά την απόψυξη μετά την συγκόλληση. Το γεγονός αυτό, σε συνδυασμό με τη σκλήρωση του υλικού μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος αντικατάστασης απέδωσε μεγαλύτερη σκληρότητα στο δοκίμιο 11, συγκριτικά με το δοκίμιο 14, η μηχανική συμπεριφορά του οποίου προσομοιάζει εκείνη του Haynes 282 σε ανοπτημένη κατάσταση. Σημειώνεται ότι η αραίωση που επετεύχθη στη ζώνη τήξης με το NC20 ήταν τέτοια, ώστε να μην καταστεί εφικτή η κατακρήμνιση της γ' φάσης, αλλά και η

συγκόλληση να μην θεωρηθεί ικανοποιητική τόσο για κατασκευαστικούς, αλλά πολύ περισσότερο για επισκευαστικούς σκοπούς.

5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Μετά την ολοκλήρωση της πειραματικής διαδικασίας αλλά και την εξέταση των παραγόμενων μικροδομών των δοκιμίων με τεχνικές ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM, TEM) και την μηχανική απόκριση τους μέσω σκληρομετρήσεων κατά Vickers, μπορούν να εξαχθούν τα παρακάτω συμπεράσματα:

- Η διαμόρφωση της κατάλληλης λοξοτομής και η επαφή μεταξύ των δοκιμίων κατά την διαδικασία της συγκόλλησης, αποτελούν σημαντικό παράγοντα για την διείσδυση του τόξου και την δημιουργία επιτυχημένης συγκόλλησης. Όσο μικρότερη είναι η επιφάνεια επαφής κατά την συγκόλληση τόσο πιο εύκολο είναι να υπάρξει πετυχημένη διείσδυση του τόξου. Αυτό φαίνεται από τα συγκολλημένα δοκίμια όπου στο 11 έχουμε διαμόρφωση αιχμής (30 °) και στο 14, λοξοτομή 2mm (30-45 °), ενώ στα αρχικά δοκίμια η λοξοτομή ήταν στα 8mm (30-45 °) και σταδιακά μειώθηκε μέχρι τα 2mm (30-45 °).
- Αν και γενικά η επιλογή μεγαλύτερης έντασης ρεύματος έχει ως αποτέλεσμα της καλύτερη διείσδυση του τόξου, αυτό από μόνο του δεν αρκεί για να επιτευχθεί κάτι τέτοιο. Η επιλογή μικρότερης έντασης ρεύματος και ιδιαίτερα παλμικού ρεύματος σε συνδυασμό με επαφή των δοκιμίων μπορεί να πετύχει την διείσδυση του τόξου χωρίς παροχή πολύ μεγάλων ποσών ενέργειας στην συγκόλληση κάτι το οποίο έχει ως αποτέλεσμα την δημιουργία μεγάλων ζωνών συγκόλλησης αλλά και μεγαλύτερων κόκκων, γεγονός το οποίο θα έχει αντίκτυπο στις μηχανικές ιδιότητες του υλικού. Η χρήση παλμικού ρεύματος οδηγεί σε ζώνες συγκόλλησης μικρότερου εύρους από την χρήση της συμβατικής μεθόδου με σταθερή ένταση ρεύματος..
- Η τεχνική και ο τρόπος συγκόλλησης των δοκιμίων παίζουν σημαντικό ρόλο στην μικροδομή που θα παρουσιάσουν τα δοκίμια, άρα και στις μηχανικές ιδιότητες που θα εμφανίσουν. Η καταλληλότερη τεχνική συγκόλλησης συμπεραίνεται ότι είναι, η συγκόλληση με ραφή σε διαδοχικά πάσα και με ψύξη μέχρι την θερμοκρασία περιβάλλοντος μετά από κάθε πάσο και με την οποία συγκολλήθηκαν και τα δυο δοκίμια. Η μέθοδος αυτή συνιστάται από την Haynes International, με μέγιστη θερμοκρασία ραφής για έναρξη νέου πάσου συγκόλλησης τους 93 °C.
- Σύμφωνα με τη Haynes International η συγκόλληση του Haynes 282 προτείνεται να γίνει με χρήση μετάλλου προσθήκης από το ίδιο υλικό και συνίσταται η ραφή σε

διαδοχικά πάσα Η χρήση του NC20 από άποψη μηχανικών ιδιοτήτων του συγκολλημένου δοκιμίου θεωρείται ανεπαρκής. Από την άλλη η χρήση του Rene 41 έδειξε ικανοποιητικά αποτελέσματα όσον αφορά και την συγκολλησιμότητα, τις παραγόμενες μικροδομές αλλά και την σκληρότητα την οποία εμφάνισε. Για να μπορέσει όμως να βγει βέβαιο συμπέρασμα για την καταλληλότητα του Rene41 ως filler metal αλλά και του NC20 θα πρέπει να γίνει μελέτη και των άλλων μηχανικών ιδιοτήτων του συγκολλημένου δοκιμίου.

6. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials, ASM International, 1990.
2. The Romance of Nickel, International Nickel Company, 1957.
3. J.F. Thompson and N. Beasley, For the Years to Come, G.P. Putnam's Sons, 1960.
4. C.R. Hayward, Outline of Metallurgical Practice, 3rd ed., Van Nostrand, 1952.
5. J.R. Boldt, Jr. and P. Queneau, The Winning of Nickel, Van Nostrand, 1967.
6. J.R.Davis, ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys, ASM International, 2001.
7. C. T.Sims, A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists, New York: General Electral Company
8. F.C.Campbell, Elements of Metallurgy and Engineering Alloys, ASM International, 2008.
9. R. R.E.Smallman, Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering , 1999.
10. M. C. Kushan, Superalloy for Aircraft Engine Applications, Turkey: Intechopen, 2012.
11. John C. Lippold, Samuel D. Kiser, John N. DuPont, Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys, 2009.
12. M. Durand-Charre, The Microstructure of Superalloys, CRC Press, 1998.
13. Α. Αλεξανδράτου, Χαρακτηρισμός με Τεχνικές Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας των Μετασχηματισμών Φάσεων σε Υπερκράμα Νικελίου, Αθήνα: ΕΜΠ, 2016.
14. J. Zhao, M. Larsen και V. Revikumar, Phase precipitation and time temperature transformation diagram of Hastelloy X, 2000.

15. A. Odabasi, N. Unlu και G. Goller, Assessment of the effects of heat input on microstructure and mechanical properties in Laser Beam welded Haynes 188 unmatched joints, 2012.
16. Q. Wang, D. Sun, Y. Na και Y. Zhou, Effects of TIG welding parameters on morphology and mechanical properties of welded joint of Ni-based superalloy, 2011.
17. G. Blain, H. Leon και X. Huang, Superalloys: Alloying and Performance, Ohio: ASM International, 2010.
18. J. Manequez, P. Bretz, L. Rabenberg και J. Tien, The High Temperature Stability of IN718 Derivative Alloys, TMS, 1992.
19. M. Burke και M. Miller, «"Precipitation in Alloy 718: A combined AEM and APFIM Investigation", Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives,» The Minerals, Metals and Materials Society, 1991.
20. Y. Lee, Y. Lu, L. Chen, P. Liaw και S. Thompson, «Hold-time effects on elevated-temperature low-cycle-fatigue and crack-propagation behaviors of HAYNES 188 superalloy,» Journal of Materials Science, 2009.
21. R. C. Reed, The Superalloys - Fundamentals and Applications, New York: Cambridge University Press, 2006.
22. M. J. Donachie and S. J. Donachie, Superalloys - A Technical Guide, 2nd ed., ASM International, 2002.
23. M. Retima, S. Bouyegh and H. Chadli, "Effect of the heat treatment on the microstructural evolution of the nickel based superalloy," Metalurgija-MJoM, vol. 17, no. 2, 2011.
24. J. R. Oradei Basile, Metallurgy and Applications of Superalloys 718,625 and Various Derivatives, Pittsburgh: E.A. Lotia, 1991.
25. S. Zhang and D. Zhao, Eds., Aerospace Materials Handbook, CRC Press, 2013.
26. K.L Kruger, Haynes 282 alloy, Haynes International, Inc., Kokomo, IN, United States
27. H. Bhadeshia, Nickel Based Superalloys, University of Cambridge, 2013.
28. S. S. Handa, «Precipitation of carbides in a Ni-based Superalloy,» University West, Department of Engineering Science, 2014.
29. J. N. DuPont, J. C. Lippold and S. D. Kiser, Welding and Weldability of Nickel-Base Alloys, John Wiley & Sons, Inc., 2009.
30. Β. Παπάζογλου και Παντελής Δ.Ι., Επιστήμη και Τεχνική Συγκολλήσεων, Αθήνα: ΕΜΠ, 2014.
31. Γ. Χαιδεμενόπουλος, Εισαγωγή στις Συγκολλήσεις, Αθήνα: Τζιόλα, 2010.

32. M. C. Chatuverdi, Επμ., Welding and joining of aerospace materials, Woodhead Publishing, 2012.
33. H.Granjon, Fundamentals of Welding Metallurgy, Abington Publishing, 2010.
34. Welding, Brazing and Soldering, ASM International, 1990
35. M. Balasubramanian, V. Jalabayan, Effect of Pulsed Current Gas Tungstem Arc Welding Parameters on Microstructure of Titanium Alloy Welds, Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2009
36. T. Senthil Kumar, V. Balasubramanian, Effect of Pulsed Current GTA Welding Parameters on the Fusion Zone Microstructure of AA 6061 Aluminium Alloy, METALS AND MATERIALS International, Vol. 13, No. 4 , pp. 345~351, 2007
37. M. Indira Rani, R.N Marpu, Effect of Pulsed TIG Welding Parameters on Mechanical Properties of J-Joint Strength of Aa6351
38. M. Yousefieh, M. Shamanian, Influence of Heat Input in Pulsed Current GTAW Process on Microstructure and Corrosion Resistance of Duplex Stainless Steel Welds, Journal of Iron and Steel Research, International,, 18(9): 65-69, 78, 2011
39. Shing-Hoa Wang, Po-Kay Chiu, Gamma(γ) phase transformation in pulsed GTAW weld metal of duplex stainless steels, Materials Science and Engineering A, 2006
40. G.Pimenta, R.A Jarman, Corrosion of Metal Joints, Elsevier B.V, 2010
41. C.J Boehlert, S.C Longanbach, A comparison of the microstructure and creep behavior of cold rolled HAYNES 230 alloy and HAYNES 282 alloy, Materials Science and Engineering A, 2011
42. G. Tani, A. Ascari, A study on shielding gas contamination in laser welding of non-ferrous alloys, Applied Surface Science, 2007
43. D.S Zhou, An HREM study of the intergrowth structures of σ related phases and the μ phase, Philosophical Magazine A, 1988
44. Hui Li, Shuang Xia, Atomic scale study of grain boundary segregation before carbide nucleation in Ni-Cr-Fe alloys, Journal of Nuclear Materials, 2013
45. J.N Wagner, M. Hofmann, Comparison of intergranular strain formation of conventional and newly developed nickel based superalloys, Materials Science & Engineering A, 2016
46. Carlo Mapeli, Chiara Gasalino, Comparison of the combined oxidation and sulphidation behavior of nickel- and cobalt- based alloys at high temperatures, Journal of Materials Research and Technology, 2020

47. Sylvio Haas, Joel Andersson, Correlation of precipitate evolution with Vickers hardness in Haynes 282 superalloy: In-situ high energy SAXS/WAXS investigation, *Materials Science & Engineering A*, 2018
48. L.M Pike, Development of a fabricable gamma-prime (γ') strengthened superalloy, *The Minerals, Metals & Materials Society*, 2008
49. S. Tosto, Diffusion processes and Weldability of Hot-Pressed RENE 41 Superalloy, *METALLOGRAPHY*, 1984
50. Yunpeng May, Yongchang Liu, Effect of base metal and welding speed on fusion zone microstructure and HAZ hot-cracking of electron beam welded Inconel-718, *Materials Design*, 2015
51. J. Li, H.M Wang, Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of laser melting deposited Ni-base superalloy Rene 41, *Materials Science & Engineering A*, 2012
52. Kyeong-Yong Shin, Jin-Hyeok Kim, Effects of heat treatment on the microstructure evolution and the high temperature tensile properties of Haynes 282 superalloy, *Materials Science & Engineering A*, 2019
53. H.Xiao, S.M Li, Effects of laser modes on Nb segregation and Laves phase formation during laser additive manufacturing of nickel-based superalloy, *Materials Letters*
54. Liang Zheng. Guoqing Zhang, Effects of vacuum on gas content, oxide inclusions and mechanical properties of Ni-based superalloy using electron beam button and synchrotron diffraction, *Materials & Design*, 2021
55. K.A Unocic, M.M Kirka, Evaluation of additive electron beam melting of Haynes 282 alloy, *Materials Science & Engineering A*, 2019
56. Huixin Jin, Jianxin Zhang, First principles investigations of effects of solute elements on stability an electronic structure of Laves phase/matrix interface in Ni-based superalloys, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2020
57. Jonathan D. Bush, Flux Entrapment and Titanium Nitride Defects in Electroslag Remelting of INCOLOY alloys 800 and 825, *The Minerals, Metals and Materials Society and ASM International*, 2013
58. F. Long, Y.S Yoo, Formation of η and σ phase in three polycrystalline superalloys and their impact on tensile properties, *Materials Science & Engineering A*, 2009
59. Jeffrey A. Hawk, Gamma prime stability in Haynes 282: Theoretical and Experimental Considerations, *ASM Internatioanal*, 2015

60. Juraj Belan, GCP and TCP phases presented in nickel-based superalloys, *Materials Today: Proceedings* 3, 2016
61. Haynes 282 Alloy, Principal Features, Haynes International, 2017
62. A.O Ojo, Heat Affected Zone Cracking in Nickel-based superalloys and the role of minor elements, *Welding and Joining of Aerospace Materials*, 2021
63. Fei Sun, High resolution transmission electron microscopy studies of σ -phase in Ni-based single crystal superalloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 2012
64. Fei Yan, Influence of heat input on HAZ liquation cracking in laser welded GH909 alloy, *Optics & Laser Technology*, 2017
65. Ceena Joseph, Influence of heat treatment on the microstructure and tensile properties of Ni-base superalloy Haynes-282, *Materials Science & Engineering A*, 2016
66. Xi-Chun Chen, Investigation of oxide inclusions and primary carbonitrides in Inconel 718 superalloy refined through Electroslag Remelting Process, *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*, 2012
67. Xiaoyong Gao, Investigation on the formation mechanism of non-metallic inclusions in high aluminum and titanium alloyed Ni-based superalloy, *Vacuum*, 2020
68. F. Masoumi, Kinetics and mechanisms of γ' reprecipitation in a Ni-based superalloy, *Scientific Reports*, 2016
69. Lawrence Opeyemi Osoba, A study on laser weldability improvement of newly developed 282 superalloy, *University of Manitoba, Department of Mechanical and Manufacturing Engineering*, 2012
70. Fencheng Liu, Laves phase control of Inconel 718 superalloy fabricated by laser direct energy deposition via δ aging and solution treatment, *Journal of Materials Research and Technology*, 2020
71. L.M Pike, Long term thermal exposure of Haynes 282 alloy, *The Minerals, Metals and Materials Society*, 2010
72. L.O Osoba, Microstructural analysis of laser weld fusion zone in Haynes 282 superalloy, *Materials Characterization*, 2012
73. Adelajda Polkowska, Microstructure and Hardness evolution in Haynes 282 nickel-based superalloy during multi-variant aging heat treatment, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2019
74. A. Ramakrishnan, Microstructure and mechanical properties of direct metal deposited Haynes 282 superalloy, *Materials Science and Engineering A*, 2019

75. Mageshwari Kamarasamy, Microstructure and mechanical properties of friction stir welded Haynes 282, *Materials Characterization*, 2021
76. Abdul Shaafi Shaikh, Microstructure and mechanical properties of Haynes 282 superalloy produced by laser powder bed fusion, *Materials Today Communications*, 2021
77. J. Li, Microstructure and mechanical properties of rapid directionally solidified Ni-base superalloy Rene 41 by laser melting deposition manufacturing, *Materials Science and Engineering A*, 2010
78. Sila Ece Atabay, Microstructure and mechanical properties of Rene 41 alloy manufactured by laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering A*, 2020
79. A. Ghoneim, Microstructure and mechanical response of transient liquid phase joint in Haynes 282 superalloy, *Materials Characterization*, 2011
80. Haibo Long, Minimum interface misfit criterion for the precipitation morphologies of TCP phases in Ni-based single crystal superalloy, *Intermetallics*, 2018
81. Qun Yu, New Ni-based superalloys designed for laser additive manufacturing, *Journal of Alloys and Compounds*, 2020
82. T. Yonezawa, *Nickel Alloys*, Tohoku University, 2016
83. F. Long, Phase transformation of η and σ phases in an experimental nickel-based superalloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 2008
84. Kevin Vattappara, Physical and thermodynamic stimulations of gamma-prime precipitation in Haynes 282 using arc heat treatment, *Journal of Alloys and Compounds*, 2021
85. Zhengwu Zhu, Planar – cellular – dendritic transformation in the fusion zone of GH909 superalloy weldment, *Journal of Materials Research and Technology*, 2020
86. Bowen Cheng, Precipitation and transformation of σ phase in a selective laser melted high-chromium superalloy subjected in heat treatment, *Micron*, 2021
87. Kinga A. Unocic, Single-step aging heat treatment for a precipitation-strengthened Ni-based alloy and its influence on high-temperature mechanical behavior, *Scripta Materialia*, 2019
88. Mohammad Javad Sohrabi, Solidification behavior and Laves phase dissolution during homogenization heat treatment of Inconel 718 superalloy, *Vacuum*, 2018
89. Yuan Chen, Study on the element segregation and Laves phase transformation in the laser metal deposited IN718 superalloy by flat top laser and gaussian distribution laser, *Materials Science and Engineering A*, 2019

90. K.H Kuo, Tetrahedrally closed-packed phases in superalloys: new phases and domain structures observed by high-resolution electron microscopy, *Journal of Materials Science* 21, 1986
91. Xingbo Liu, The appearance of magnesium and its effect on the mechanical properties of Inconel 718 with low sulfur content, *Materials Science and Engineering A*, 2001
92. Andrew Brittan, The performance of Haynes 282 and its weld in supercritical CO₂, *Materials Science and Engineering A*, 2019
93. Jonas Saarimaki, Time- and cycle- dependent crack propagation in Haynes 282, *Materials Science and Engineering A*, 2016
94. Kaustav Barat, Ultrasonic quantification of high temperature cyclic damage in an advanced nickel-based superalloy, *Materials Science and Engineering A*, 2014
95. J.L Caron, Weldability of Nickel-Based Alloys, Haynes International, 2014
96. Stoichko Antonov, σ and η phase formation in advanced polycrystalline Ni-base superalloys, *Materials Science and Engineering A*, 2017
97. George F. Vander Voort, *Metallography and Microstructures*, ASM International, 2004
98. Παπαδημητρίου Γ. Δ., *Γενική Μεταλλογνωσία II, Τα Κράματα*, Αθήνα, 1993.
99. Παπαδημητρίου Γ. Δ., *Εργαστηριακές Ασκήσεις Γενικής Μεταλλογνωσίας II*, Αθήνα, 1993.