



**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**  
**ΣΧΟΛΗ ΧΗΜΙΚΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ**  
**Δ.Π.Μ.Σ. «ΕΠΙΣΤΗΜΗ & ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ»**

**Θερμικές Κατεργασίες Γήρανσης Κραμάτων Αλουμινίου Al-Cu-Li  
για Προσομοίωση Μείωσης Μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ**

Μεταπτυχιακή Εργασία

**Σταυρούλα Μαρίτσα**

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων – Μεταλλουργός ΕΜΠ, 2021

**Επιβλέπουσα Καθηγήτρια: Άννα Δ. Ζερβάκη, Επίκουρη Καθηγήτρια ΕΜΠ**

*Αθήνα, Ιούνιος 2023*





**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**  
**ΣΧΟΛΗ ΧΗΜΙΚΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ**  
**Δ.Π.Μ.Σ. «ΕΠΙΣΤΗΜΗ & ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ»**

**Θερμικές Κατεργασίες Γήρανσης Κραμάτων Αλουμινίου Al-Cu-Li  
για Προσομοίωση Μείωσης Μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ**

Μεταπτυχιακή Εργασία

**Σταυρούλα Μαρίτσα**

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων – Μεταλλουργός ΕΜΠ, 2021

**Επιβλέπουσα Καθηγήτρια: Άννα Δ. Ζερβάκη, Επίκουρη Καθηγήτρια ΕΜΠ**

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις 04/07/2023

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

Π. Τσακιρίδης, Επικ. Καθηγητής ..... (Υπογραφή)

Α. Ζερβάκη, Επικ. Καθηγήτρια ..... (Υπογραφή)

Copyright © Σταυρούλα Μαρίτσα

Με επιφύλαξη κάθε δικαιώματος. All rights reserved.

## Ευχαριστίες

Για την ευκαιρία που μου δόθηκε να εργαστώ πάνω σε ένα ενδιαφέρον θέμα, για την εμπιστοσύνη που έδειξε στο πρόσωπο μου και για το αμείωτο ενδιαφέρον και υποστήριξη όλο αυτόν τον καιρό, ευχαριστώ θερμά την επιβλέπουσα της Μεταπτυχιακής Εργασίας μου Άννα Ζερβάκη, Επικ. Καθηγήτρια της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, ΕΜΠ.

Θερμές ευχαριστίες στον Διευθυντή του Εργαστηρίου Υλικών του Τμήματος Μηχανολόγων Μηχανικών του Πανεπιστημίου Θεσσαλίας καθ. Γ. Χαϊδεμενόπουλο για την παροχή του υλικού και την πρόσβαση στα λογισμικά Thermo-Calc και DICTRA, και στην Δρ. Ελένη Καμούτση για την υποστήριξη στην πρόσβαση των λογισμικών.

Θερμές ευχαριστίες στο Διευθυντή του Κέντρου Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών ΕΜΠ καθ. Γ. Φούρλαρη και στο μέλος του Κέντρου Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Επ. Καθ. κ. Π. Τσακιρίδη, για την διενέργεια των αναλύσεων TEM στα πλαίσια της συνεργασίας για την υλοποίηση του Ερευνητικού προγράμματος Παροχής Υπηρεσιών 62398900 του ENT.

Για τις συμβουλές στην εκτέλεση του πειραματικού μέρους της Μεταπτυχιακής Εργασίας μου και τις επικοινωνητικές συζητήσεις, ευχαριστώ θερμά τον κ. Αθανάσιο Μαρκουλή, ΕΕΔΙΠ του εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, ΕΜΠ.

Για την υποστήριξη στην εκτέλεση του πειραματικού μέρους, ευχαριστώ την κα. Χαρίκλεια Σαράφογλου, ΕΕΔΙΠ του εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας και την κα. Θεοδώρα Τσιούρβα, ΕΤΕΠ του εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας.

Τέλος, νιώθω την επιθυμία να εκφράσω και ένα μεγάλο ευχαριστώ σε όλους όσους μου στάθηκαν αυτήν την περίοδο και με βοήθησαν να καταφέρω να ανταπεξέλθω στις δυσκολίες που συνάντησα, και ιδιαίτερα στον Χάρη, στην Ιωάννα και στην Φραντζέσκα.

# Περιεχόμενα

Ευχαριστίες.....	5
Λίστα Εικόνων.....	8
Λίστα Πινάκων.....	10
Λίστα Διαγραμμάτων.....	11
Περίληψη.....	13
Abstract.....	14
1. Εισαγωγή.....	15
2. Θεωρητικό Μέρος.....	18
2.1. Κράματα Al-Cu-Li.....	18
2.2. Κράμα AA2198.....	20
2.3. Ζώνες Συγκολλήσεων.....	22
2.4. Συγκόλληση Κράματος AA2198.....	24
2.5. Πειραματικά Δεδομένα Συγκόλλησης LBW κράματος AA2198.....	26
3. Υπολογιστικό Μέρος.....	30
3.1. Μετάδοση Θερμότητας στις Συγκολλήσεις – Λύσεις Rosenthal.....	30
3.1.1. Υπολογισμός Θερμοκρασιακού Πεδίου – Λογισμικό Mathematica.....	32
3.2. Κατακρημνίσματα Ισχυροποίησης και η Εξέλιξη τους Κατά τη Διάρκεια του Θερμικού Κύκλου της Συγκόλλησης.....	39
3.2.1. Λογισμικό Thermo-Calc.....	39
3.2.2. Diffusion Module (DICTRA).....	41
4. Πειραματικό Μέρος.....	48
4.1. Υλικό.....	48
4.2. Θερμικές Κατεργασίες.....	49
4.3. Μεταλλογραφική Προετοιμασία.....	50

4.4.	Χημική Προσβολή (Etching).....	51
4.5.	Μικροσκληρομέτρηση Vickers .....	54
4.6.	Οπτική Μικροσκοπία.....	55
4.7.	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM).....	55
4.8.	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διέλευσης (TEM) .....	56
5.	Παρουσίαση και Συζήτηση Αποτελεσμάτων .....	57
5.1.	Αποτελέσματα Μικροσκληρομετρήσεων.....	57
5.1.1.	Θερμικές Κατεργασίες Γήρανσης.....	57
5.1.2.	Θερμικές Κατεργασίες Υπεργήρανσης .....	62
5.2.	Ανάλυση Μικροδομής .....	63
5.2.1.	Οπτική Μικροσκοπία (OM) .....	63
5.2.2.	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM).....	66
5.2.3.	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διέλευσης (TEM) .....	70
6.	Προσομοίωση Μικροσκληρότητας με Ισόθερμες Θερμικές Κατεργασίες.....	81
6.1.	Αντιστοίχιση Ισόθερων Θερμικών Κατεργασιών με το Προφίλ Μικροσκληροτήτων	81
6.2.	Θεωρητικός Υπολογισμός Μεταβολής Μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ .....	83
7.	Συμπεράσματα.....	86
8.	Προτάσεις για Μελλοντική Έρευνα .....	88
	Βιβλιογραφία .....	89

## Λίστα Εικόνων

<b>Εικόνα 1.</b> Σχηματική απεικόνιση της μεθοδολογίας για την προσομοίωση της μικροσκληρότητας στη ΘΕΖ (ΜΒ = μέταλλο βάσης, ΘΕΖ = θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ΜΣ = μέταλλο συγκόλλησης).....	16
<b>Εικόνα 2.</b> Σχηματική απεικόνιση της μεθοδολογίας που ακολουθήθηκε στην παρούσα εργασία. ....	17
<b>Εικόνα 3.</b> Καμπύλες σκλήρυνσης μέσω τεχνητής γήρανσης όπου φαίνονται οι βέλτιστες συνθήκες για την επίτευξη της μέγιστης σκληρότητας. Σε κάθε περίπτωση έχει προηγηθεί διαλυτοποίηση για θερμοκρασία και χρόνο (α) 500°C για 4 h [14], (β) 500°C για 1h [11], (γ) [13], (δ) 510 °C για 2h [12].....	22
<b>Εικόνα 4.</b> Σχηματική απεικόνιση των ζωνών σε μία ραφή μετωπικής συγκόλλησης όπου (1) ΜΣ (2) ΖΜΤ (3)ΘΕΖ (4) ΒΜ [19].....	23
<b>Εικόνα 5.</b> Κατακρημνίσματα που εμφανίζονται σε διαφορετικές ζώνες σε συγκόλληση FSW κράματος AA2198-T8 [17].....	26
<b>Εικόνα 6.</b> Σχηματική απεικόνιση του μηχανισμού heyhole στις συγκολλήσεις laser [35]......	27
<b>Εικόνα 7.</b> Μακροδομή συγκόλλησης LBW AA2198 (εγκάρσια τομή), και συντεταγμένες σημείων στο σύνορο ΜΣ και ΘΕΖ [8].....	27
<b>Εικόνα 8.</b> Μικρογραφίες ΟΜ από την ζώνη (α) ΘΕΖ (β) Β.Μ [8].....	29
<b>Εικόνα 9.</b> Γεωμετρικό μοντέλο ελάσματος που συγκολλείται με στόχο την επίλυση του προβλήματος μετάδοσης θερμότητας. ....	30
<b>Εικόνα 10.</b> Σύγκριση του προφίλ μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ με το θερμοκρασιακό μοντέλο που υπολογίστηκε μέσω του Mathematica.....	38
<b>Εικόνα 11.</b> Τα μέγιστα μήκη στο υλικό που φθάνουν οι θερμοκρασίες των 175, 200, 300, 400, 450, 500, 550, 600, 651°C, και οι χρόνοι που απαιτούνται. ....	39
<b>Εικόνα 12.</b> Διάγραμμα φάσεων για το κράμα AA2198, η βάση δεδομένων που χρησιμοποιήθηκε είναι ηTCAL7. ....	40
<b>Εικόνα 13.</b> Γεωμετρικά μοντέλα (cells) που χρησιμοποιήθηκαν για τους υπολογισμούς στο DICTRA. ....	43
<b>Εικόνα 14.</b> Αρχικό έλασμα AA2198-T351 και μέγεθος δειγμάτων που κόπηκαν.....	48



<b>Εικόνα 15.</b> Σχηματικό μοντέλο που δείχνει: (α) σχηματισμό στρώματος πλούσιο σε χαλκό (b) σχηματισμό νανοσωματιδίων πλούσιων σε χαλκό στο στρώμα, (c) πρώιμη μορφή επιφάνειας με ανάγλυφο νανοκλίμακας, (d) χαρακτηριστική επιφάνεια με ανάγλυφο νανοκλίμακας, (e) αποκόλληση νανοσωματιδίων πλούσιων σε χαλκό και (f) δυναμική σταθεροποίηση της νανουφής της επιφάνειας [38].....	53
<b>Εικόνα 16.</b> Σχηματική αναπαράσταση της δοκιμής Vickers [41].....	54
<b>Εικόνα 17.</b> Εικόνα OM δοκιμίου as-received κατά την διεύθυνση έλασης.....	63
<b>Εικόνα 18.</b> Εικόνα OM θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου 550°C/20min, κατά την διεύθυνση της έλασης (α) x50 (β) x100.....	64
<b>Εικόνα 19.</b> Εικόνα OM θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 200°C για (α) 8h και (β) 48h. ....	65
<b>Εικόνα 20.</b> Μικρογραφίες BSE του θερμικά κατεργασμένου δείγματος 200°C/48h.....	67
<b>Εικόνα 21.</b> Μικρογραφίες BSE του θερμικά κατεργασμένου δείγματος 200°C/48h.....	69
<b>Εικόνα 22.</b> Μικρογραφίες TEM του δοκιμίου as-received (α),(δ) BF (β),(ε) DF κατακρημνίσματα θ' (γ),(ζ) DF σωματίδια B.....	70
<b>Εικόνα 23.</b> Μικρογραφίες TEM και φάσματα στα οποία πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις EDS στο δοκίμιο as-received.....	71
<b>Εικόνα 24.</b> Μικρογραφίες TEM BF όπου φαίνεται η ύπαρξη κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων.....	72
<b>Εικόνα 25.</b> Μικρογραφίες TEM του θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου 200°C/48h (α),(γ) BF κατακρημνίσματα θ' (β),(δ) DF κατακρημνίσματα θ'.....	73
<b>Εικόνα 26.</b> Μικρογραφίες TEM και φάσματα στα οποία πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις EDS στο θερμικά κατεργασμένο δείγμα 200°C/48h.....	74
<b>Εικόνα 27.</b> Μικρογραφίες TEM του θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου 500°C/20min (α) BF όπου φαίνονται οι δύο κύριοι τύποι κατακρημνισμάτων, (β)&(δ) BF (γ) DF της β, (ε)&(στ) DF της δ.....	76
<b>Εικόνα 28.</b> Μικρογραφίες TEM και φάσματα στα οποία πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις EDS στο δοκίμιο 500°C/20min.....	77
<b>Εικόνα 29.</b> Μικρογραφία TEM BF όπου φαίνεται η ύπαρξη κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων.....	78

## Λίστα Πινάκων

<b>Πίνακας 1.</b> Χαρακτηριστικά συνήθων κατακρημνισμάτων που εντοπίζονται στο κράμα AA2198. .....	21
<b>Πίνακας 2.</b> Συνθήκες συγκόλλησης ελάσματος AA2198 bead-on-plate.....	26
<b>Πίνακας 3.</b> Τιμές μικροσκληρότητας σε σχέση με την απόσταση από το κέντρο της συγκόλλησης [8].....	29
<b>Πίνακας 4.</b> Τιμές που εισάχθηκαν για το γεωμετρικό μοντέλο των υπολογισμών του DICTRA. .....	43
<b>Πίνακας 5.</b> Σύσταση του κράματος AA2198 (% κ.β.).....	48
<b>Πίνακας 6.</b> Μηχανικές και φυσικές ιδιότητες ελάσματος AA2198-T351.....	49
<b>Πίνακας 7.</b> Θερμοκρασίες και χρόνοι παραμονής των θερμικών κατεργασιών που πραγματοποιήθηκαν. Σε κάθε περίπτωση ακολούθησε ταχεία ψύξη με βαφή σε νερό.....	50
<b>Πίνακας 8.</b> Μέσα προσβολής που χρησιμοποιήθηκαν για την αποκάλυψη της μικροδομής των δειγμάτων.....	52
<b>Πίνακας 9.</b> Ποσοστά στοιχείων (at. %) που υπολογίστηκαν στο κάθε φάσμα της Εικόνα 20....	66
<b>Πίνακας 10.</b> Ατομικά ποσοστά στοιχείων που υπολογίστηκαν στο κάθε φάσμα της Εικόνα 21.68	
<b>Πίνακας 11.</b> Αναλύσεις EDS των φασμάτων στην Εικόνα 23.....	71
<b>Πίνακας 12.</b> Αναλύσεις EDS των φασμάτων στην Εικόνα 26.....	74
<b>Πίνακας 13.</b> Αναλύσεις EDS των φασμάτων της Εικόνας 28.....	77
<b>Πίνακας 14.</b> Σύγκριση του πάχους και του κλάσματος όγκου των φάσεων θ' και T1 στις διάφορες θερμικές κατεργασίες, σε συνδυασμό με τις μικροσκληρότητες.....	79

## Λίστα Διαγραμμάτων

<b>Διάγραμμα 1.</b> Δημοσιεύσεις στο ευρετήριο Scopus σχετικά με κράματα Al-Cu-Li στις κατηγορίες “Engineering” και “Materials Science”, ανά έτος.....	19
<b>Διάγραμμα 2.</b> Προφίλ μικροσκληρότητας στο LBW AA2198 [8].....	28
<b>Διάγραμμα 3.</b> Θερμοκρασιακή κατανομή σε σχέση με το βάθος $z$ και το πλάτος $y$ του ελάσματος, στο σημείο $x=0$ για χρόνο $t=0.031s$ και $v=0.47$ . Οι πράσινες τελείες δείχνουν τα πειραματικά σημεία της Εικόνα 7, ενώ οι κόκκινες τα σημεία όπου πραγματοποιήθηκαν οι μικροσκληρομετρήσεις του Διάγραμμα 2. ....	33
<b>Διάγραμμα 4.</b> Μεταβολή των ισόθερων θερμοκρασιακών καμπυλών με την πάροδο του χρόνου (α) την στιγμή $t=0$ που ξεκινάει η συγκόλληση (β) την στιγμή $t=0.031s$ η $T_{liq}$ φτάνει το μέγιστο εύρος της (γ) με το πέρασμα του χρόνου το υλικό στο κέντρο της συγκόλλησης ξεκινάει να ψύχεται, ενώ η θερμότητα μεταφέρεται στην μάζα του ελάσματος αυξάνοντας την θερμοκρασία του στην περιοχή γύρω από την συγκόλληση. Οι πράσινες τελείες δείχνουν τα πειραματικά σημεία της Εικόνα 7.....	34
<b>Διάγραμμα 5.</b> Σύγκριση των πειραματικών σημείων της Εικόνα 7 με τα θεωρητικά σημεία της $T_{liquidus}$ στο ίδιο βάθος του Διάγραμμα 3. ....	35
<b>Διάγραμμα 6.</b> Μεταβολή θερμοκρασίας σε σχέση με το $y$ (mm) στο σημείο $x=0$ και σε βάθος $z=1mm$ .....	36
<b>Διάγραμμα 7.</b> Μεταβολή της θερμοκρασίας ως προς τον χρόνο της συγκόλλησης στο κάθε σημείο όπου πραγματοποιήθηκαν οι μικροσκληρομετρήσεις στο έλασμα (κόκκινες τελείες στην Εικόνα). Στο υπόμνημα υποδεικνύεται η συντεταγμένη $y$ (mm) του κάθε σημείου. ....	36
<b>Διάγραμμα 8.</b> Κλάσμα όγκου των συνήθων κατακρημνισμάτων στο κράμα 2198, ως προς την θερμοκρασία. ....	41
<b>Διάγραμμα 9.</b> Κλάσμα όγκου της φάσης $\theta'$ ως προς τον χρόνο παραμονής σε θερμοκρασία (α) $450^{\circ}C$ και (β) $500^{\circ}C$ .....	44
<b>Διάγραμμα 10.</b> Κλάσμα όγκου της $T_1$ ως προς τον χρόνο παραμονής σε θερμοκρασία (α) $450^{\circ}C$ και (β) $500^{\circ}C$ . ....	45
<b>Διάγραμμα 11.</b> Ρυθμός αύξησης της μέγιστης διαμέτρου (nm) του κατακρημνίσματος $\theta'$ σε σχέση με τον χρόνο παραμονής σε θερμοκρασίες (α) $200^{\circ}C$ (β) $250^{\circ}C$ (γ) $300^{\circ}C$ . ....	46

<b>Διάγραμμα 12.</b> Ποσοστό αύξησης της μέγιστης διαμέτρου (nm) του κατακρημνίσματος θ' σε σχέση με την αρχική διάμετρο, για διάφορες θερμοκρασίες. ....	47
<b>Διάγραμμα 13.</b> Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 450°C για 5, 10, 20, 40 και 60 min. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε διαστήματα από 0h έως 18 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία. ....	57
<b>Διάγραμμα 14.</b> Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 500°C για 10, 20, 40 και 60 min. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε διαστήματα από 0h έως 15 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία. ....	58
<b>Διάγραμμα 15.</b> Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 550°C για 5, 10, 20, 40 και 60 min. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε διαστήματα από 0h έως 18 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία. ....	59
<b>Διάγραμμα 16.</b> Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικών κατεργασιών που επαναλήφθηκαν για την εξακρίβωση της επαναληψιμότητας (α) 450°C/20min (β) 500°C/20min (γ) 550°C/5min και 550°C/20min.....	60
<b>Διάγραμμα 17.</b> Σύγκριση αποτελεσμάτων μικροσκληρομετρήσεων με βάση τον χρόνο θερμικής κατεργασίας (α) δοκίμια που παρέμειναν στους 450, 500 και 550°C για 10 min (β) 20min (γ) 40min και (δ) 60min.....	61
<b>Διάγραμμα 18.</b> Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δοκιμίων υπεργήρανσης. ....	62
<b>Διάγραμμα 19.</b> Πειραματικό προφίλ μικροσκληρότητας σε σχέση με την απόσταση από το κέντρο της συγκόλλησης (μαύρη γραμμή), σε σύγκριση με τις σκληρότητες που προκύπτουν από ισόθερμες θερμικές κατεργασίες (κόκκινες τελείες). ....	81
<b>Διάγραμμα 20.</b> Σύγκριση πειραματικών μετρήσεων και θεωρητικών υπολογισμών της μικροσκληρότητας για τα δύο δοκίμια που έχουν υποστεί διαλυτοποίηση και διεύρυνση. ....	84

## Περίληψη

Για την κατανόηση της συμπεριφοράς των συγκολλητών κατασκευών σε σχέση με την ανοχή τους στη βλάβη, η εφαρμογή της μηχανικής θραύσεων χρησιμεύει ως εργαλείο. Ωστόσο, οι μέθοδοι που χρησιμοποιούνται παραβλέπουν τις αλλαγές στη μικροδομή εντός της Θερμικά Επηρεασμένης Ζώνης (ΘΕΖ), οι οποίες οδηγούν σε υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού. Ο σκοπός αυτής της μελέτης είναι να προσομοιωθεί η εξέλιξη της μικροσκληρότητας στη ΘΕΖ κράματος AA2198-T351 μετά από συγκόλληση με δέσμη laser (LBW). Το υλικό αντιπροσωπεύει την τελευταία γενιά κραμάτων Al-Cu-Li, τα οποία παρουσιάζουν χαμηλότερη πυκνότητα, βελτιωμένες μηχανικές ιδιότητες, βελτιωμένη συμπεριφορά ανοχής στη βλάβη, καλύτερη ανοχή στη διάβρωση και καλύτερη συμπεριφορά σε κόπωση σε σύγκριση με τα συμβατικά κράματα Al-Cu. Σε αυτή την εργασία, μετρήθηκε η μεταβολή της μικροσκληρότητας συγκόλλησης laser AA2198 και στη συνέχεια, μέσω ισόθερων θερμικών κατεργασιών σε δοκίμια, οι τιμές μικροσκληρότητας της ΘΕΖ αναπαρήχθησαν. Οι συνθήκες των θερμικών κατεργασιών ( $T$ ,  $t$ ) επιλέχθηκαν σύμφωνα με τους θερμικούς κύκλους που υποβλήθηκε κάθε περιοχή της ΘΕΖ κατά τη συγκόλληση. Χρησιμοποιήθηκαν τα λογισμικά ThermoCalc και DICTRA για τον προσδιορισμό των κατακρημνισμάτων ισχυροποίησης και της εξέλιξής τους (διαλυτοποίηση και διεύρυνση) κατά τη διάρκεια του θερμικού κύκλου της συγκόλλησης. Η μικροδομή των θερμικά κατεργασμένων δοκιμίων μελετήθηκε με χρήση οπτικής μικροσκοπίας (OM), ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM) και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης (TEM) για τον προσδιορισμό των κατακρημνισμάτων και των χαρακτηριστικών τους (κλάσμα όγκου και μέγεθος). Το κύριο συμπέρασμα αυτής της μελέτης είναι ότι είναι εφικτή η προσομοίωση της εξέλιξης της μικροδομής στη ΘΕΖ μέσω της εφαρμογής ισόθερων θερμικών κατεργασιών. Αυτό σημαίνει ότι είναι δυνατή η κατασκευή δοκιμίων για δοκιμές ανάπτυξης ρωγμών κόπωσης, επιτρέποντας την πειραματική εξέταση της συμπεριφοράς ανοχής σε βλάβη σε συγκολλητές κατασκευές.

## Abstract

To comprehend the behavior of welded structures in regards to their damage tolerance, the application of fracture mechanics serves as the instrumental tool. However, the methods employed ignore the changes in the microstructure within the Heat-Affected Zone (HAZ), which lead to degradation of the mechanical properties of the material. The purpose of this study is to simulate microhardness evolution in the Heat Affected Zone (HAZ) of AA2198-T351 LBW. The material represents the latest generation of Al-Cu-Li alloys, which exhibit improved mechanical properties, enhanced damage tolerance behavior, lower density and better corrosion and fatigue crack growth resistance when compared to conventional Al-Cu alloys. In this work, the microhardness profile of LBW AA2198 was measured and subsequently, through isothermal heat treatments on samples the microhardness values of the HAZ were replicated. The conditions of the heat treatments ( $T$ ,  $t$ ) were selected in line with the thermal cycles that each area of the HAZ experienced during welding. ThermoCalc and DICTRA were employed in order to identify the strengthening precipitates and their evolution (dissolution and coarsening) during the weld thermal cycle. The microstructure of the heat-treated samples was studied by using OM, SEM and TEM, and the strengthening precipitates and their characteristics (volume fraction and size) were defined. The main conclusion of this study is that it is feasible to imitate the microstructure evolution within the HAZ through the implementation of isothermal heat treatments. This implies that it is possible to fabricate samples for fatigue crack growth tests, enabling the experimental examination of the damage tolerance behavior in welded structures.

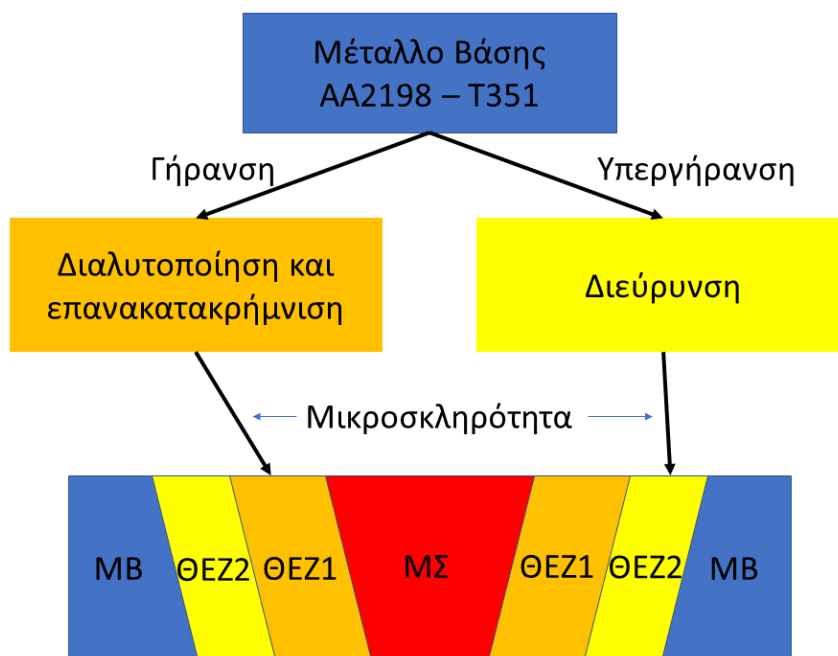
# 1. Εισαγωγή

Η παρούσα μεταπτυχιακή εργασία πραγματοποιήθηκε στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, ΕΜΠ.

Κύριος στόχος της μελέτης είναι η προσομοίωση της μείωσης της μικροσκληρότητας της Θερμικά Επερρασμένης Ζώνης (ΘΕΖ) κράματος Al-Cu-Li 2198 – T351 μέσω ισόθερμων θερμικών κατεργασιών. Αν αυτό είναι εφικτό, αυτό συνεπάγεται με το ότι δύναται να κατασκευαστούν δοκίμια τα οποία θα παρουσιάζουν παρόμοιες μηχανικές ιδιότητες με διάφορες περιοχές τις ΘΕΖ. Αυτό με τη σειρά του οδηγεί στο συμπέρασμα ότι τα δοκίμια αυτά μπορούν να υποβληθούν σε δοκιμές ανάπτυξης ρωγμών κόπωσης (fatigue crack growth - FCG) αντί των ίδιων των συγκολλήσεων, όπου η υποβολή τέτοιων δοκιμών στην ΘΕΖ είναι δύσκολη λόγω της διαφορετικής μικροδομής και του εξαιρετικά μικρού μεγέθους της [1]–[3]. Για την διερεύνηση των μηχανικών ιδιοτήτων και των ιδιοτήτων κόπωσης μεμονωμένων υποζωνών σε μία πραγματική ΘΕΖ απαιτούνται δοκίμια μικρού μεγέθους (subsize specimens), γεγονός που καθιστά τις δοκιμές πολύ απαιτητικές και τα αποτελέσματα αναξιόπιστα [3]. Η μελέτη της FCG συμπεριφοράς στις συγκολλήσεις είναι μεγάλης σημασίας, καθώς η συμπεριφορά αλλάζει στο μήκος της ραφής της συγκόλλησης λόγω των διαφορετικών θερμικών κύκλων που υπόκειται το υλικό. Πρόσφατες δημοσιεύσεις έχουν δείξει ότι ο ρυθμός FCG είναι μεγαλύτερος στη ΘΕΖ [2], [4]. Με αυτό τον τρόπο θα δοθεί ένα νέο εργαλείο για την πειραματική εξέταση συγκολλήσεων αναφορικά με την συμπεριφορά τους στην ανοχή σε βλάβη (damage tolerance behavior). Στην βιβλιογραφία υπάρχουν ορισμένες αναφορές ότι όντως είναι εφικτό να προσομοιωθεί η μικροσκληρότητα της ΘΕΖ μέσω ισόθερμων θερμικών κατεργασιών [5], ή ακόμα και να αναπαραχθούν δοκίμια με παρόμοια μικροδομή διαφόρων υποζωνών της ΘΕΖ [3], [6].

Το υλικό που επιλέχθηκε για την μελέτη αυτή είναι το κράμα AA2198, το οποίο ανήκει στην 3<sup>η</sup> γενιά κραμάτων Al-Cu-Li και παρουσιάζει ικανοποιητικό συνδυασμό χαμηλής πυκνότητας και μηχανικών ιδιοτήτων. Τα κράματα αυτά έχουν προσελκύσει σημαντικό ερευνητικό ενδιαφέρον τα τελευταία χρόνια λόγω των προοπτικών τους να αντικαταστήσουν συμβατικά κράματα των σειρών 2xxx και 7xxx που χρησιμοποιούνται στην αεροναυπηγική και στην αυτοκινητοβιομηχανία.

Κατά την συγκόλληση του κράματος AA2198, στη ΘΕΖ εξελίσσονται διάφορα μεταλλουργικά φαινόμενα λόγω των οποίων η ζώνη αυτή μπορεί να χωριστεί σε δύο υποζώνες. Η πρώτη είναι η ΘΕΖ<sub>1</sub> όπου η θερμοκρασία υπερβαίνει την θερμοκρασία διαλυτοποίησης των φάσεων ισχυροποίησης, άρα επικρατεί πλήρης διαλυτοποίηση και επανακατακρήμνιση των φάσεων ισχυροποίησης το οποίο ισοδυναμεί με γήρανση του υλικού. Η δεύτερη είναι η ΘΕΖ<sub>2</sub> όπου η θερμοκρασία είναι χαμηλότερη και επομένως δεν συμβαίνει διαλυτοποίηση αλλά διεύρυνση των φάσεων ισχυροποίησης που ισοδυναμεί με υπεργήρανση. Στην πραγματικότητα, δεν υπάρχει καθαρό όριο διάκρισης ανάμεσα σε αυτές τις δύο περιοχές, αλλά ανάμεσα τους βρίσκεται μία ζώνη όπου συμβαίνουν ταυτόχρονα και οι δύο διεργασίες διαλυτοποίησης και διεύρυνσης [7]. Για την απλοποίηση του προβλήματος στην παρούσα εργασία, θα θεωρηθεί ότι οι ζώνες είναι δύο και το όριο τους είναι διακριτό στην θερμοκρασία διαλυτοποίησης της κύριας φάσης ισχυροποίησης. Και στις δύο υποζώνες η σκληρότητα μειώνεται σε σχέση με το αρχικό υλικό. Άρα για την προσομοίωση της σκληρότητας στις ζώνες αυτές, πρέπει να προσδιοριστούν ισόθερμες θερμικές κατεργασίες γήρανσης και υπεργήρανσης. Η διαδικασία αυτή παρουσιάζεται στην σχηματικά στην Εικόνα 1.

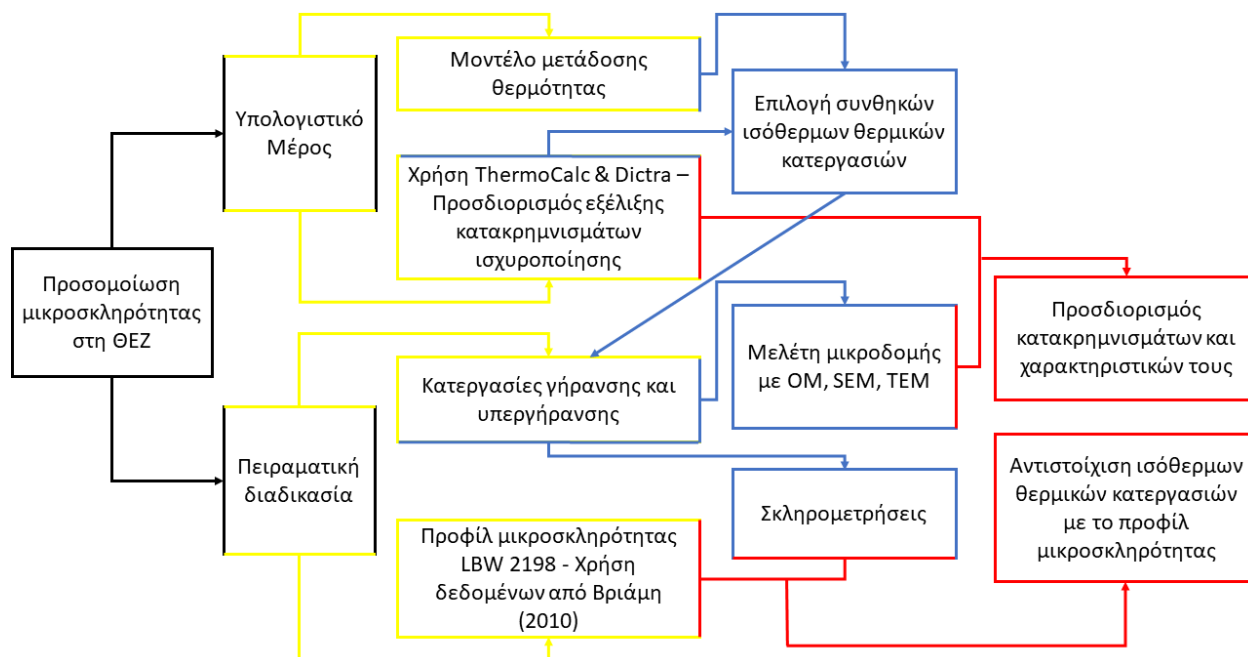


Εικόνα 1. Σχηματική απεικόνιση της μεθοδολογίας για την προσομοίωση της μικροσκληρότητας στη ΘΕΖ (ΜΒ = μέταλλο βάσης, ΘΕΖ = θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ΜΣ = μέταλλο συγκόλλησης).

Για την επίτευξη του στόχου αυτού, το πρώτο βήμα αποτέλεσε η μέτρηση ενός προφίλ μικροσκληροτήτων κατά μήκος μιας ραφής συγκόλλησης σε κράμα AA2198. Το προφίλ και τα



δεδομένα συγκόλλησης που χρησιμοποιήθηκαν ανήκουν στην μελέτη της Βριάμη (2010) [8], για μέθοδο συγκόλλησης Laser Beam Welding (LBW). Το επόμενο στάδιο ήταν ο υπολογισμός του θερμοκρασιακού πεδίου που αναπτύχθηκε στο υλικό κατά την συγκόλληση με τη χρήση των λύσεων Rosenthal και του λογισμικού Wolfram Mathematica. Μέσω αυτού υπολογίστηκαν οι θερμικοί κύκλοι που υπόκεινται τα σημεία ενδιαφέροντος κατά την συγκόλληση. Ακόμη, στο υπολογιστικό μέρος της εργασίας χρησιμοποιήθηκε το λογισμικό ThermoCalc [9] και η ενότητα Dictra [9] για την πρόβλεψη των κατακρημνισμάτων ισχυροποίησης και της εξέλιξής τους. Μέσω του υπολογιστικού μέρους επιλέχθηκαν η θερμοκρασία και ο χρόνος των ισόθερων θερμικών κατεργασιών γήρανσης και υπεργήρανσης που ακολούθησαν. Τα θερμικά κατεργασμένα δείγματα υποβλήθηκαν σε μικροσκληρομετρήσεις και ορισμένα επιλέχθηκαν για μελέτης της μικροδομής με χρήση οπτικής (OM) και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM, TEM). Τέλος, οι τιμές των μικροσκληροτήτων στο προφίλ της συγκόλλησης αντιστοιχήθηκαν με ανάλογες ισόθερες θερμικές κατεργασίες και προσδιορίστηκαν τα κατακρημνίσματα που δημιουργούνται κατά την γήρανση και υπεργήρανση, καθώς και τα χαρακτηριστικά τους (μορφή, μέγεθος, κλάσμα όγκου). Η διαδικασία αυτή απεικονίζεται σχηματικά στην Εικόνα 2.



Εικόνα 2. Σχηματική απεικόνιση της μεθοδολογίας που ακολουθήθηκε στην παρούσα εργασία.

## 2. Θεωρητικό Μέρος

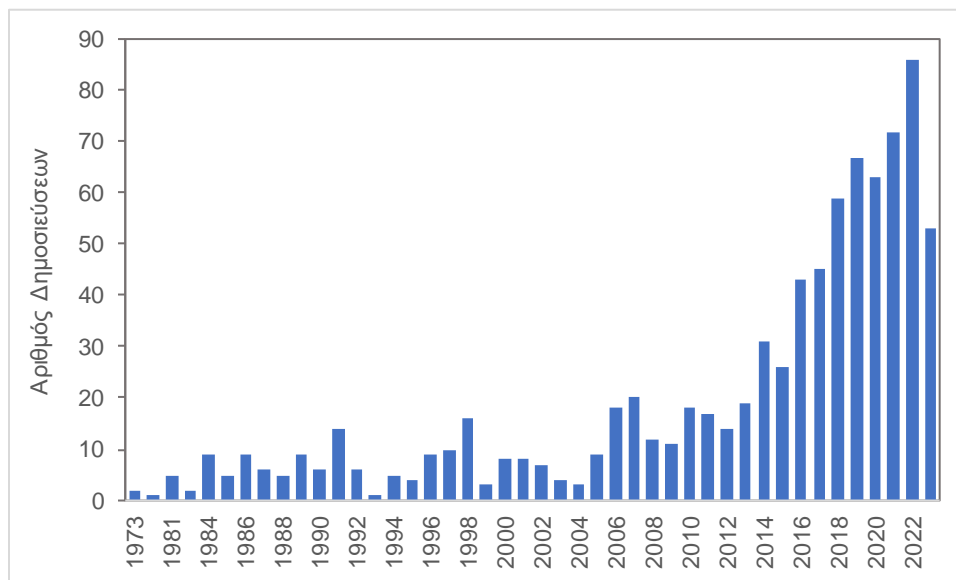
### 2.1. Κράματα Al-Cu-Li

Το λίθιο (Li), ως το ελαφρύτερο φυσικό μεταλλικό στοιχείο, μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως κραματικό στοιχείο με το αλουμίνιο (Al). Τα κράματα Al-Li έχουν τα εξής πλεονεκτήματα: μείωση της πυκνότητας, αυξημένη ακαμψία, αντοχή σε εφελκυσμό, μέτρο ελαστικότητας, αντίσταση στη διάβρωση, αντοχή στην κόπωση και αυξημένη ολκιμότητα του κράματος [10], [11]. Κάθε 1 wt.% Li που προστίθεται στο αλουμίνιο μειώνει την πυκνότητα κατά περίπου 3% και αυξάνει το μέτρο ελαστικότητας κατά περίπου 6%. Προσθέτοντας 2 wt.% Li, η πυκνότητα του κράματος μειώνεται κατά 10% και το μέτρο ελαστικότητας αυξάνεται κατά 25-35% [11], [12]. Με την αντικατάσταση των συμβατικών κραμάτων Al υψηλής αντοχής από κράματα Al-Li, το βάρος της κατασκευής μειώνεται κατά 10-20% και η ελαστική συμπεριφορά αυξάνεται κατά 25-35%. Επομένως, τα κράματα αυτά αποτελούν ιδανικά υλικά για την κατασκευή αεροσκαφών, αφού αυτή η δραστική μείωση του βάρους οδηγεί σε σημαντικά οικονομικά οφέλη, όπως αυξημένο ωφέλιμο φορτίο και καλύτερη απόδοση καυσίμων [12].

Το πρώτο κράμα Al-Li αναπτύχθηκε το 1924 από Γερμανούς επιστήμονες προσθέτοντας μια μικρή ποσότητα Li στο Al. Αν και αυτή η ανακάλυψη έδειξε ότι το λίθιο μπορεί να βελτιώσει τις μηχανικές ιδιότητες του αλουμινίου, δεν έλαβε επαρκή προσοχή τότε. Η ανάπτυξη κραμάτων Al-Li ξεκίνησε περίπου 50 χρόνια αργότερα, όταν η αεροναυπηγική βιομηχανία είχε αυξηθεί σημαντικά και επομένως και η ζήτηση για ελαφριά υλικά. Μετά από περίπου 10 χρόνια, αναπτύχθηκε η δεύτερη γενιά κραμάτων Al-Li που περιείχε μεγαλύτερη ποσότητα Li (περίπου 1,9-2,7 wt.%) από την πρώτη γενιά. Ωστόσο, δεν είχαν ευρεία βιομηχανική χρήση λόγω της χαμηλής σκληρότητας, της ανισοτροπίας στις μηχανικές ιδιότητες, της κακής συγκολλησιμότητας και χαμηλής αντοχής στη διάβρωση [11], [12]. Στην τρίτη γενιά κραμάτων Al-Li, η συγκέντρωση του χαλκού (Cu) αυξάνεται και η ποσότητα Li μειώνεται (0,75-1,8 wt.%). Το υψηλό ποσοστό Li (>2 wt.%) οδηγεί σε χαμηλή ολκιμότητα και ανοχή στη βλάβη [10]. Αυτά τα κράματα έχουν υψηλότερη σκληρότητα, δυσθραυστότητα, αντοχή στη διάβρωση, καλή αντίσταση στη διάδοση ρωγμών και καλύτερη συγκολλησιμότητα [12]–[14].

Συνεπώς, η τρίτη γενιά κραμάτων Al-Cu-Li έχει ευρεία χρήση ως κατασκευαστικό υλικό στην αεροναυπηγική βιομηχανία και έχει προσελκύσει πολλούς ερευνητές για τη μελέτη διαφόρων πτυχών του. Στο Διάγραμμα 1 φαίνεται η αύξηση του ερευνητικού ενδιαφέροντος με βάση τις

αναφορές στο ευρετήριο Scopus σχετικά με κράματα Al-Cu-Li στις κατηγορίες “Engineering” και “Materials Science”.



Διάγραμμα 1. Δημοσιεύσεις στο ευρετήριο Scopus σχετικά με κράματα Al-Cu-Li στις κατηγορίες “Engineering” και “Materials Science”, ανά έτος.

Τα κράματα Al-Cu-Li επιδέχονται γήρανση, γεγονός που επιτρέπει τη θερμική κατεργασία προϊόντων περίπλοκου σχήματος με στόχο την επίτευξη αυξημένης αντοχής και σκληρότητας. Συνήθως, τα εμπορικά διαθέσιμα ελάσματα και προϊόντα διέλασης από κράματα Al-Cu-Li υφίστανται ψυχρή παραμόρφωση πριν από την τεχνητή γήρανση, προκειμένου να δημιουργηθούν αταξίες που λειτουργούν ως θέσεις πυρήνωσης χαμηλής ενέργειας για τα κατακρημνίσματα ισχυροποίησης [12]. Τα κράματα αυτά επιδέχονται και φυσική γήρανση (αυθόρμητη διαδικασία που συμβαίνει με την πάροδο του χρόνου σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ή ελαφρώς αυξημένες θερμοκρασίες, κατά την οποία δημιουργούνται κατακρημνίσματα), η οποία οδηγεί σε βελτίωση της ολκιμότητας εις βάρος της αντοχής σε σχέση με την τεχνητή γήρανση [15].

Όσον αφορά την μικροδομή, στα κράματα Al-Cu-Li, μπορεί να παρατηρηθούν μετασταθείς και εντός ισορροπίας φάσεις, αλλά δεν είναι απαραίτητο να συνυπάρχουν. Οι μετασταθείς φάσεις εμφανίζονται στο στερεό διάλυμα που προκύπτει μετά από θερμική κατεργασία διαλυτοποίησης (solution heat-treatment) και βαφή και μετά από γήρανση (ageing), και τέτοιες φάσεις είναι η δ'(Al<sub>3</sub>Li), Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>, Al<sub>3</sub>Zr, θ'(Al<sub>2</sub>Cu) και άλλες διμερείς μετασταθείς καταστάσεις. Εκτός από αυτές, εντοπίζονται και φάσεις εντός ισορροπίας, συμπεριλαμβανομένων των διμερών φάσεων ισορροπίας δ(Al<sub>3</sub>Li), Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>, Al<sub>3</sub>Zr και θ(Al<sub>2</sub>Cu), καθώς και τριμερείς όπως T<sub>1</sub>(Al<sub>2</sub>CuLi),

$T_2(Al_6CuLi_3)$ ,  $T_B(Al_7Cu_4Li)$ ,  $R(Al_5CuLi_3)$  και  $T(Al_2MgLi)$  [11]. Ο βασικός λόγος για τη βελτιωμένη απόδοση των κραμάτων Al-Cu-Li τρίτης γενιάς έγκειται στο χαμηλότερο ποσοστό Li που παρουσιάζουν, το οποίο δεν υπερβαίνει την καμπύλη Solvus της μετασταθούς φάσης δ' [13]. Σε καταστάσεις γήρανσης peak-ageing (θερμική κατεργασία τεχνητής γήρανσης στην οποία ο συνδυασμός χρόνου παραμονής και θερμοκρασίας οδηγεί στην επίτευξη της μέγιστης σκληρότητας στο υλικό), η φάση δ' περιορίζεται και η φάση  $T_1$  κυριαρχεί (μαζί με τις S και θ'), με αποτέλεσμα να μειώνεται η εμφάνιση ολίσθησης. Αυτό σε συνδυασμό με κατακρήμνιση στα όρια των κόκκων (η οποία δεν πρέπει να επιφέρει ελάττωση των μηχανικών ιδιοτήτων), επιλύει το ζήτημα της περικρυσταλλικής θραύσης (intergranular fracture) που σχετίζεται με τα κράματα Al-Cu-Li της 1<sup>ης</sup> και 2<sup>ης</sup> γενιάς [13]. Γενικά, η μέγιστη αντοχή αυτών των κραμάτων προέρχεται από μια πολύπλοκη μικροδομή, στην οποία οι φάσεις δ', θ' και  $T_1$  είναι ομοιόμορφα κατανεμημένες, άρα σε αυτές οφείλονται κυρίως οι μηχανικές τους ιδιότητες [10], [12]. Η προσθήκη άλλων δευτερευόντων κραματικών στοιχείων, όπως μαγνήσιο (Mg), ζirkόνιο (Zr) και αργίλιο (Ag), περιπλέκει περαιτέρω τη συμπεριφορά της κατακρήμνισης, αλλά έχει ως αποτέλεσμα την επίτευξη των επιθυμητών μηχανικών ιδιοτήτων [12].

## 2.2. Κράμα AA2198

Κατά τη δεκαετία του 2000, Αμερικανοί επιστήμονες ανέπτυξαν ένα νέο τύπο κράματος Al-Cu-Li που ονομάζεται AA2198. Ανήκοντας στην 3<sup>η</sup> γενιά κραμάτων Al-Cu-Li, το κράμα 2198 παρουσιάζει ένα καλό συνδυασμό σκληρότητας, αντοχής στη διάβρωση και ολκιμότητας [11]. Στις ΗΠΑ, το κράμα 2198-T8 (πλάκα πάχους 3,6-6,1 mm) έχει επιτυχώς χρησιμοποιηθεί στον πύραυλο Falcon 9 για την κατασκευή της πρωτογενούς και δευτερογενούς δεξαμενής καυσίμων και των εξαρτημάτων fairing [12].

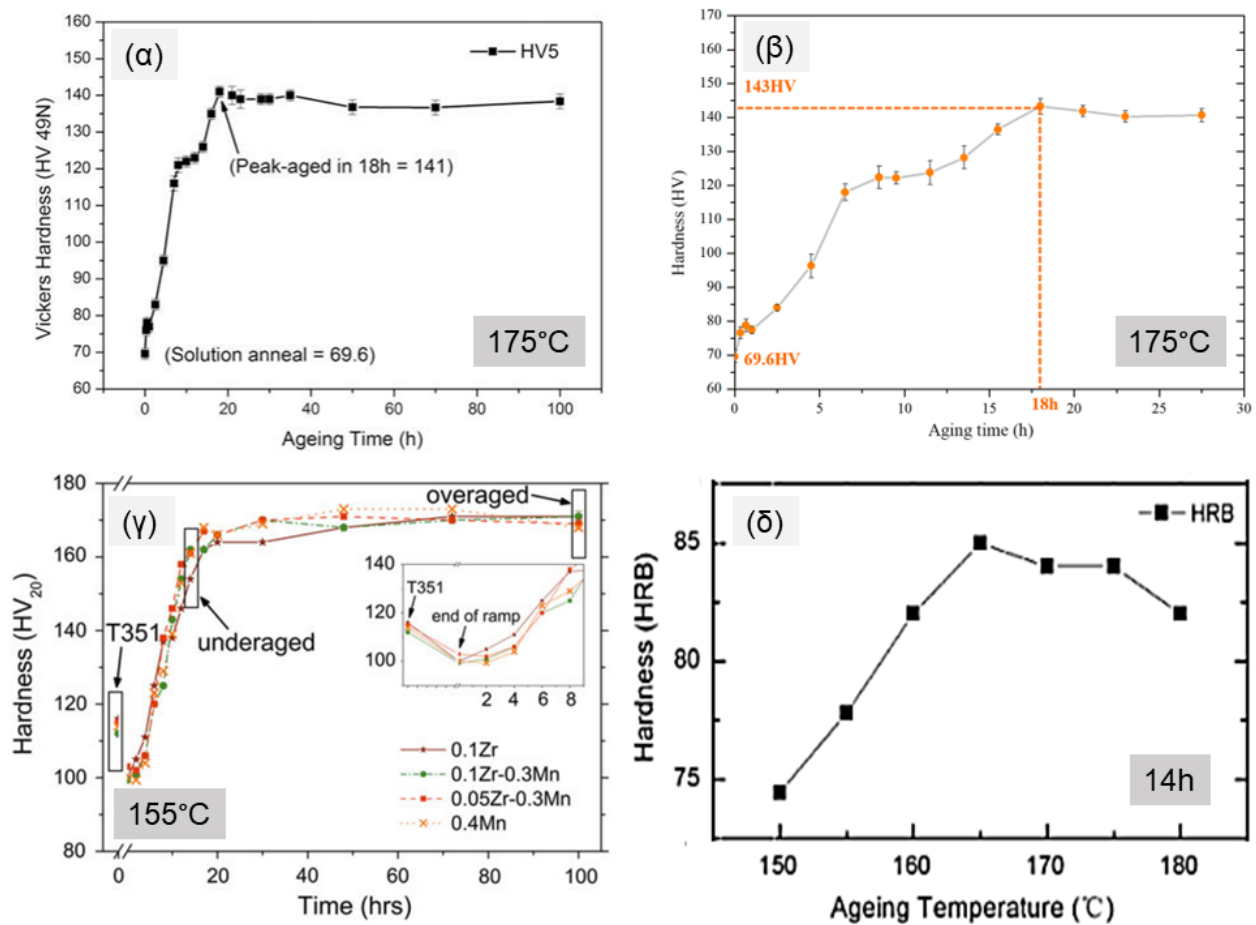
Το κράμα AA2198 μπορεί να ενισχυθεί με θερμική κατεργασία γήρανσης. Η ενίσχυση του κράματος οφείλεται στην δημιουργία κατακρημνισμάτων και κυρίως του  $T_1$ . Μέσω της τεχνητής γήρανσης τα κυριότερα κατακρημνίσματα που προκύπτουν είναι τα θ'(Al<sub>2</sub>Cu), Al<sub>3</sub>Zr και  $T_1(Al_2CuLi)$ , όπου τα  $T_1$  και θ' είναι μικρού πάχους κάποιων nm και ομοιόμορφα διασκορπισμένα, ενώ ένας μικρός αριθμός δ' κατακρημνίζεται στην μήτρα [11], [12]. Στην φυσική γήρανση, η ενίσχυση προκύπτει κυρίως από το δ' [12]. Στον Πίνακα 1 παρουσιάζονται τα κυριότερα κατακρημνίσματα στο κράμα 2198 και χαρακτηριστικά αυτών [16], [17].

Πίνακας 1. Χαρακτηριστικά συνήθων κατακρημνισμάτων που εντοπίζονται στο κράμα AA2198.

Κατακρημνισμα	Κρυσταλλική Δομή	Σταθερές Πλέγματος (nm)			Μορφολογία	Προσανατολισμός
		α	b	c		
T <sub>1</sub> (Al <sub>2</sub> CuLi)	Εξαγωνική	0.497	0.497	0.935	Δίσκος (front), Βελονοειδής (side)	(0001)    (111)Al [10-10]    [-110]Al
δ' (Al <sub>3</sub> Li)	L1 <sub>2</sub>	0.401- 0.4038			Σφαιρική	(111)    (111)Al
θ' (Al <sub>2</sub> Cu)	Τετραγωνική	0.404- 0.408		0.580	Δίσκος (front), Βελονοειδής (side)	[001]    [100]Al
S' (Al <sub>2</sub> CuMg)	Ορθορομβική	0.404	0.925	0.718	Lath	[100]    [100]Al [010]    [02-1]Al
β' (Al <sub>3</sub> Zr)	L1 <sub>2</sub>	0.405			Σφαιρική	(111)    (111)Al

Από αυτά το δ' κατακρημνίζεται σε συνοχή με την μήτρα Al, τα θ', β' και S' σε ημι-συνοχή, ενώ το T<sub>1</sub> σε μη συνοχή [14].

Επομένως, προκειμένου να επιτευχθούν οι επιθυμητές μηχανικές ιδιότητες, οι οποίες οφείλονται στα κατακρημνίσματα αυτά και κυρίως στα T<sub>1</sub> και θ', απαιτείται η εύρεση κατάλληλη θερμικής κατεργασίας. Παρακάτω παρουσιάζονται ορισμένες καμπύλες σκλήρυνσης μέσω τεχνητής γήρανσης (age-hardening curves) (Εικόνα 3) από διάφορες έρευνες, όπου φαίνονται οι θερμοκρασίες peak ageing του 2198.



Εικόνα 3. Καμπύλες σκλήρυνσης μέσω τεχνητής γήρανσης όπου φαίνονται οι βέλτιστες συνθήκες για την επίτευξη της μέγιστης σκληρότητας. Σε κάθε περίπτωση έχει προηγηθεί διαλυτοποίηση για θερμοκρασία και χρόνο (α) 500°C για 4 h [14], (β) 500°C για 1h [11], (γ) [13], (δ) 510°C για 2h [12]

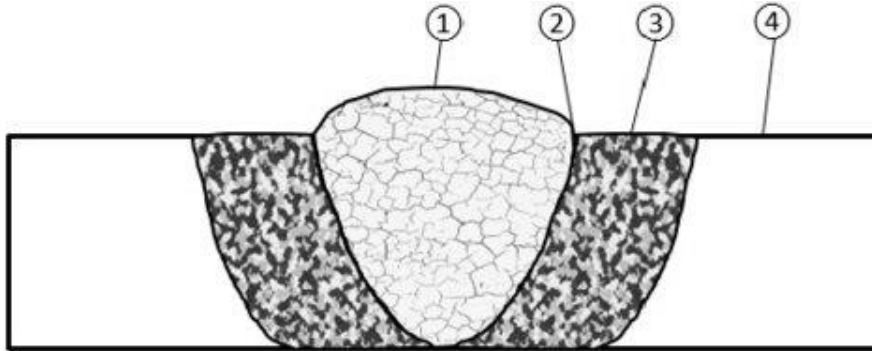
### 2.3. Ζώνες Συγκολλήσεων

Η συγκόλληση αναφέρεται στη διαδικασία σύνδεσης δύο ή περισσότερων μεταλλικών τεμαχίων μεταξύ τους με τη χρήση θερμότητας ή πίεσης, ή και των δύο, με σκοπό να δημιουργηθεί μια συνεχής σύνδεση. Κατά τη διαδικασία της συγκόλλησης, τα υλικά αλληλοεπιδρούν μεταξύ τους και σχηματίζουν μεταλλουργική σύνδεση. Λόγω της μετάδοσης της θερμότητας στο υλικό κατά την διαδικασία αυτή, σχηματίζονται κάποιες ζώνες γύρω από την περιοχή της συγκόλλησης. Οι ζώνες αυτές μπορεί να διαφέρουν ανάλογα με το είδος της συγκόλλησης. Γενικά, οι τέσσερις κύριες ζώνες που προκύπτουν είναι [18]:

- Το Μέταλλο Συγκόλλησης (ΜΣ) (weld metal – WM)
- Η Ζώνη Μερικής Τήξης (ZMT) (partially melted zone – PMZ)

- Η Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (ΘΕΖ) (heat affected zone – HAZ)
- Το Βασικό Μέταλλο (BM) (base metal – BM)

Οι ζώνες αυτές παρουσιάζονται σχηματικά στην Εικόνα 4.



Εικόνα 4. Σχηματική απεικόνιση των ζωνών σε μία ραφή μεταπικής συγκόλλησης όπου (1) ΜΣ (2) ZMT (3)ΘΕΖ (4) BM [19]

Το μέταλλο συγκόλλησης είναι η κεντρική ζώνη όπου πραγματοποιείται τήξη και ταχεία στερεοποίηση, επομένως αποτελείται από δενδρίτες με προσανατολισμό κατά τη διεύθυνση των ισόθερμων καμπυλών. Στα άκρα της ζώνης αυτής, και λίγο πριν την ZMT, η μέγιστη θερμοκρασία είναι ίση με την Liquidus (η καμπύλη σε ένα διάγραμμα φάσεων, που ορίζει τη θερμοκρασία πάνω από την οποία το κράμα βρίσκεται ως υγρή φάση) [18].

Η ZMT χαρακτηρίζεται από πολύ μικρό πάχος και βρίσκεται μεταξύ ΜΣ και ΘΕΖ. Στην ζώνη αυτή δημιουργούνται οι απαραίτητοι μεταλλουργικοί δεσμοί ανάμεσα στους στερεοποιημένους κρυστάλλους του μετάλλου συγκόλλησης και του μη τηγμένου μετάλλου. Η μέγιστη θερμοκρασία που φτάνει στη ζώνη αυτή βρίσκεται μεταξύ της Liquidus και Solidus (η καμπύλη σε ένα διάγραμμα φάσεων, που ορίζει τη θερμοκρασία κάτω από την οποία το υλικό είναι στερεό) [18].

Το βασικό μέταλλο είναι η ζώνη όπου δεν λαμβάνει χώρα κανένα μεταλλουργικό ή φυσικο-χημικό φαινόμενο. Ορισμένες φορές στη ζώνη αυτή μπορεί να επικρατούν παραμένουσες τάσεις [18].

Όσον αφορά τη ΘΕΖ, αυτή αποτελεί σημαντικό κομμάτι της συγκόλλησης καθώς καθορίζει την ποιότητα της και κεντρίζει το ερευνητικό ενδιαφέρον. Η ζώνη αυτή δημιουργείται λόγω της αγωγής της θερμότητας από τη ΜΣ προς την μάζα του υλικού. Στην ζώνη αυτή η θερμοκρασία είναι χαμηλότερη της Liquidus, επομένως δεν προκαλεί τήξη αλλά είναι ικανή να οδηγήσει σε αλλαγές στην μικροδομή [18]. Για παράδειγμα, αν το υλικό είναι μονοφασικό οι κόκκοι στη ΘΕΖ

μεγαλώνουν και οδηγούν σε υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων. Εάν η μικροδομή περιέχει πολλές φάσεις, μπορεί να πραγματοποιηθούν μετασχηματισμοί φάσεων λόγω θερμοδυναμικής σταθερότητας και διάχυσης διαφόρων στοιχείων. Οι μεταβολές αυτές δύναται να μοντελοποιηθούν τόσο με υπολογιστικά θερμοδυναμικά όσο και με κινητικά μοντέλα [20]. Λόγω του ότι το κάθε σημείο της ΘΕΖ υπόκειται σε διαφορετικό θερμικό κύκλο εξαιτίας της απόστασης του από το κέντρο της συγκόλλησης και της αγωγής της θερμότητας, η ΘΕΖ μπορεί να χωριστεί σε υπο-ζώνες ανάλογα με τα μεταλλουργικά φαινόμενα που επικρατούν [18].

## 2.4. Συγκόλληση Κράματος AA2198

Η εισαγωγή συγκολλητών κατασκευών στα κράματα Al-Cu-Li στην αεροναυπηγική βιομηχανία υπόσχεται να μειώσει το βάρος και να βελτιώσει τις επιδόσεις, αντικαθιστώντας τις συμβατικές τεχνικές ένωσης όπως η μηχανική στερέωση ή πριτσίνωμα (riveting) [16], [21]. Με τη χρήση της μεθόδου συγκόλλησης με δέσμη λέιζερ (Laser Beam Welding - LBW), έχει αποδειχτεί ότι το συνολικό κόστος κατασκευής μπορεί να μειωθεί έως και 40% και μπορεί να επιτευχθεί μείωση του βάρους έως και 28%, σε σύγκριση με τις συμβατικές κατασκευές με μηχανική στερέωση [22]. Όσον αφορά το κράμα AA2198, στη βιβλιογραφία συνήθως συναντάμε δύο μεθόδους συγκόλλησης: τη συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση (Friction Stir Welding – FSW) [16], [17], [23]–[30], η οποία είναι η πιο δημοφιλής, και μεθόδους συγκόλλησης με laser [21], [22], [31]–[33].

Οι συγκολλήσεις με laser γίνονται όλο και πιο ελκυστικές για την αεροναυπηγική βιομηχανία, λόγω των εξαιρετικών χαρακτηριστικών που προσφέρουν, όπως η υψηλή παραγωγικότητα, η ευελιξία κατασκευής και η αποτελεσματικότητα, σε σύγκριση με άλλες μεθόδους. Επιπλέον, έχουν συνήθως σαν αποτέλεσμα μια πιο στενή ζώνη ΘΕΖ και μεγαλύτερη ταχύτητα συγκόλλησης σε σχέση με τη συγκόλληση με τριβή ανάδευσης (FSW) [31]. Η μέθοδος LBW έχει αποδειχθεί ως αποτελεσματική τεχνική συγκόλλησης κράματων Al-Cu-Li. Ωστόσο, τα κράματα αυτά παρουσιάζουν αρκετά προβλήματα συγκολλησιμότητας κατά τη συγκόλληση με τήξη. Τέτοια προβλήματα είναι το πορώδες, οι πόροι wormholes και οι θερμορωγμές [22]. Τέτοια ζητήματα στα κράματα Al-Cu-Li μπορούν να αντιμετωπιστούν εν μέρει με τη χρήση διαφορετικών παραμέτρων συγκόλλησης ή απλά αφαιρώντας το επιφανειακό στρώμα οξειδωσης πριν από τη συγκόλληση [22].



Η μέθοδος FSW αποτρέπει τη δημιουργία ρωγμών λόγω στερεοποίησης και πόρων που συνήθως συναντώνται στη συγκόλληση με τήξη στα κράματα Al, και μπορεί να δημιουργήσει περιοχές με μειωμένη παραμόρφωση και αυξημένη αντοχή σε σχέση με τη συγκόλληση με τήξη λόγω της χαμηλότερης εισαγωγής θερμότητας [16]. Η FSW αποτελεί ελκυστική μέθοδο συγκόλλησης για αεροναυπηγικές κατασκευές όπου απαιτούνται κράματα αλουμινίου και έχει αποδειχθεί ότι παράγει ικανοποιητικές συγκολλήσεις κραμάτων Al-Cu-Li.

Κατά την συγκόλληση του κράματος AA2198, παρατηρείται σημαντική μείωση των μηχανικών ιδιοτήτων κοντά στο κέντρο της συγκόλλησης. Αυτό συμβαίνει επειδή το AA2198 επιδέχεται θερμική κατεργασία και οι μηχανικές ιδιότητες του εξαρτώνται κυρίως από το μέγεθος και την κατανομή των κατακρημνισμάτων ισχυροποίησης. Αυτά τα κατακρημνίσματα επηρεάζονται σημαντικά από τους θερμικούς κύκλους της συγκόλλησης. Οι μεταλλουργικές μεταβολές στην μικροδομή που προκύπτουν από τη θερμική επίδραση της συγκόλλησης, όπως η διεύρυνση σωματιδίων (coarsening) ή η πλήρης διαλυτοποίηση τους (dissolution) κατά την θέρμανση και η κατακρήμνιση τους κατά την ψύξη, επηρεάζουν σημαντικά τις μηχανικές ιδιότητες του AA2198 [21]. Ακόμη και με βελτιστοποιημένες παραμέτρους συγκόλλησης, η απώλεια αντοχής στις συγκολλήσεις τους κράματος θεωρούνται αναπόφευκτες [16].

Κατά την συγκόλληση του AA2198, οι αρχικές φάσεις  $T_1$ ,  $\delta'$ ,  $S'$  και  $\theta'$  διαλυτοποιούνται πλήρως στην μήτρα Al, και στην πορεία κατά την ψύξη επανακατακρημνίζονται [16], [27]. Οι ετερογενείς κατανομές των φάσεων αυτών εξαρτώνται από τους τοπικούς θερμικούς κύκλους στη ΘΕΖ. Οι φάσεις αυτές εντοπίζονται σε διαφορετικές περιοχές της ΘΕΖ, καθώς κάθε φάση έχει διαφορετική θερμοκρασία διαλυτοποίησης [21].

Παρακάτω παρατίθεται ένας πίνακας (Εικόνα 5) από έρευνα των Gao et al. (2015) [17], όπου παρουσιάζεται ένα παράδειγμα των διαφορετικών τύπων κατακρημνισμάτων που εντοπίζονται στην κάθε ζώνη κατά την συγκόλληση κράματος 2198 με FSW.

Region	Distance (mm)	Types of precipitates	T1		$\delta' + \beta'$	$\theta' + S'$
			$d$ (nm)	$f$ (%)	$f$ (%)	$f$ (%)
BM	10	T1 + $\delta' + \beta' + \theta' + S'$	$50.7 \pm 18.7$	4.9	1.5	0.3
HAZ	7.5	T1 + $\delta' + \beta' + \theta'$	$82.0 \pm 30.8$	4.3	1.1	0.1
TMAZ-AD	5	T1 + $\delta' + \beta'$	$48.6 \pm 13.6$	0.6	0.1	0
SsZ	2.5	$\delta' + \beta'$		0	0.2	0
SpZ	0	$\delta' + \beta'$		0	0.2	0

Εικόνα 5. Κατακρημνίσματα που εμφανίζονται σε διαφορετικές ζώνες σε συγκόλληση FSW κράματος AA2198-T8 [17].

## 2.5. Πειραματικά Δεδομένα Συγκόλλησης LBW κράματος AA2198

Όπως αναφέρθηκε στην εισαγωγή, το προφίλ μικροσκληρότητας στη ραφή συγκόλλησης και οι συνθήκες συγκόλλησης που θα χρησιμοποιηθούν στην παρούσα εργασία προέρχονται από την Βριάμη (2010) [8], στην οποία είχε πραγματοποιηθεί πειραματική μελέτη συγκολλήσεων κραμάτων αλουμινίου με τις μεθόδους LBW και EBW. Το έλασμα AA2198-T351 που χρησιμοποιήθηκε είναι κοινό με την παρούσα μελέτη.

Τα δεδομένα που χρησιμοποιούνται εδώ αφορούν συγκόλληση LBW τύπου bead-on-plate με αέριο προστασίας 50% Ar (17.5 l/mm) και 50% He (17.5 l/mm). Οι συνθήκες συγκόλλησης παρουσιάζονται παρακάτω (Πίνακας 2):

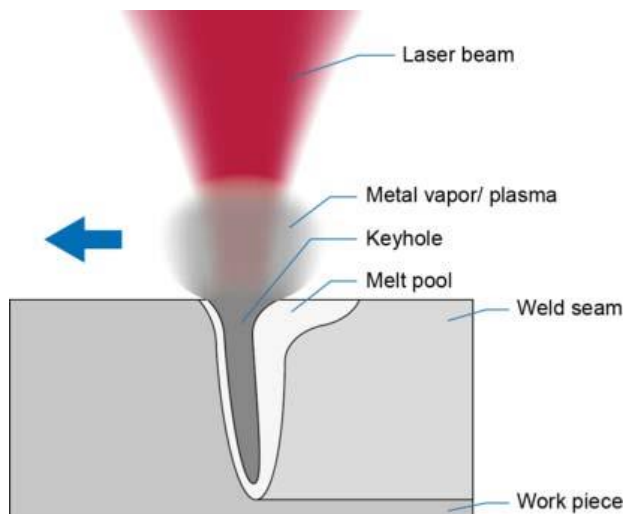
Πίνακας 2. Συνθήκες συγκόλλησης ελάσματος AA2198 bead-on-plate

<b>Ισχύς (W)</b>	3441
<b>Ταχύτητα (m/min)</b>	2
<b>Ρυθμός πρόσδοσης θερμότητας (J/mm)</b>	103

Στις συγκολλήσεις το συνολικό ποσό της θερμότητας που εισάγεται στο μέταλλο εξαρτάται και από την ταχύτητα ( $u$ ) με την οποία πραγματοποιείται η συγκόλληση. Ο ρυθμός πρόσδοσης θερμότητας (ΡΠΘ) ορίζεται ως:

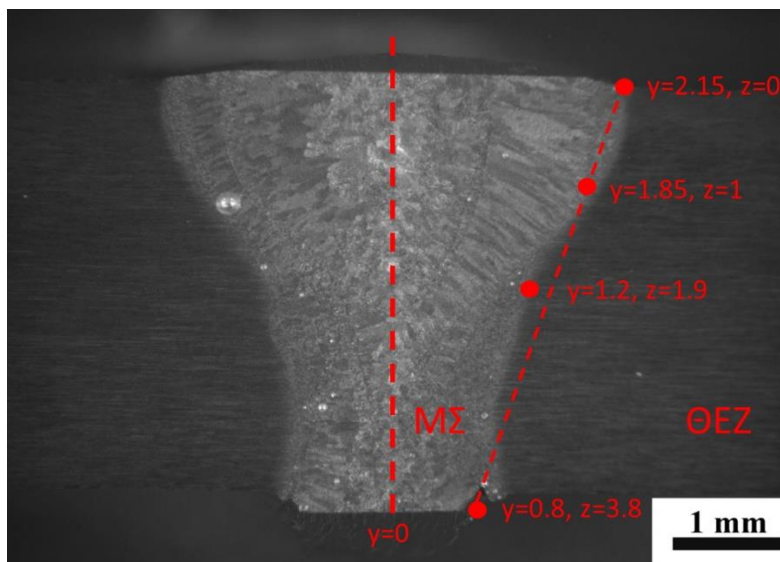
$$PΠΘ = \frac{P}{u} \left( \frac{J}{mm} \right) \quad (1)$$

Στην τεχνική αυτή συγκόλλησης, μια συγκεντρωμένη πηγή θερμότητας (laser) διεισδύει εν μέρει ή πλήρως μέσα από το προς συγκόλληση τεμάχιο, σχηματίζοντας μια οπή (keyhole) στο μπροστινό άκρο του μετάλλου συγκόλλησης. Καθώς η πηγή θερμότητας προχωρά, το λιωμένο μέταλλο γεμίζει πίσω από την οπή για να σχηματίσει τη ραφή [34]. Η τεχνική παρουσιάζεται στην Εικόνα 6.



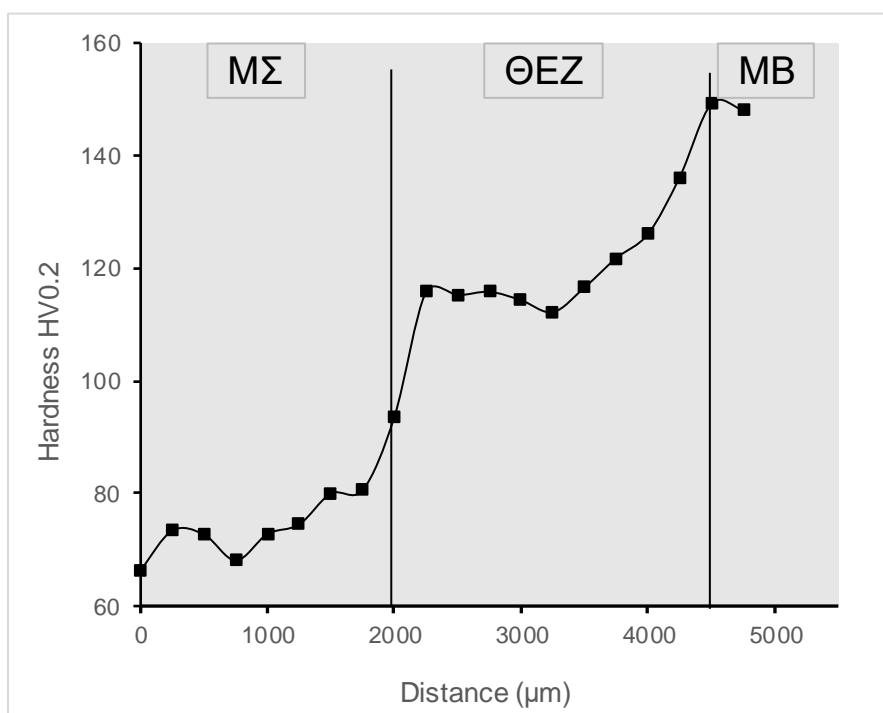
Εικόνα 6. Σχηματική απεικόνιση του μηχανισμού keyhole στις συγκολλήσεις laser [35].

Στην Εικόνα 7, φαίνεται η μακροδομή της συγκόλλησης σε εγκάρσια τομή. Τα σημεία που αναγράφονται είναι οι συντεταγμένες  $y$  (μήκος) και  $z$  (βάθος) της νοητής γραμμής που χωρίζει τις ζώνες ΜΣ και ΘΕΖ.



Εικόνα 7. Μακροδομή συγκόλλησης LBW AA2198 (εγκάρσια τομή), και συντεταγμένες σημείων στο σύνορο ΜΣ και ΘΕΖ [8].

Στο Διάγραμμα 2 και στον Πίνακα 3, παρουσιάζονται οι τιμές των μικροσκληροτήτων που μετρήθηκαν στη ραφή της συγκόλλησης σε διάφορες αποστάσεις από το κέντρο της. Η αρχική σκληρότητα του υλικού είναι 150 HV<sub>0.2</sub>, ενώ είναι εμφανής η σταδιακή μείωση, με την μείωση της απόστασης από το κέντρο. Στη ΘΕΖ φαίνεται να δημιουργούνται δύο περιοχές. Η πρώτη βρίσκεται στο εύρος των αποστάσεων 2250 – 3260 μm όπου η τιμή της σκληρότητα παραμένει σταθερή περίπου στο 115 HV<sub>0.2</sub>. Η δεύτερη βρίσκεται στο εύρος 3500 – 4250 μm και η σκληρότητα κυμαίνεται από 116 - 136 HV<sub>0.2</sub>. Στο ΜΣ η σκληρότητα μειώνεται σημαντικά έως 66.4 HV<sub>0.2</sub>. Οι μικροσκληρομετρήσεις πραγματοποιήθηκαν κοντά στην άνω επιφάνεια (καπάκι) της συγκόλλησης.

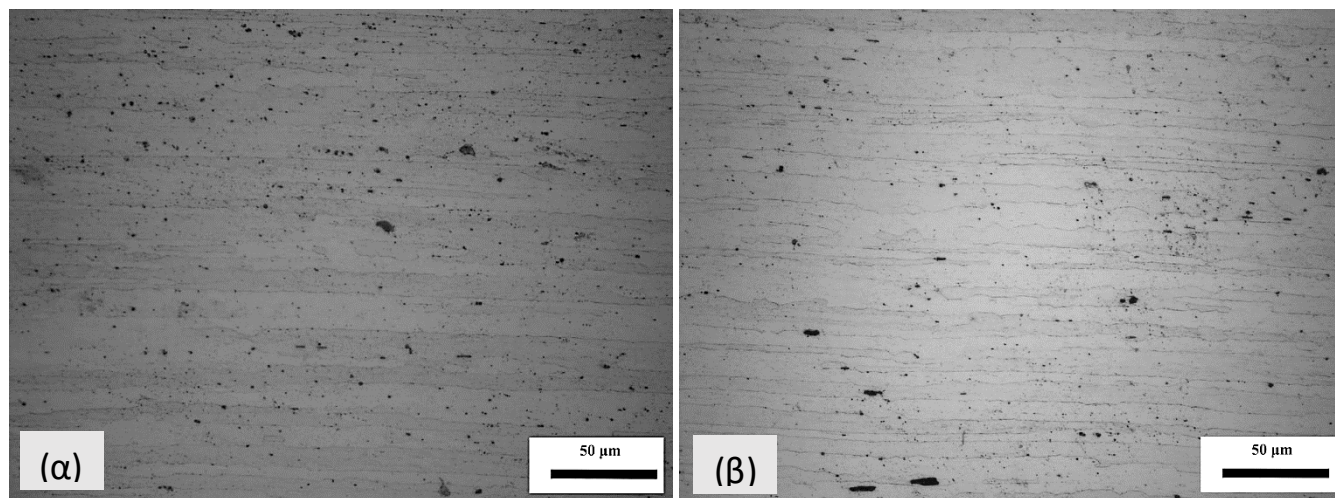


Διάγραμμα 2. Προφίλ μικροσκληρότητας στο LBW AA2198 [8]

Πίνακας 3. Τιμές μικροσκληρότητας σε σχέση με την απόσταση από το κέντρο της συγκόλλησης [8]

Distance ( $\mu\text{m}$ )	Microhardness HV <sub>0.2</sub>	Distance ( $\mu\text{m}$ )	Microhardness HV <sub>0.2</sub>
0	66	2500	115
250	73	2750	116
500	73	3000	114
750	68	3250	112
1000	73	3500	117
1250	75	3750	122
1500	80	4000	126
1750	81	4250	136
2000	94	4500	149
2250	116	4750	148

Επίσης, παρουσιάζονται μικρογραφίες ΟΜ από τις ζώνες ΘΕΖ και Β.Μ (Εικόνα 8). Ανάμεσα στις δύο περιοχές δεν παρατηρούνται διαφορές μέσω του οπτικού μικροσκοπίου.



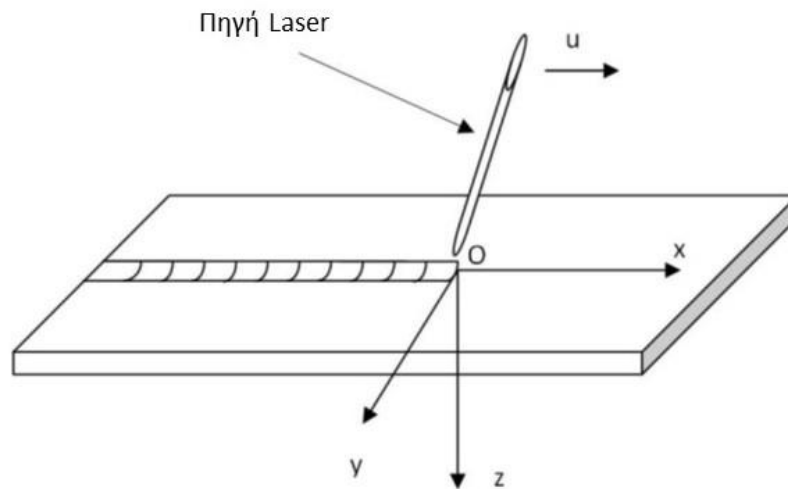
Εικόνα 8. Μικρογραφίες ΟΜ από την ζώνη (α) ΘΕΖ (β) Β.Μ [8]

### 3. Υπολογιστικό Μέρος

#### 3.1. Μετάδοση Θερμότητας στις Συγκολλήσεις – Λύσεις Rosenthal

Κατά την συγκόλληση αναπτύσσεται υψηλή θερμοκρασία στο υλικό, η οποία μειώνεται καθώς αυξάνεται η απόσταση από το κέντρο της συγκόλλησης. Το γεγονός αυτό σε συνδυασμό με την κίνηση του laser, δημιουργούν ένα θερμοκρασιακό πεδίο στο υλικό το οποίο μεταβάλλεται τοπικά και χρονικά. Το θερμοκρασιακό πεδίο επηρεάζει σημαντικά μεταλλουργικά χαρακτηριστικά της συγκόλλησης και ιδιαίτερα την ΘΕΖ, η σημασία της οποίας αναλύθηκε εκτενέστερα στην παράγραφο 2.3. Επομένως, η μεταβολή του θερμοκρασιακού πεδίου επηρεάζει την ποιότητα και την μηχανική συμπεριφορά της συγκόλλησης.

Προκειμένου να μπορούν να προβλεφθούν οι συνέπειες του θερμοκρασιακού πεδίου στο υλικό, είναι απαραίτητη η δημιουργία ενός μοντέλου για την επίλυση της μετάδοσης θερμότητας στις συγκολλήσεις. Στο μοντέλο στην Εικόνα 9 Ο είναι η αρχή των αξόνων, ο άξονας x είναι πάνω στην κατεύθυνση της συγκόλλησης, ο άξονας y είναι εγκάρσια στον άξονα συγκόλλησης και ο άξονας z βρίσκεται κατά το πάχος του ελάσματος που συγκολλείται.



Εικόνα 9. Γεωμετρικό μοντέλο ελάσματος που συγκολλείται με στόχο την επίλυση του προβλήματος μετάδοσης θερμότητας.

Η μετάδοση θερμότητας γίνεται με αγωγή, επομένως η θεμελιώδης εξίσωση μετάδοσης θερμότητας είναι:

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = \dot{Q}_G + \frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (2)$$

Όπου

$\rho$  η πυκνότητα του υλικού (kg/m<sup>3</sup>)

$c$  η ειδική θερμότητα (J/kgK)

$k$  η θερμική αγωγιμότητα (W/mK)

$\dot{Q}_G$  ο ρυθμό παραγωγής θερμότητας από εσωτερικές πηγές

Αν θεωρηθεί ότι  $\dot{Q}_G = 0$  και  $\frac{\partial k}{\partial T}$  τότε η (2) γίνεται:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left( \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \quad (3)$$

Όπου  $\alpha = k/\rho c$  η θερμοδιαχυτότητα του υλικού (m<sup>2</sup>/s)

Αν θεωρηθεί ένα σύστημα αξόνων  $Oxyz$  που κινείται μαζί με το τόξο με ταχύτητα  $u$ , τότε λέμε ότι στο σύστημα επικρατούν ημι-μόνιμες συνθήκες. Η (3) ισχύει για ακίνητο σύστημα, επομένως πρέπει να μετατραπεί σε μία αντίστοιχη σχέση για το κινούμενο σύστημα  $Oxyz$ . Μέσω μιας σειράς υπολογισμών και μετατροπών, προκύπτει η (4), όπου η θερμοκρασία είναι συνάρτηση των  $w, y$  και  $z$  (όπου  $w = x - ut$ ), επομένως αποτυπώνει την μετάδοση της θερμότητας με αγωγή για τις ημι-μόνιμες συνθήκες (δηλαδή στο σύστημα που κινείται με το ηλεκτρικό τόξο).

$$\frac{\partial^2 T}{\partial w^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = -\frac{u}{\alpha} \left( \frac{\partial T}{\partial w} \right) \quad (4)$$

Για συγκόλληση ελάσματος πεπερασμένου πάχους  $H$ , προκύπτουν οι εξισώσεις Rosenthal:

$$T - T_o = \frac{Q}{2\pi k} e^{-\frac{u}{2\alpha}w} \left[ \frac{e^{-\frac{u}{2\alpha}R}}{R} + \sum_{n=1}^{\infty} \left( \frac{e^{-\frac{u}{2\alpha}R_n}}{R_n} + \frac{e^{-\frac{u}{2\alpha}R'_n}}{R'_n} \right) \right] \quad (5)$$

όπου  $R_n = \sqrt{w^2 + y^2 + (2nH - z)^2}$

και  $R'_n = \sqrt{w^2 + y^2 + (2nH + z)^2}$

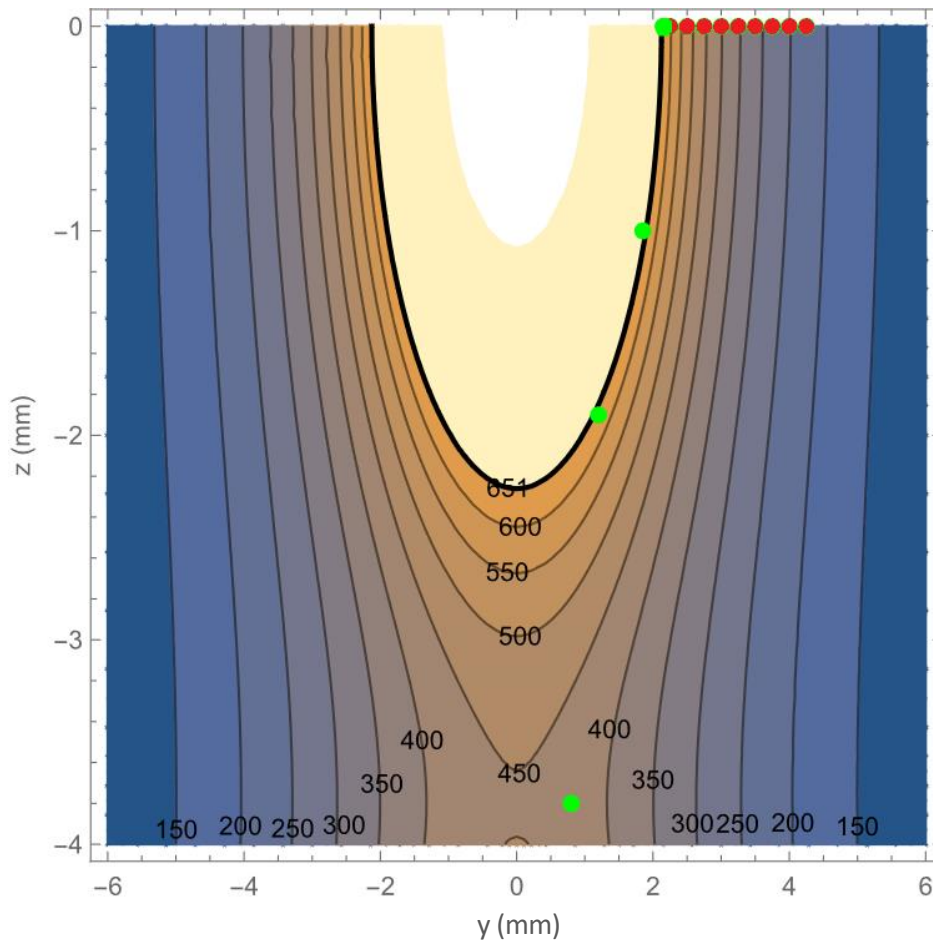
### 3.1.1. Υπολογισμός Θερμοκρασιακού Πεδίου – Λογισμικό Mathematica

Για τον υπολογισμό του θερμοκρασιακού πεδίου που αναπτύσσεται στο έλασμα AA2198 κατά την συγκόλληση του με LBW, οι εξισώσεις Rosenthal πρέπει να εισαχθούν σε κάποιο κατάλληλο λογισμικό. Στην παρούσα εργασία χρησιμοποιήθηκε το λογισμικό Wolfram Mathematica 12.1.

Στο λογισμικό πρέπει να εισαχθούν οι συνθήκες συγκόλλησης του ελάσματος, οι οποίες λήφθηκαν από τον Πίνακα 2.

Επιπλέον, στο λογισμικό πρέπει να εισαχθεί ο βαθμός απόδοσης  $\eta$  του τόξου της συγκόλλησης. Σύμφωνα με την βιβλιογραφία ο βαθμός απόδοσης του τόξου για LBW κυμαίνεται περίπου στο 0.05 [18]. Όμως, όπως έχει ήδη αναφερθεί στην παράγραφο 2.4, στην συγκόλληση που μελετάμε έχει εφαρμοστεί ο μηχανισμός keyhole και επομένως ο βαθμός απόδοσης αυξάνεται. Άρα στην περίπτωση αυτή, ο βαθμός συγκόλλησης θα προσδιοριστεί με δοκιμή και σφάλμα μέσω του λογισμικού Mathematica. Πιο συγκεκριμένα, θα υπολογιστεί ένα διάγραμμα κατανομής της θερμοκρασίας στη μάζα του ελάσματος σε σχέση με το βάθος του  $z(\text{mm})$  και το πλάτος του  $y(\text{mm})$ . Στο λογισμικό, δοκιμάζοντας διάφορους βαθμούς απόδοσης από 0.1 έως 0.9 διαπιστώθηκε ότι μεταβάλλεται η θέση και το εύρος των διαφόρων ισόθερων καμπύλων. Προκειμένου να βρεθεί ο «σωστός» βαθμός απόδοσης, πρέπει για τον βαθμό αυτό η καμπύλη της θερμοκρασίας τήξης του υλικού  $T_{\text{liq}} = 651^\circ\text{C}$ , να εφάπτεται με τα σημεία της διεπαφής των ζωνών ΜΣ και ΘΕΖ της Εικόνα 7, όπου όπως έχει ήδη αναφερθεί στα σημεία αυτά η θερμοκρασία του υλικού έφτασε μέχρι την  $T_{\text{liq}}$ . Άρα με αυτό τον τρόπο θα διαπιστωθεί ότι το υπολογιστικό μοντέλο συμπίπτει με το πείραμα.

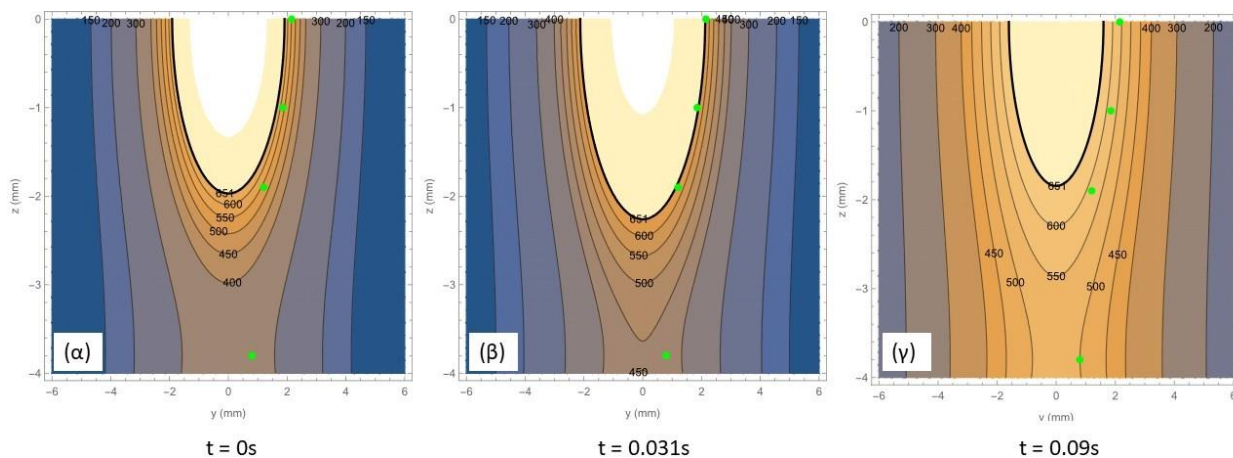




Διάγραμμα 3. Θερμοκρασιακή κατανομή σε σχέση με το βάθος  $z$  και το πλάτος  $y$  του ελάσματος, στο σημείο  $x=0$  για χρόνο  $t=0.031s$  και  $v=0.47$ . Οι πράσινες τελείες δείχνουν τα πειραματικά σημεία της Εικόνα 7, ενώ οι κόκκινες τα σημεία όπου πραγματοποιήθηκαν οι μικροσκληρομετρήσεις του Διάγραμμα 2.

Στο Διάγραμμα 3 που υπολογίστηκε μέσω του Mathematica, φαίνεται η κατανομή της θερμοκρασίας ως προς  $z$  και  $y$  στο σημείο που ξεκινάει η συγκόλληση  $x=0$  για βαθμό απόδοσης  $v=0.47$  και χρόνο  $t=0.031s$ . Από την στιγμή  $t=0$  που ξεκινάει η συγκόλληση και καθώς περνάει ο χρόνος, το πλάτος των ισόθερμων καμπυλών αυξάνεται μέχρι ένα μέγιστο σημείο, όπου μετά σταδιακά μειώνεται (Διάγραμμα 4). Αυτό συμβαίνει γιατί η θερμότητα μεταδίδεται στην μάζα του ελάσματος αυξάνοντας την θερμοκρασία του και με την πάροδο του χρόνου το υλικό αρχίζει να ψύχεται. Για τον χρόνο  $t=0.031s$  η καμπύλη της  $T_{liq}$  έχει το μέγιστο πλάτος της, επομένως για αυτό επιλέγεται αυτός ο χρόνος. Πρέπει να σημειωθεί ότι ενώ στο Διάγραμμα 3 το εύρος της  $T_{liq}=651^{\circ}C$  είναι μέγιστο για τον χρόνο  $0.031s$ , το εύρος των υπόλοιπων καμπυλών 150, 200, 300, 400, 450,

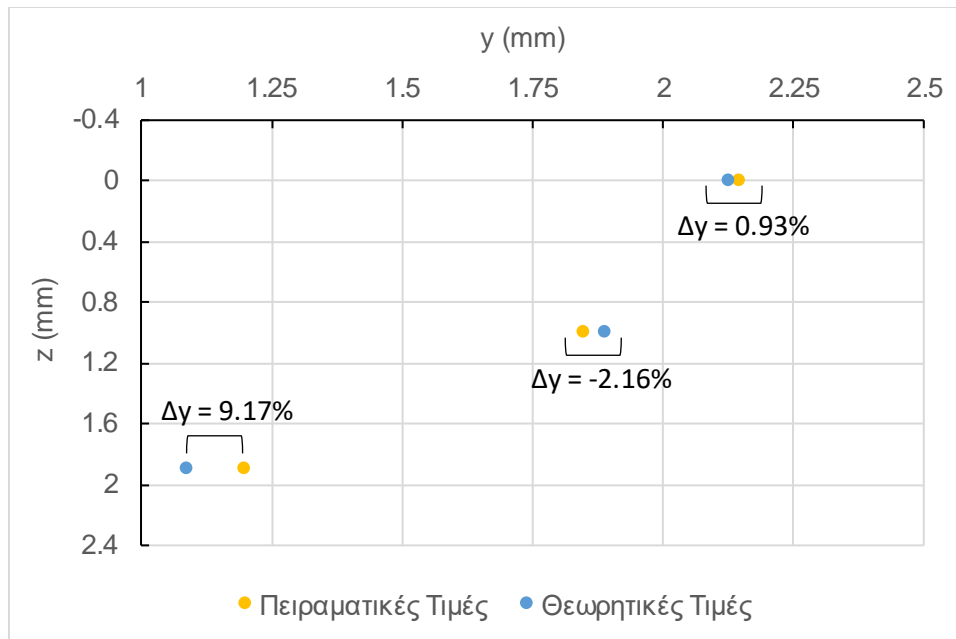
500, 550 και 600 δεν είναι μέγιστο (η θερμοκρασία συνεχίζει να αυξάνεται στο μήκος του ελάσματος).



Διάγραμμα 4. Μεταβολή των ισόθερων θερμοκρασιακών καμπυλών με την πάροδο του χρόνου (α) την στιγμή  $t=0$  που ξεκινάει η συγκόλληση (β) την στιγμή  $t=0.031s$  η  $T_{liq}$  φτάνει το μέγιστο εύρος της (γ) με το πέρασμα του χρόνου το υλικό στο κέντρο της συγκόλλησης ξεκινάει να ψύχεται, ενώ η θερμότητα μεταφέρεται στην μάζα του ελάσματος αυξάνοντας την θερμοκρασία του στην περιοχή γύρω από την συγκόλληση. Οι πράσινες τελείες δείχνουν τα πειραματικά σημεία της Εικόνα 7.

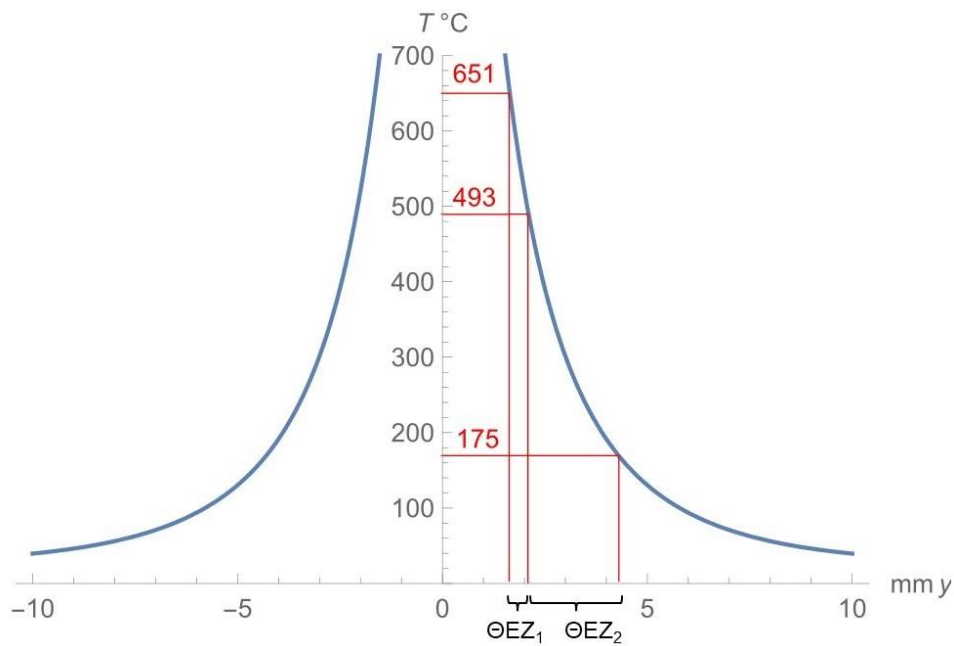
Στο Διάγραμμα 3, οι πράσινες τελείες απεικονίζουν τα πειραματικά σημεία της Εικόνα 7. Όπως φαίνεται, για τον βαθμό απόδοσης  $\nu=0.47$  τα σημεία αυτά βρίσκονται όσο πιο κοντά γίνεται στην  $T_{liq}$ , με μοναδική εξαίρεση το σημείο ( $y=0.8, z=3.8$ ). Αυτό συμβαίνει διότι οι λύσεις Rosenthal δεν λαμβάνουν υπόψιν παραμέτρους όπως η μέθοδος keyhole που έχει χρησιμοποιηθεί στην συγκεκριμένη συγκόλληση. Με την μέθοδο αυτή το τόξο φτάνει σε μεγαλύτερο βάθος στο υλικό το οποίο όμως δεν γίνεται να προβλεφθεί μέσω του υπολογιστικού μοντέλου και για αυτό στο πείραμα η  $T_{liq}$  έφτασε σε μεγαλύτερο βάθος από ότι υπολογίζεται μέσω των λύσεων. Επομένως, το σημείο αυτό αγνοείται και θεωρείται ότι ο βαθμός απόδοσης του τόξου είναι  $\nu=0.47$ . Ο βαθμός αυτός χρησιμοποιείται για όλους τους υπολογισμούς που ακολουθούν.

Στο Διάγραμμα 5 φαίνεται η % διαφορά του  $y(mm)$  των πειραματικών σημείων σε σχέση με τα θεωρητικά, όπου φαίνεται ότι η διαφορές τους είναι μικρές. Τα ποσοστά αυτά ουσιαστικά υποδεικνύουν το ποσοστό σφάλματος του θεωρητικού μοντέλου των λύσεων Rosenthal σε σχέση με τα πειραματικά δεδομένα. Επομένως, θεωρείται ότι οι υπολογισμοί ανταποκρίνονται στα πειραματικά δεδομένα.



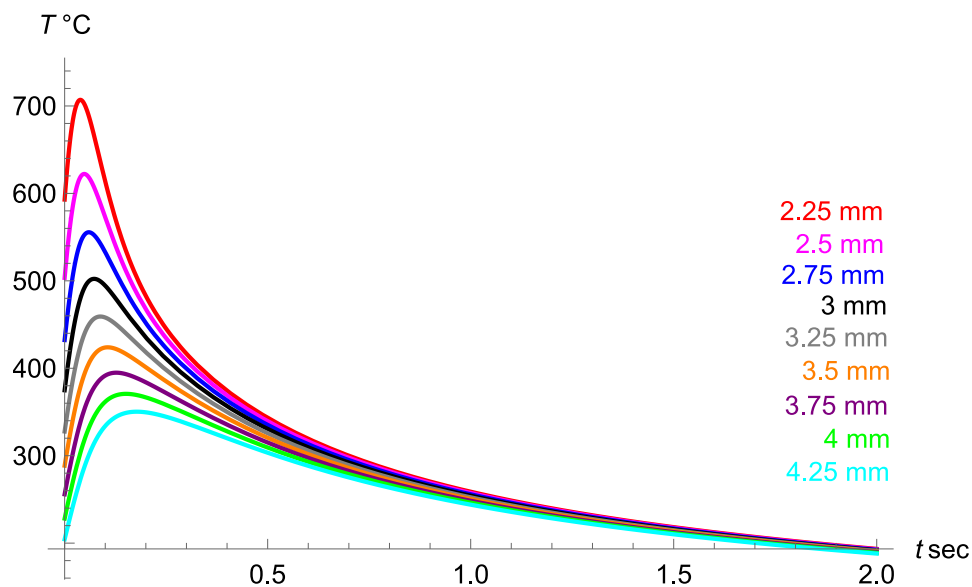
Διάγραμμα 5. Σύγκριση των πειραματικών σημείων της Εικόνα 7 με τα θεωρητικά σημεία της  $T_{\text{liquidus}}$  στο ίδιο βάθος του Διάγραμμα 3.

Στη συνέχεια παρουσιάζεται το διάγραμμα  $T(^{\circ}\text{C}) - y(\text{mm})$  στο σημείο  $x=0$  και σε βάθος  $z=1\text{mm}$  (Διάγραμμα 6). Οι θερμοκρασίες που έχουν σημειωθεί είναι η  $T_{\text{liq}} = 651^{\circ}\text{C}$ , η θερμοκρασία πλήρους διαλυτοποίησης της φάσης ισχυροποίησης  $T_1$   $493^{\circ}\text{C}$  και η θερμοκρασία peak aging  $175^{\circ}\text{C}$ . Για θερμοκρασίες μεγαλύτερες των  $651^{\circ}\text{C}$  στις περιοχές εκείνες πραγματοποιείται τήξη του μετάλλου συγκόλλησης και του μετάλλου βάσης (περιοχή Μ.Σ.). Η ΘΕΖ του υλικού είναι η περιοχή που οι θερμοκρασίες που αναπτύσσονται βρίσκονται στο εύρος  $175-651^{\circ}\text{C}$ . Η περιοχή αυτή μπορεί να χωριστεί σε δύο υπο-περιοχές ΘΕΖ<sub>1</sub> και ΘΕΖ<sub>2</sub>. Η περιοχή ΘΕΖ<sub>1</sub> βρίσκεται εντός του θερμοκρασιακού εύρους  $493-651^{\circ}\text{C}$  και σε αυτή την περιοχή πραγματοποιείται διαλυτοποίηση, αφού η θερμοκρασία είναι υψηλότερη του ορίου πλήρους διαλυτοποίησης των κυρίων φάσεων ισχυροποίησης του υλικού. Με την ελάττωση της θερμοκρασίας μετά το πέρας της συγκόλλησης πραγματοποιείται κατακρήμνιση, επομένως στην ΘΕΖ<sub>1</sub> το υλικό υπόκειται σε τεχνητή γήρανση. Η ΘΕΖ<sub>2</sub> βρίσκεται στο εύρος  $175-493^{\circ}\text{C}$ , όπου στην ζώνη αυτή δεν πραγματοποιείται πλήρης διαλυτοποίηση, αλλά διεύρυνση των φάσεων ισχυροποίησης, το οποίο επιδράει αρνητικά στην μικροσκληρότητα του υλικού. Επομένως, στην ζώνη αυτή το υλικό υπόκειται σε υπεργήρανση. Και στις δύο περιπτώσεις η μικροσκληρότητα του υλικού μειώνεται, όπως φαίνεται στο Διάγραμμα 2.



Διάγραμμα 6. Μεταβολή θερμοκρασίας σε σχέση με το  $y$  (mm) στο σημείο  $x=0$  και σε βάθος  $z=1$  mm.

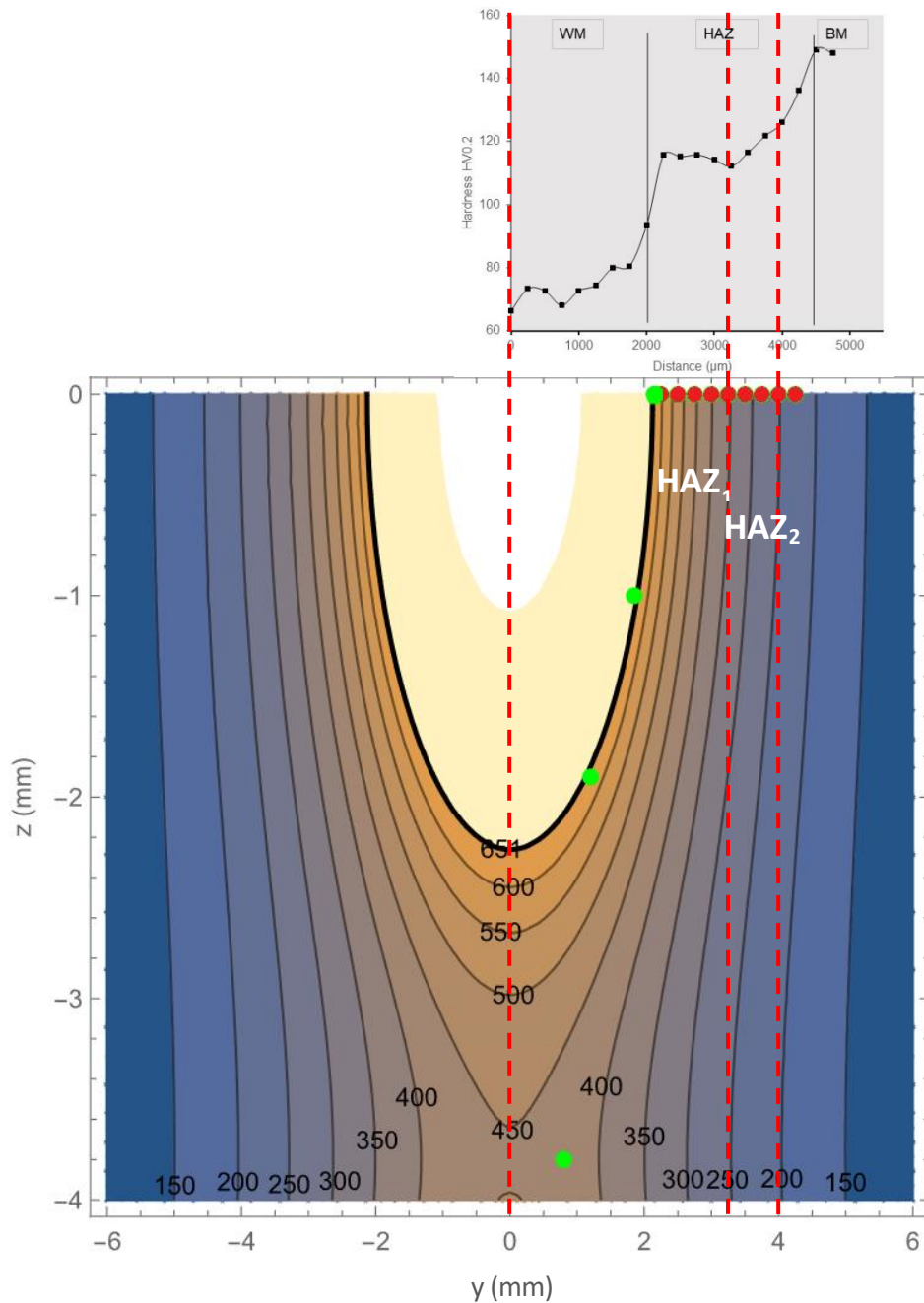
Προκειμένου να προσομοιωθεί η μικροσκληρότητα της ΘΕΖ μέσω ισόθερων θερμικών κατεργασιών, είναι απαραίτητο να υπολογιστούν οι θερμοκρασιακές μεταβολές που έχει υποστεί το υλικό στα σημεία που έχουν πραγματοποιηθεί οι μικροσκληρομετρήσεις στο έλασμα που συγκολλήθηκε. Τα σημεία αυτά απεικονίζονται με κόκκινες τελείες στο Διάγραμμα 3 και στη συνέχεια στο Διάγραμμα 7 φαίνονται οι μεταβολές που έχουν υποστεί.



Διάγραμμα 7. Μεταβολή της θερμοκρασίας ως προς τον χρόνο της συγκόλλησης στο κάθε σημείο όπου πραγματοποιήθηκαν οι μικροσκληρομετρήσεις στο έλασμα (κόκκινες τελείες στην Εικόνα). Στο υπόμνημα υποδεικνύεται η συντεταγμένη  $y$  (mm) του κάθε σημείου.

Όπως φαίνεται στο Διάγραμμα 7, στα σημεία από 2.25 έως 3mm κατά την διάρκεια της συγκόλλησης η θερμοκρασία ξεπερνάει τους 493°C άρα οι φάσεις ισχυροποίησης διαλυτοποιούνται πλήρως. Στο σημείο 3.25mm η θερμοκρασία φτάνει μέχρι τους 460°C, όπου οι φάσεις ισχυροποίησης έχουν διαλυτοποιηθεί σε μεγάλο ποσοστό. Επομένως, τα σημεία των μικροσκληρομετρήσεων 2.25 έως 3.25mm φαίνεται να ανήκουν στην ζώνη ΘΕΖ<sub>1</sub>. Στα σημεία 3.5-4.25mm η θερμοκρασία δεν ξεπερνάει την θερμοκρασία πλήρους διαλυτοποίησης, επομένως αυτά ανήκουν στην ζώνη ΘΕΖ<sub>2</sub> όπου επικρατεί διεύρυνση των φάσεων.

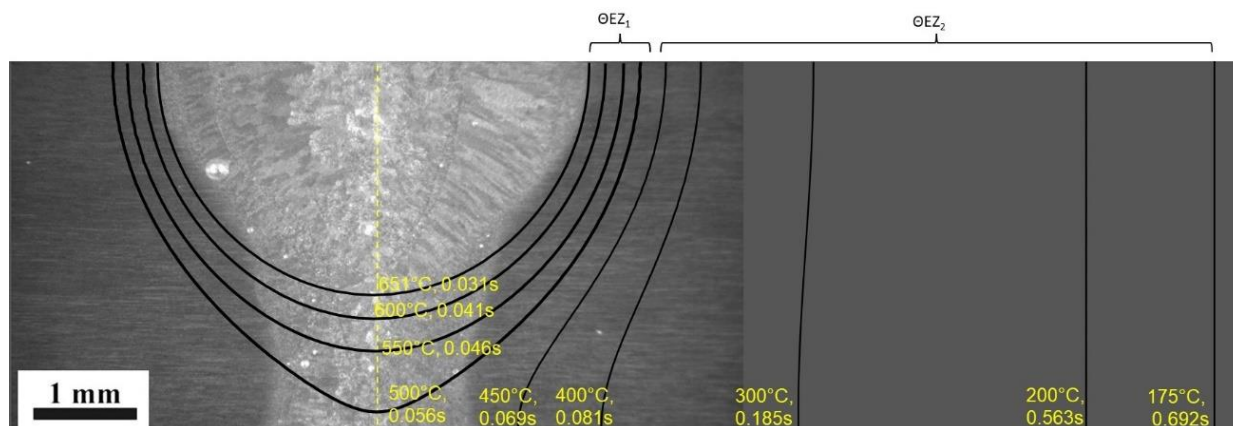
Το συμπέρασμα αυτό επιβεβαιώνεται αν συγκριθεί το Διάγραμμα 3 με το Διάγραμμα 2. Στην Εικόνα 10 φαίνονται οι μικροσκληρομετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν σε σχέση με το θερμοκρασιακό μοντέλο που υπολογίστηκε μέσω του Mathematica. Όπως φαίνεται, το εύρος των ζωνών ΘΕΖ<sub>1</sub> και ΘΕΖ<sub>2</sub> που προκύπτει μέσω των μικροσκληρομετρήσεων, συμπίπτει με το εύρος των ζωνών αυτών που υπολογίζεται μέσω του Mathematica (σε σύγκριση ταυτόχρονα με τις θερμοκρασιακές μεταβολές του κάθε σημείου στο διάγραμμα). Επομένως, οι θεωρητικοί υπολογισμοί ευρίσκονται σε ικανοποιητική συμφωνία με τα πειραματικά δεδομένα.



Εικόνα 10. Σύγκριση του προφίλ μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ με το θερμοκρασιακό μοντέλο που υπολογίστηκε μέσω του Mathematica.

Τέλος, υπολογίστηκε το μέγιστο εύρος των ισοθερμοκρασιακών καμπυλών των 175, 200, 300, 400, 450, 500, 550, 600 και 651 °C. Στην Εικόνα 11 παρουσιάζονται οι μέγιστες καμπύλες σε συνδυασμό με τη μακροδομή της συγκόλλησης. Όπως φαίνεται στη Εικόνα 11, η κάθε θερμοκρασία φτάνει το μέγιστο σημείο  $y(\text{mm})$  σε διαφορετικό χρόνο. Για παράδειγμα, η καμπύλη [200°C, 0.563s] υποδηλώνει ότι εκείνο είναι το όριο όπου η μέγιστη θερμοκρασία φτάνει τους

200°C σε χρόνο 0.563s από την έναρξη της συγκόλλησης. Επομένως, σύμφωνα με τους υπολογισμούς η ΘΕΖ στη συγκεκριμένη συγκόλληση φτάνει μέχρι περίπου 8.25mm (όπου η μέγιστη θερμοκρασία φτάνει τους 175°C) από το κέντρο της συγκόλλησης.



Εικόνα 11. Τα μέγιστα μήκη στο υλικό που φθάνουν οι θερμοκρασίες των 175, 200, 300, 400, 450, 500, 550, 600, 651°C, και οι χρόνοι που απαιτούνται.

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, στο πείραμα η συγκόλληση έφτασε σε μεγαλύτερο βάθος από ότι υπολογίζει το μοντέλο, λόγω του ότι δεν λαμβάνεται στους υπολογισμούς υπόψιν η δημιουργία heyhole.

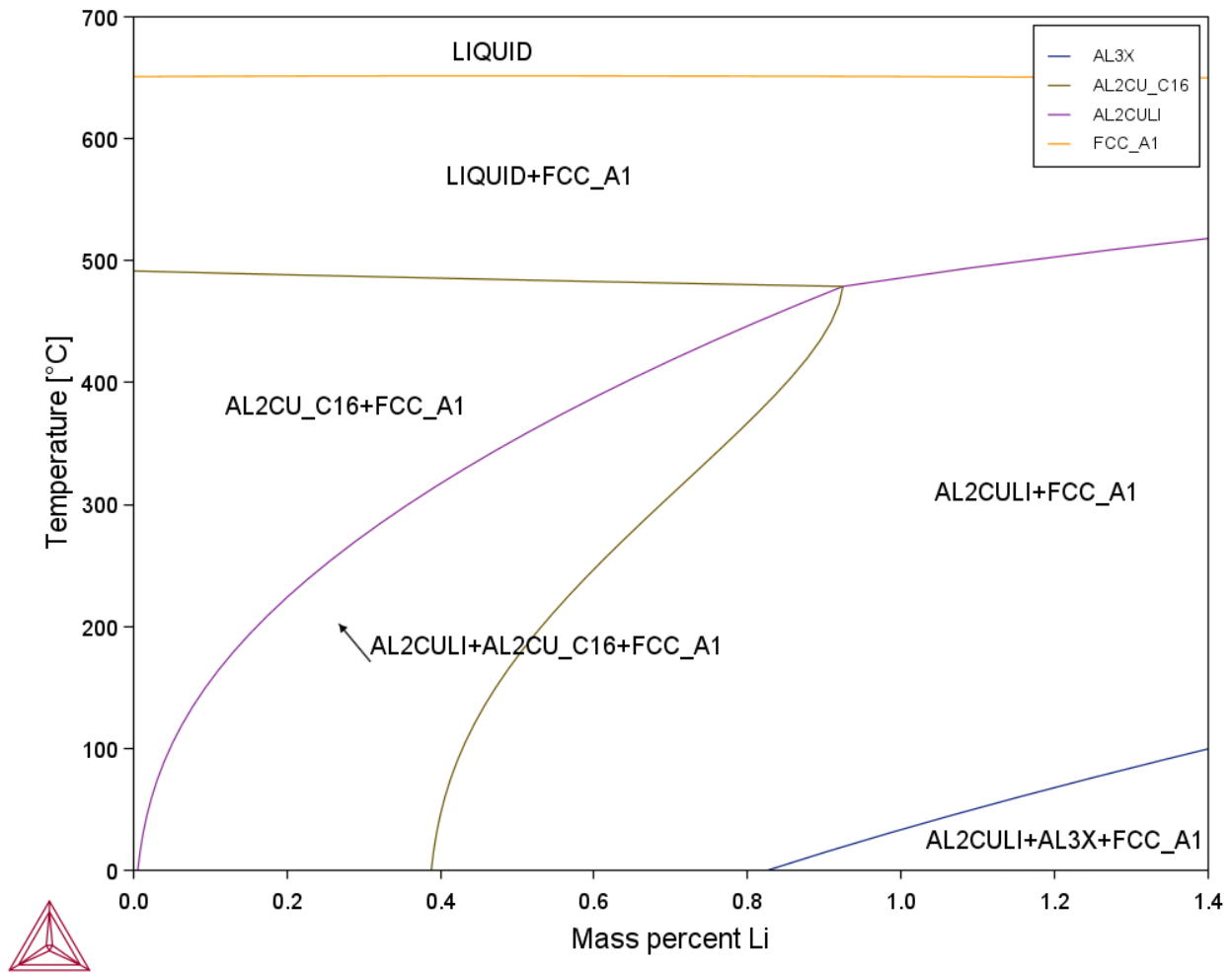
## 3.2. Κατακρημνίσματα Ισχυροποίησης και η Εξέλιξη τους Κατά τη Διάρκεια του Θερμικού Κύκλου της Συγκόλλησης

### 3.2.1. Λογισμικό Thermo-Calc

Το Thermo-Calc είναι ένα ευέλικτο λογισμικό και πακέτο βάσης δεδομένων για κάθε είδους υπολογισμούς ισορροπίας φάσεων, διαγραμμάτων φάσεων και μετασχηματισμών, όπως επίσης μπορούν να πραγματοποιηθούν πολλοί τύποι προσομοιώσεων διεργασιών. Έχει αναπτυχθεί για πολύπλοκα ετερογενή συστήματα και μπορεί να εφαρμοστεί σε οποιοδήποτε θερμοδυναμικό σύστημα στους τομείς της χημείας, της μεταλλουργίας, της επιστήμης των υλικών, της ανάπτυξης κραμάτων, της γεωχημείας, των ημιαγωγών κ.λπ. ανάλογα με το είδος της βάσης δεδομένων που συνδέεται [9].

Στην εργασία αυτή χρησιμοποιήθηκε το λογισμικό Thermo-Calc, version 2022a, για τον υπολογισμό του διαγράμματος φάσεων του κράματος AA2198 έτσι ώστε να προσδιοριστούν οι θερμοκρασίες που διαλυτοποιούνται και κατακρημνίζονται οι φάσεις ισχυροποίησης, αλλά και να

υπολογιστεί θεωρητικά η καμπύλη Solvus και Liquidus. Η βάση δεδομένων που χρησιμοποιήθηκε είναι η TCAl7 και στον υπολογισμό του διαγράμματος φάσεων λήφθηκαν υπόψιν μόνο οι φάσεις T1, θ' και δ' στις οποίες οφείλονται κυρίως οι μηχανικές ιδιότητες του υλικού. Παρακάτω στην Εικόνα 12 παρουσιάζεται το διάγραμμα φάσεων του κράματος.

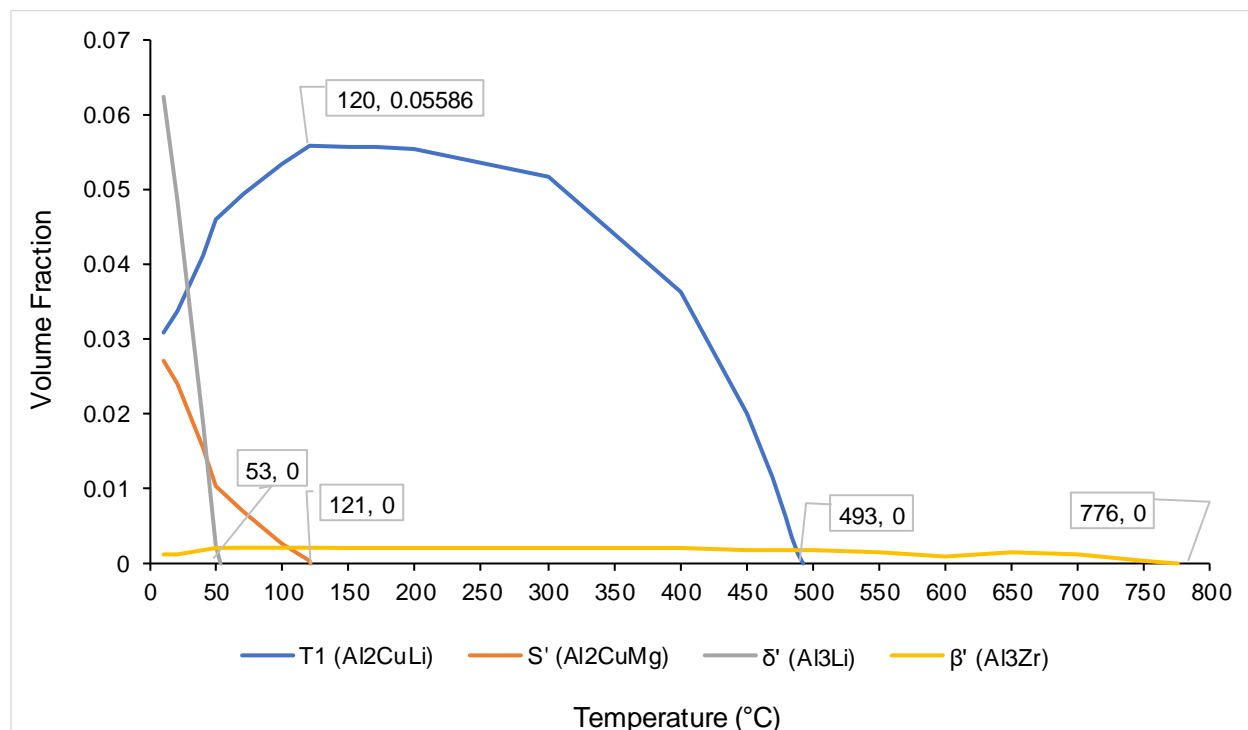


Εικόνα 12. Διάγραμμα φάσεων για το κράμα AA2198, η βάση δεδομένων που χρησιμοποιήθηκε είναι η TCAL7. Όπως φαίνεται στο διάγραμμα φάσεων η θερμοκρασία Liquidus για ποσοστό Li 1.1 wt.% είναι 651°C και η Solidus 493°C. Η φάση T<sub>1</sub> (Al<sub>2</sub>CuLi) φαίνεται να διαλυτοποιείται πλήρως στους 493°C ενώ η δ' (Al<sub>3</sub>Li) υπάρχει σε θερμοκρασίες κάτω των 100°C το οποίο συμφωνεί με τα δεδομένα από την βιβλιογραφία που αναφέρουν ότι είναι κύριο κατακρήμνισμα ισχυροποίησης κατά την φυσική γήρανση. Η φάση θ' φαίνεται να μην υπάρχει για σύσταση 1.1 wt.% Li, όμως στην βιβλιογραφία αναφέρεται ότι είναι κύριο κατακρήμνισμα στο κράμα 2198. Το ποσοστό του



Li στο κράμα αυτό κυμαίνεται μεταξύ 0.8 – 1.1 wt.%, άρα ενδεχομένως η  $\theta'$  να εμφανίζεται μόνο για ποσοστό κάτω του 0.9 wt.%.

Παρακάτω παρουσιάζεται το διάγραμμα (Διάγραμμα 8) του κλάσματος όγκου των κατακρημνισμάτων στο 2198 ως προς την θερμοκρασία. Στον υπολογισμό λήφθηκαν υπόψιν και οι  $\beta'$  και  $S'$  καθώς αναφέρονται στην βιβλιογραφία ως συνήθη κατακρημνίσματα.



Διάγραμμα 8. Κλάσμα όγκου των συνήθων κατακρημνισμάτων στο κράμα 2198, ως προς την θερμοκρασία.

Όπως φαίνεται, η  $T_1$  καταλαμβάνει το μεγαλύτερο κλάσμα όγκου, που φθάνει μέχρι και το 5.586%. Οι  $\delta'$  και  $\beta'$  υπάρχουν σε χαμηλές θερμοκρασίες όπου η  $\delta'$  διαλυτοποιείται στους 53°C και η  $S'$  στους 121°C. Η  $\beta'$  διαλυτοποιείται υψηλή θερμοκρασία αλλά το κλάσμα όγκου της είναι πολύ μικρό (το μέγιστο φθάνει 0.2%).

### 3.2.2. Diffusion Module (DICTRA)

Παράλληλα με την ανάπτυξη του Thermo-Calc έγινε προσπάθεια για την αντιμετώπιση της κινητικής των μετασχηματισμών φάσης προκειμένου να εισαχθεί ο χρόνος ως μεταβλητή. Ο ρυθμός ενός μετασχηματισμού φάσης ελέγχεται από διαδικασίες διάχυσης. Το DICTRA είναι ένα λογισμικό για την προσομοίωση μετασχηματισμών που ελέγχονται από την διάχυση, σε κράματα

πολλαπλών συστατικών. Είναι συνδεδεμένο με το λογισμικό Thermo-Calc, το οποίο παρέχει όλα τα απαραίτητα θερμοδυναμικά δεδομένα [9].

Στην μελέτη χρησιμοποιήθηκε το λογισμικό αυτό προκειμένου να μελετηθεί ο ρυθμός με τον οποίο διαλυτοποιούνται και διευρύνονται τα κατακρημνίσματα κατά τις θερμικές κατεργασίες διαλυτοποίησης και υπεργήρανσης, και κατά συνέπεια να επιλεχθούν οι κατάλληλες συνθήκες για τις θερμικές κατεργασίες που θα ακολουθήσουν στο πειραματικό μέρος. Στους υπολογισμούς, χρησιμοποιήθηκε η βάση δεδομένων MOBAL4 για τα δεδομένα κινητικής. Οι φάσεις που μελετήθηκαν είναι οι  $\theta'$  και  $T_1$ . Το Thermo-Calc δεν προβλέπει την ύπαρξη της  $\theta'$  για την συγκεκριμένη σύσταση, όμως τα πειραματικά δεδομένα που παρουσιάζονται αργότερα στην παράγραφο 5.2.3 δείχνουν ότι στο υλικό as-received είναι το κύριο κατακρημνισμα μαζί με ένα δεύτερο που ενδεχομένως πρόκειται για την  $T_1$ .

Στο DICTRA είναι απαραίτητη η εισαγωγή ενός γεωμετρικού μοντέλου (cells) βάση του οποίου θα πραγματοποιηθούν οι υπολογισμοί. Το μοντέλο αυτό έχει γεωμετρία (επίπεδη, κυλινδρική, σφαιρική) και διαστάσεις. Η γεωμετρία που επιλέχθηκε είναι επίπεδη (Εικόνα 13). Όσον αφορά τις διαστάσεις, απαιτούνται οι τιμές  $r_a$  και  $r_b$ , όπου υπολογίζονται μέσω του εξής τύπου για επίπεδη γεωμετρία:

$$\frac{f_a}{f_b} = \frac{r_a}{r_b} \quad (6)$$

Όπου:

$f_a$  το κλάσμα όγκου της μητρικής φάσης

$f_b$  το κλάσμα όγκου του κατακρημνίσματος

$r_a$  η ακτίνα της μητρικής φάσης που χρησιμοποιείται για το μοντέλο

$r_b$  η ακτίνα του κατακρημνίσματος

Τα  $f_a$ ,  $f_b$  και  $r_b$  υπολογίστηκαν πειραματικά από τις μικρογραφίες TEM που παρουσιάζονται αργότερα στην παράγραφο 5.2.3, επομένως υπολογίζεται το  $r_a$  από την (6). Το  $r_b$  είναι ουσιαστικά το μισό του πάχους του κατακρημνίσματος. Στον Πίνακα 4 φαίνονται οι τιμές που χρησιμοποιήθηκαν για το μοντέλο.

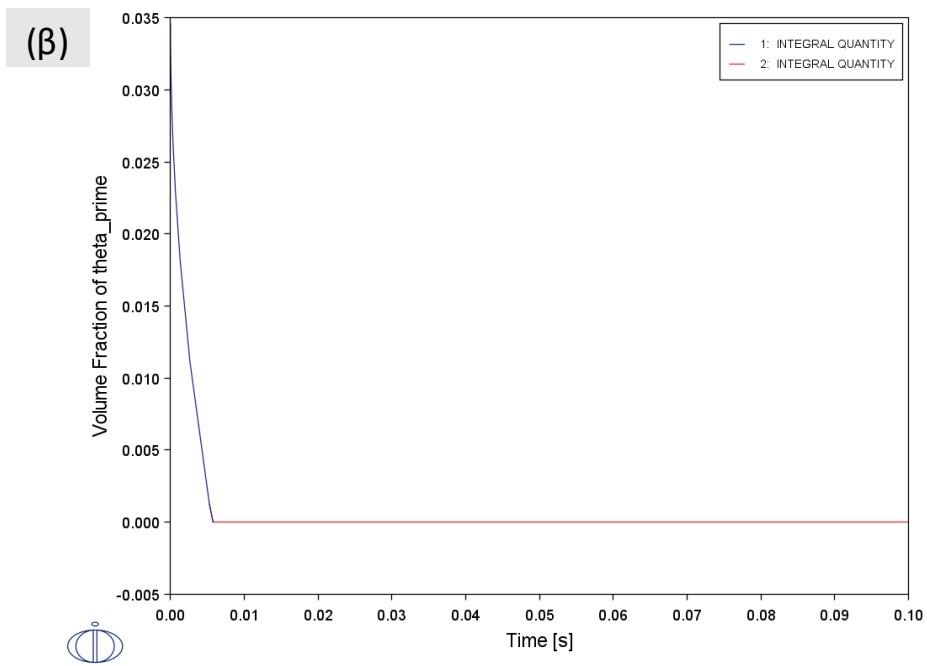
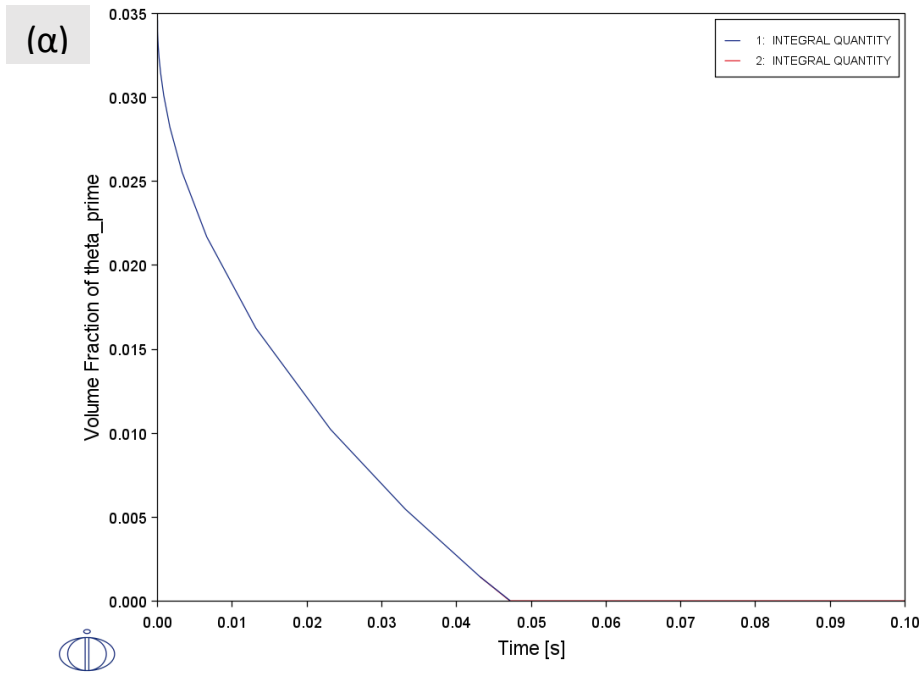
Πίνακας 4. Τιμές που εισάχθηκαν για το γεωμετρικό μοντέλο των υπολογισμών του DICTRA.

	Υπολογισμοί $\theta'$	Υπολογισμοί $T_1$
$f_a$	0.9541	0.9541
$f_b$	0.0342	0.0117
$r_a$	34.87	238.52
$r_b$	$2.5 \text{ nm} / 2 = 1.25$	$5.85 \text{ nm} / 2 = 2.925$

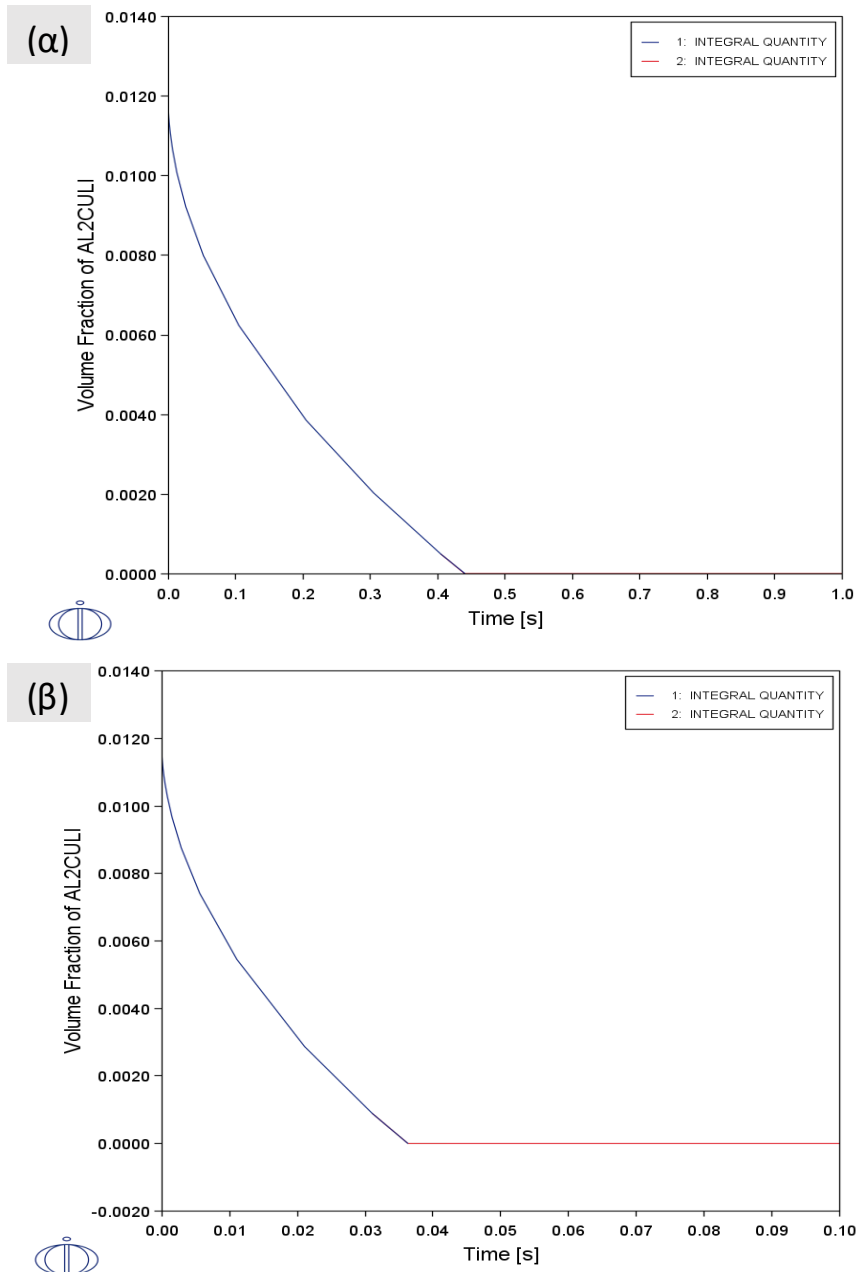


Εικόνα 13. Γεωμετρικά μοντέλα (cells) που χρησιμοποιήθηκαν για τους υπολογισμούς στο DICTRA.

Παρακάτω φαίνεται η μείωση του κλάσματος όγκου της φάσης  $\theta'$  (Διάγραμμα 9) και της  $T_1$  (Διάγραμμα 9 Διάγραμμα 10) με την αύξηση του χρόνου παραμονής σε θερμοκρασίες 450 και 500°C. Οι υπολογισμοί αφορούν 1 cell για την κάθε φάση. Και για τις δύο φάσεις το κλάσμα όγκου μηδενίζεται σε πολύ μικρό χρόνο και στις δύο θερμοκρασίες.

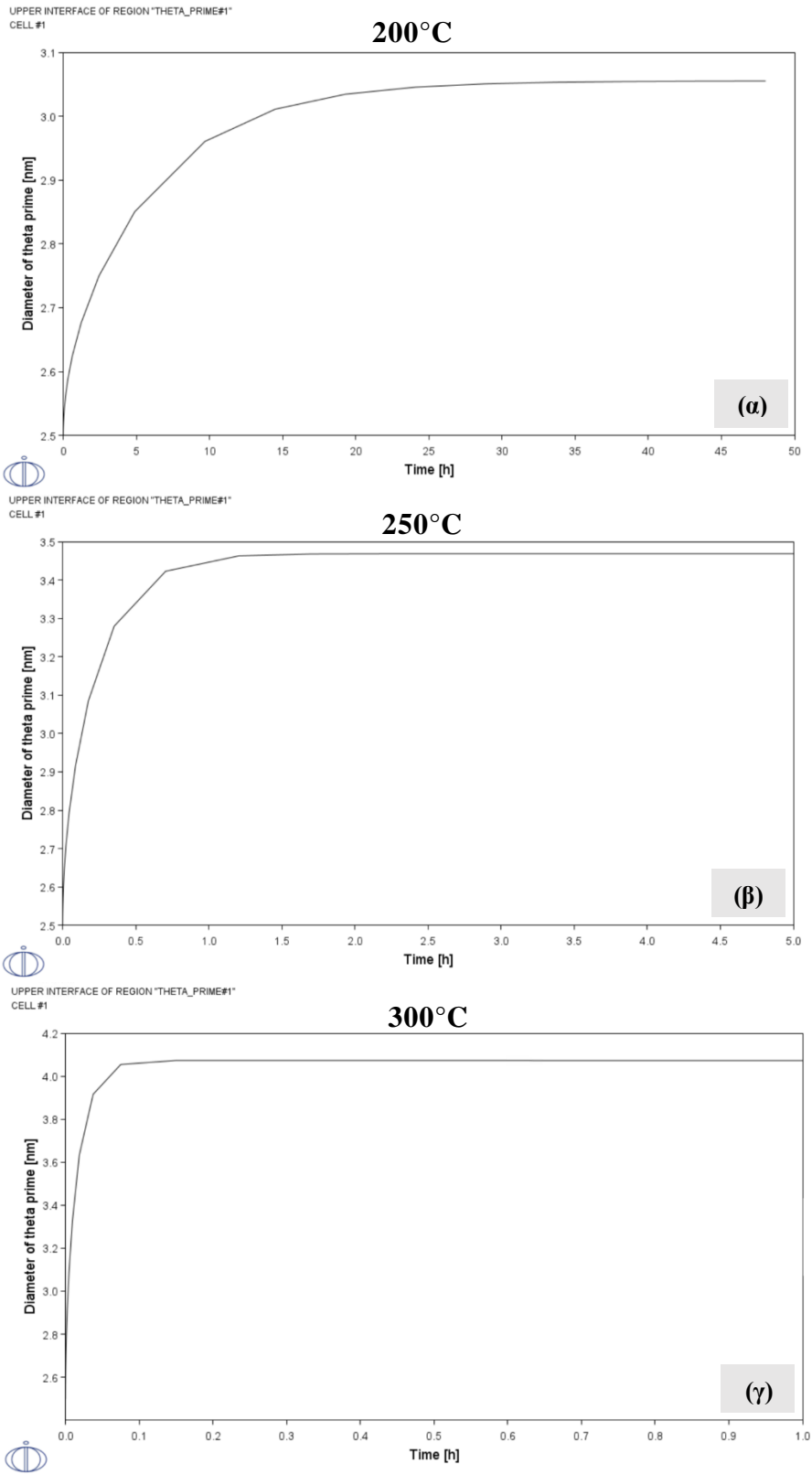


Διάγραμμα 9. Κλάσμα όγκου της φάσης  $\theta'$  ως προς τον χρόνο παραμονής σε θερμοκρασία (α)  $450^{\circ}\text{C}$  και (β)  $500^{\circ}\text{C}$ .

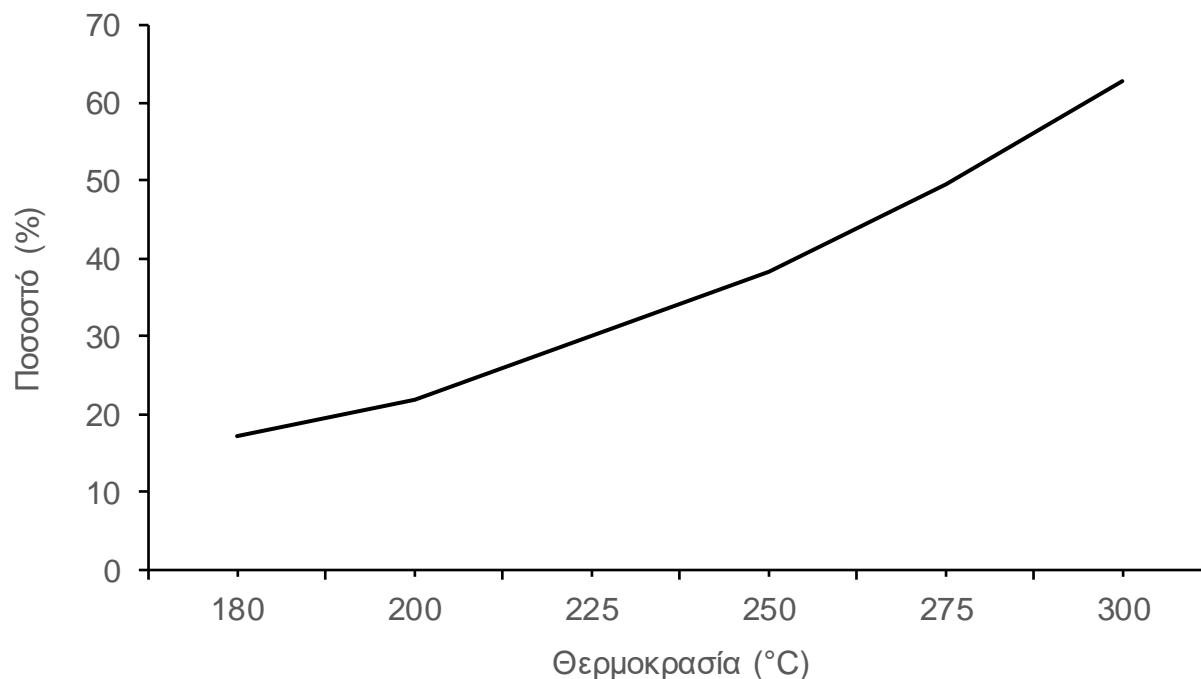


Διάγραμμα 10. Κλάσμα όγκου της  $T_1$  ως προς τον χρόνο παραμονής σε θερμοκρασία (α) 450°C και (β) 500°C. Επομένως, για τις θερμικές κατεργασίες διαλυτοποίησης επιλέγονται οι θερμοκρασίες 450, 500 και 550°C για διάφορα χρονικά διαστήματα προκειμένου να ερευνηθεί η επίδραση της θερμοκρασίας και του χρόνου παραμονής στην τάση για επανακατακρήμιση.

Στην συνέχεια παρουσιάζονται τα διαγράμματα που προέκυψαν για τον υπολογισμό της αύξησης του μέσου πάχους (nm) των κατακρημισμάτων κατά τις θερμικές κατεργασίες υπεργήρανσης. Στους υπολογισμούς λήφθηκε υπόψιν το κατακρήμισμα  $\theta'$ .



Διάγραμμα 11. Ρυθμός αύξησης της μέγιστης διαμέτρου (nm) του κατακρημνίσματος θ' σε σχέση με τον χρόνο παραμονής σε θερμοκρασίες (α) 200°C (β) 250°C (γ) 300°C.



Διάγραμμα 12. Ποσοστό αύξησης της μέγιστης διαμέτρου (nm) του κατακρημνίσματος  $\theta'$  σε σχέση με την αρχική διάμετρο, για διάφορες θερμοκρασίες.

Όπως φαίνεται στο Διάγραμμα 11 καθώς αυξάνεται η θερμοκρασία της υπεργήρανσης, η μέγιστη διάμετρος του κατακρημνίσματος  $\theta'$  αυξάνεται και ακόμη το μέγιστο αυτό επιτυγχάνεται σε μικρότερους χρόνους. Σύμφωνα με το Διάγραμμα 12 με την αύξηση της θερμοκρασίας υπεργήρανσης αυξάνεται το ποσοστό αύξησης της μέγιστης διαμέτρου της  $\theta'$ . Για παράδειγμα, στους 180°C η μέγιστη διάμετρος αυξάνεται κατά 17.2% σε σχέση με την αρχική στην κατάσταση as-received, ενώ στους 300°C αυξάνεται κατά 62.8%.

Για τις θερμικές κατεργασίες υπεργήρανσης επιλέχθηκαν οι θερμοκρασίες 200, 250 και 300 °C για διάφορους χρόνους παραμονής που επιλέχθηκαν με βάση τα δύο παραπάνω διαγράμματα και δεδομένα από την βιβλιογραφία.

## 4. Πειραματικό Μέρος

### 4.1. Υλικό

Το προς μελέτη υλικό είναι το κράμα AA2198 και ανήκει στην νεότερη γενιά των κραμάτων Al-Cu-Li, τα οποία παρουσιάζουν βελτιωμένες μηχανικές ιδιότητες και ανοχή στη βλάβη, χαμηλότερη πυκνότητα και αυξημένη αντοχή στην διάβρωση και στην διάδοση ρωγμών κόπωσης σε σχέση με τα συμβατικά κράματα Al-Cu. Το υλικό λήφθηκε σε μορφή ελάσματος πάχους 3.8mm στην κατάσταση T351 (θερμική κατεργασία διαλυτοποίησης, εξάλειψη εσωτερικών τάσεων μέσω ψυχρής παραμόρφωσης 1-3%, φυσική γήρανση για διάστημα μεγαλύτερο των τεσσάρων ημερών). Στον Πίνακα 5 παρουσιάζεται η σύσταση του υλικού.

Πίνακας 5. Σύσταση του κράματος AA2198 (% κ.β.)

Κράμα	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Zr	Li	Ag	Al
2198	0.08	0.10	3.50	0.5	0.80	0.05	0.35	0.18	1.10	0.50	Rem.

Το έλασμα του AA2198-T351 χρησιμοποιήθηκε για κοπή δειγμάτων μεγέθους περίπου 15x20mm (Εικόνα 14), από τα οποία το ένα μελετήθηκε στην κατάσταση όπως λήφθηκε (as-received) και τα υπόλοιπα υποβλήθηκαν σε θερμικές κατεργασίες γήρανσης (aging) και υπεργήρανσης (over-aging).



Εικόνα 14. Αρχικό έλασμα AA2198-T351 και μέγεθος δειγμάτων που κόπηκαν.



Στον Πίνακα 6 που ακολουθεί, παρουσιάζονται οι βασικές μηχανικές και φυσικές ιδιότητες για έλασμα AA2198-T351.

Πίνακας 6. Μηχανικές και φυσικές ιδιότητες ελάσματος AA2198-T351.

<b>Μηχανικές Ιδιότητες [8]</b>	
Σκληρότητα (HV)	150 HV
Μέγιστη Τάση Εφελκυσμού	490 MPa
R <sub>p0.2</sub>	430 MPa
Επιμήκυνση	14.0 %
<b>Φυσικές Ιδιότητες [36]</b>	
Πυκνότητα	2.69 g/cc
Θερμική Αγωγιμότητα	0.125 W/m°C
Ειδική Θερμότητα	0.9 J/g°C

## 4.2. Θερμικές Κατεργασίες

Όπως περιγράφεται και στην παράγραφο 1 για την προσομοίωση του προφίλ μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ μέσω ισόθερων θερμικών κατεργασιών, πρέπει να σχεδιαστούν θερμικές κατεργασίες γήρανσης και υπεργήρανσης. Στην γήρανση, το κράμα υπόκειται σε διαλυτοποίηση (solution treatment) όπου θερμαίνεται πάνω από την καμπύλη solvus για τον σχηματισμό ομογενούς στερεού διαλύματος. Έπειτα ακολουθεί η βαφή σε νερό και η φυσική γήρανση κατά την οποία δημιουργούνται τα κατακρημνίσματα που οδηγούν σε μεταβολή της σκληρότητας. Στην υπεργήρανση το κράμα θερμαίνεται σε κάποια χαμηλότερη θερμοκρασία όπου δεν πραγματοποιείται διαλυτοποίηση των φάσεων ισχυροποίησης αλλά διεύρυνση αυτών, δηλαδή το μέσο μέγεθος τους αυξάνεται υπό σταθερό κλάσμα όγκου.

Οι θερμοκρασίες και οι χρόνοι παραμονής των κατεργασιών επιλέχθηκαν με βάση το μοντέλο των λύσεων Rosenthal και των αποτελεσμάτων του DICTRA. Στον Πίνακα 7 παρουσιάζονται οι θερμικές κατεργασίες που πραγματοποιήθηκαν, και συνεπώς τα δείγματα που μελετήθηκαν.

Πίνακας 7. Θερμοκρασίες και χρόνοι παραμονής των θερμικών κατεργασιών που πραγματοποιήθηκαν. Σε κάθε περίπτωση ακολούθησε ταχεία ψύξη με βαφή σε νερό.

Δείγμα	Κατεργασία		Δείγμα	Κατεργασία	
AR	As-received		O200/8	200°C/8h	
A450/5	450°C/5min	Γήρανση	O200/16	200°C/16h	Υπεργήρανση
A450/10	450°C/10min		O200/24	200°C/24h	
A450/20	450°C/20min		O200/32	200°C/32h	
A450/40	450°C/40min		O200/48	200°C/48h	
A450/60	450°C/60min		O200/80	200°C/80h	
A500/10	500°C/10min		O200/153	200°C/153h	
A500/20	500°C/20min		O250/2	250°C/2h	
A500/40	500°C/40min		O250/4	250°C/4h	
A500/60	500°C/60min		O250/8	250°C/8h	
A550/5	550°C/5min		O250/16	250°C/16h	
A550/10	550°C/10min		O250/24	250°C/24h	
A550/20	550°C/20min		O250/32	250°C/32h	
A550/40	550°C/40min		O300/8	300°C/8h	
A550/60	550°C/60min		O300/16	300°C/16h	
			O300/24	300°C/24h	

Για τις θερμικές κατεργασίες γήρανσης επιλέχθηκαν τρεις θερμοκρασίες 450, 500 και 550 °C προκειμένου να μελετηθεί αν δημιουργούνται διαφορετικές τάσεις για κατακρήμνιση ανάλογα με την θερμοκρασία. Να σημειωθεί ότι στους 450 °C η διαλυτοποίηση δεν είναι πλήρης.

### 4.3. Μεταλλογραφική Προετοιμασία

Η μεταλλογραφική προετοιμασία των δειγμάτων αποτελείται από τέσσερα βασικά στάδια, τα οποία εν συντομία είναι η κοπή, ο εγκιβωτισμός, η λείανση και η στίλβωση. Μετά την κοπή των δειγμάτων, ακολούθησε ο εγκιβωτισμός τους. Σκοπός είναι η συγκράτηση των άκρων των δειγμάτων και η προστασία τους κατά την προετοιμασία. Έγινε χρήση ρητίνης VersoCit-2 Liquid

η οποία αναμίχθηκε με VersoCit-2 Powder, όπου κάθε 10 ml ρητίνης αναμίχθηκαν με 15 gr σκόνης και ο χρόνος αναμονής ήταν 30 λεπτά.

Μέσω της παρατεταμένης στίλβωσης με υδατικό διάλυμα αλούμινας αναδεικνύεται το ανάγλυφο των δοκιμίων λόγω της διαφορετικής μικροσκληρότητας των περιεχόμενων φάσεων αλλά και του διαφορετικού κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού των κόκκων. Για την λείανση και στίλβωση των δειγμάτων πραγματοποιήθηκε λείανση με τη χρήση του λειαντικού Struers LaboPol-5, και χρησιμοποιήθηκαν χαρτιά λείανσης SiC των 80, 120, 220, 320, 500, 800, 1000, 1200, 2400 και 4000 grit (SiC/inch<sup>2</sup>) με τη σειρά που αναφέρονται για περίπου 2 λεπτά το καθένα. Έπειτα πραγματοποιήθηκε στίλβωση σε δύο στάδια. Στο πρώτο στάδιο χρησιμοποιήθηκε πανί MD Nap και πάστα αλούμινας AP-A Suspension 1μm για 5 λεπτά, ενώ στο δεύτερο στάδιο χρησιμοποιήθηκε πανί MD Nap και αιώρημα αλούμινας AP-A Suspension 0.1μm για 5 λεπτά.

#### **4.4. Χημική Προσβολή (Etching)**

Προκειμένου να γίνει μελέτη της μικροδομής των δειγμάτων είναι απαραίτητο να υποβληθούν σε χημική προσβολή (micro-etching). Προκειμένου να γίνει σωστή επιλογή του κατάλληλου διαλύματος για την προσβολή ενός υλικού, πρέπει να ληφθούν υπόψιν οι ακόλουθοι παράγοντες [37]:

- Το διάλυμα πρέπει να προσβάλει ομοιόμορφα ολόκληρη την επιφάνεια του υλικού, αποκαλύπτοντας ικανοποιητικά τα δομικά συστατικά και τις ανομοιογένειες του υλικού.
- Η σύσταση του διαλύματος θα πρέπει να είναι απλή, το οποίο σημαίνει ότι η παρασκευή πρέπει να είναι εύκολη και οικονομική.
- Το μέσο προσβολής θα πρέπει να παραμένει σταθερό κατά την χρήση και την αποθήκευση του.
- Το διάλυμα θα πρέπει να είναι ασφαλές για τον χρήστη.

Κατά την πειραματική διαδικασία, οι χημικές προσβολές πραγματοποιήθηκαν όλες σε θερμοκρασία δωματίου με την μέθοδο της εμβάπτισης των δειγμάτων στο διάλυμα. Ακολούθησε ξέπλυμα της επιφάνειας των δειγμάτων με νερό και αιθανόλη.

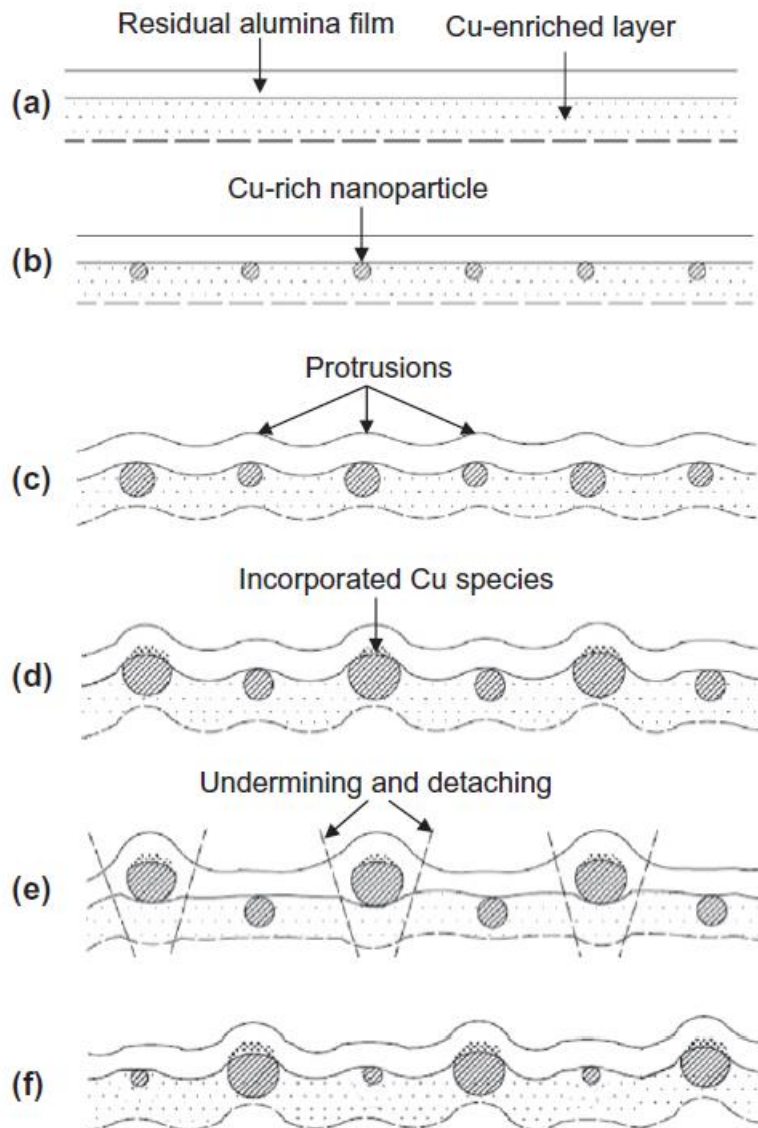
Το διάλυμα Kellers, του οποίου η σύσταση παρουσιάζεται στον Πίνακα 8, χρησιμοποιήθηκε για την αποκάλυψη της μικροδομής στα θερμικά κατεργασμένα δείγματα για χρόνο εμβάπτισης 20s .

Το συγκεκριμένο αντιδραστήριο χρησιμοποιείται ευρέως για την προσβολή κραμάτων αλουμινίου [37].

Πίνακας 8. Μέσα προσβολής που χρησιμοποιήθηκαν για την αποκάλυψη της μικροδομής των δειγμάτων.

Χημική Σύσταση	Διάλυμα	
	Kellers	HF-rich Solution
HNO <sub>3</sub>	2.5ml	20ml
HCl	1.5ml	-
HF	1ml	40ml
νερό	95ml	-
Methyl	-	100ml

Αξίζει να σημειωθεί, ότι το διάλυμα Kellers δεν είχε ικανοποιητικά αποτελέσματα για το as-received δείγμα, καθώς πρόσβαλε ανομοιόμορφα την επιφάνεια του με αποτέλεσμα την δημιουργία αυλακώσεων και ανάγλυφου το οποίο δεν επιτρέπει την μελέτη της μικροδομής. Σύμφωνα με τους Ma et al. (2013) [38] κατά την προσβολή κραμάτων Al-Cu-Li μπορεί να δημιουργηθεί ανάγλυφο νανοκλίμακας στην επιφάνεια τους με την μορφή αυλακιών στα όρια των κόκκων και στην περιφέρεια ενδομεταλλικών ενώσεων. Αυτό οφείλεται στα νανοσωματίδια πλούσια σε χαλκό που βρίσκονται σε ένα φιλμ πλούσιο σε Cu κάτω από το προστατευτικό φιλμ αλούμινας που σχηματίζεται. Αυτά τα νανοσωματίδια δημιουργούν τοπικές καθοδικές αντιδράσεις, με αποτέλεσμα την ανοδική διαλυτοποίηση της μήτρας αλουμινίου και εν κατακλείδι την δημιουργία ανάγλυφης επιφάνειας (Εικόνα 15). Το φαινόμενο αυτό εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από τον προσανατολισμό των κόκκων.



Εικόνα 15. Σχηματικό μοντέλο που δείχνει: (α) σχηματισμό στρώματος πλούσιο σε χαλκό (β) σχηματισμό νανοσωματιδίων πλούσιων σε χαλκό στο στρώμα, (γ) πρώιμη μορφή επιφάνειας με ανάγλυφο νανοκλίμακας, (δ) χαρακτηριστική επιφάνεια με ανάγλυφο νανοκλίμακας, (ε) αποκόλληση νανοσωματιδίων πλούσιων σε χαλκό και (φ) δυναμική σταθεροποίηση της νανουφής της επιφάνειας [38].

Για να αντιμετωπιστεί αυτό το πρόβλημα, η προσβολή του as-received δείγματος πραγματοποιήθηκε με αντιδραστήριο που σύμφωνα με τους Murphy et al. (1952) [39] παρουσιάζει ικανοποιητικά αποτελέσματα για κράματα αλουμινίου με Li. Η σύσταση του παρουσιάζεται στον Πίνακα 8 (HF-rich Solution) και ο χρόνος εμβάπτισης ήταν 15-20s.

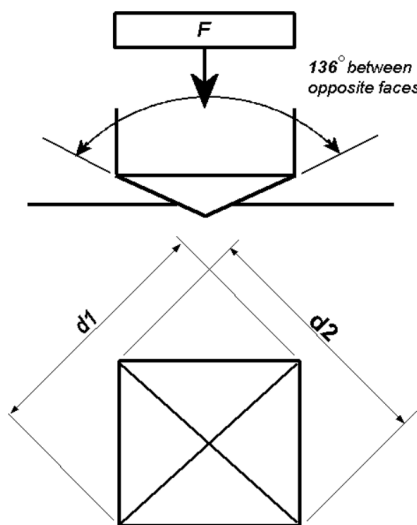
## 4.5. Μικροσκληρομέτρηση Vickers

Κατά την μικροσκληρομέτρηση κατά Vickers χρησιμοποιείται δεισδυτής με σχήμα τετραεδρικής πυραμίδας με γωνία ανοίγματος  $136^\circ$  (Εικόνα 16). Η μονάδα μέτρησης της σκληρότητας Vickers είναι  $\text{kg/mm}^2$  και υπολογίζεται σύμφωνα με τη σχέση [40]:

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (7)$$

όπου  $F$  η δύναμη που εφαρμόζεται και  $d$  η μέση τιμή των διαγωνίων  $d_1$  και  $d_2$  του αποτυπώματος.

Για την διεξαγωγή των μικροσκληρομετρήσεων χρησιμοποιήθηκε το μικροσκληρόμετρο 402MVD της εταιρίας Wolpert Wilson Instruments, και το φορτίο ορίσθηκε 200g με χρόνο δεισδυσής 10s. Πραγματοποιήθηκαν 5 τυχαίες μικροσκληρομετρήσεις για καθένα από τα δείγματα. Μετρήθηκε η μικροσκληρότητα του υλικού στην κατάσταση as-received αλλά και σε κάθε θερμικά κατεργασμένο δείγμα, προκειμένου να καθοριστεί η επίδραση της θερμικής κατεργασίας στην μικροσκληρότητα και να γίνει σύγκριση μεταξύ τους.



Εικόνα 16. Σχηματική αναπαράσταση της δοκιμής Vickers [41].

Όπως έχει ήδη αναφερθεί στην παράγραφο 2.2 το κράμα AA2198 επιδέχεται φυσική γήρανση, το οποίο συνεπάγεται με το ότι αν παραμείνει σε περιβάλλον  $25^\circ\text{C}$  για αρκετές ώρες η σκληρότητα του αυξάνεται λόγω της κατακρήμνισης ορισμένων φάσεων. Επομένως, στην παρούσα εργασία η μικροσκληρότητα των δειγμάτων μετρήθηκε αμέσως μετά την θερμική κατεργασία (0h), και διάφορα χρονικά διαστήματα μεταξύ 1h και 18 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία, προκειμένου να μελετηθεί η επίδραση της φυσικής γήρανσης στην μικροσκληρότητα.

## 4.6. Οπτική Μικροσκοπία

Το οπτικό μικροσκόπιο χρησιμοποιεί ορατό φως σε συνδυασμό με ένα σύστημα φακών για την μεγέθυνση εικόνων. Το δείγμα τοποθετείται συνήθως σε μηχανοκίνητη επιφάνεια και φωτίζεται από διάχυτη πηγή φωτός. Τα δύο εξαρτήματα που παίζουν σημαντικό ρόλο στην διαμόρφωση της εικόνας είναι ο αντικειμενικός φακός, ο οποίος συλλέγει το φως που διαθλάται από το δείγμα και σχηματίζει μεγεθυμένη πραγματική εικόνα, και ο συμπυκνωτής φακός («condenser lens»), ο οποίος εστιάζει το φως από την πηγή σε μια μικρή περιοχή του δείγματος. Η εικόνα του δείγματος προβάλλεται μέσω του συστήματος φακών σε ένα σύστημα απεικόνισης. Η εικόνα μπορεί να καταγραφεί από φωτοευαίσθητες κάμερες, με σκοπό την δημιουργία της μικρογραφίας. Στα μικροσκόπια υπάρχουν δύο διαφορετικοί σχεδιασμοί, τα ανάστροφα και τα ορθά [42].

Για τον χαρακτηρισμό των δειγμάτων χρησιμοποιήθηκαν μέσα οπτικής μικροσκοπίας, και συγκεκριμένα το ανάστροφο οπτικό μικροσκόπιο Leica DMILM, σε συνδυασμό με το λογισμικό «Leica Imaging». Στόχος ήταν μία πρώτη παρατήρηση της μικροδομής στο δείγμα as-received και σε αυτά που υποβλήθηκαν σε θερμική κατεργασία υπεργήρανσης στους 200 °C και επομένως υπάρχουν φαινόμενα διεύρυνσης των φάσεων. Επιπλέον, μελετήθηκε ένα δοκίμιο θερμικής κατεργασίας γήρανσης (550 °C/20min).

## 4.7. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM)

Για την καλύτερη παρατήρηση των δειγμάτων σε υψηλή μεγέθυνση, είναι απαραίτητη η χρήση μέσων Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy). Στην ηλεκτρονική μικροσκοπία μια εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων κατά την αλληλεπίδρασή της με το δείγμα παράγει διάφορα σήματα τα οποία ανιχνεύονται από ανιχνευτές διαφόρων τύπων για συγκεκριμένες μετρήσεις. Στην περίπτωση ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης, συνήθως εντοπίζονται δύο τύποι σήματος: τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons - BSE) και τα δευτερεύοντα ηλεκτρόνια (Secondary Electrons Imaging - SEI). Οι εικόνες BSE δίνουν πληροφορίες για την σύσταση του δείγματος, αφού τα άτομα με μικρότερο ατομικό αριθμό αποτυπώνονται πιο σκουρόχρωμα ενώ αυτά με μεγαλύτερο ατομικό αριθμό πιο ανοιχτόχρωμα. Οι εικόνες SEI δίνουν πληροφορίες για την τοπογραφία [43]. Η ηλεκτρονική μικροσκοπία σε συνδυασμό με ανάλυση EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) ή EDX (Energy Dispersive X-Ray Analysis) παρέχει πληροφορίες σχετικά με την σύσταση του δείγματος. Η ανάλυση αυτή χρησιμοποιεί τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια.

Στη συγκεκριμένη μελέτη έγινε χρήση ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης SEM JEOL JSM-6390, όπου λήφθηκαν εικόνες υψηλής ανάλυσης αλλά και δεδομένα στοιχειακή ανάλυσης. Οι στοιχειακές αυτές αναλύσεις έγιναν με τη χρήση της μεθόδου Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS). Όσο αφορά τις μικρογραφίες οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων ή “backscatter electrons” (BSE), αυτές λήφθηκαν με εφαρμοζόμενη τάση 20 kV. Με τη χρήση SEM μελετήθηκε το θερμικά κατεργασμένο δείγμα υπεργήρανσης των 200 °C για 48h, με σκοπό την ανάλυση των σωματιδίων που παρατηρούνται στο οπτικό μικροσκόπιο.

#### **4.8. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διέλευσης (TEM)**

Το ηλεκτρονική μικροσκοπία διέλευσης (Transmission Electron Microscopy) χρησιμοποιείται ευρέως για τον χαρακτηρισμό υλικών. Παρέχει πληροφορίες για τη μορφολογία, τη δομή, τη χημεία και ακόμη και τη φύση των δεσμών. Το TEM βασίζεται στη διέλευση μιας δέσμης ηλεκτρονίων μέσω ενός δείγματος στο οποίο τα ηλεκτρόνια μπορούν να μεταδοθούν ή να σκεδαστούν. Τα ηλεκτρόνια διέλευσης (transmitted) παρέχουν εικόνες φωτεινού πεδίου (bright field – BF), ενώ τα σκεδαζόμενα (scattered) ηλεκτρόνια δημιουργούν εικόνες σκοτεινού πεδίου (dark field – DF) που αποκαλύπτουν τη δομή με υψηλότερη αντίθεση. Πιο αναλυτικά, ορισμένες περιοχές του δείγματος μπορούν να απορροφήσουν ή να σκεδάσουν ηλεκτρόνια και να φαίνονται πιο σκούρες, ενώ άλλες περιοχές που μεταδίδουν ηλεκτρόνια φαίνονται φωτεινότερες. Στην εικόνα BF η μη σκεδαζόμενη δέσμη ηλεκτρονίων επιλέγεται με το άνοιγμα και τα σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια μπλοκάρονται. Εφόσον έχει επιλεγεί η μη σκεδαζόμενη δέσμη, οι περιοχές με κρυσταλλικά ή υλικά υψηλής μάζας θα φαίνονται σκοτεινές. Από την άλλη πλευρά, στη λειτουργία DF, η μη σκεδαζόμενη δέσμη ηλεκτρονίων αποκλείεται από το άνοιγμα και αντ’ αυτού επιλέγονται τα σκεδασμένα ηλεκτρόνια. Ως εκ τούτου, οι περιοχές όπου δεν υπάρχει σκέδαση ηλεκτρονίων και θα είναι μαύρες. Αυτή η τεχνική μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τη βελτίωση της αντίθεσης όταν η εικόνα BF δεν είναι αρκετά καθαρή. Η προετοιμασία του δείγματος για το TEM απαιτεί εξαιρετικά λεπτά δείγματα, έτσι ώστε να μπορούν να περάσουν τα ηλεκτρόνια. Η ανάλυση του TEM είναι υψηλότερη από αυτή του SEM [44].

Με τη χρήση TEM μελετήθηκε τα εξής τρία δοκίμια: το as-received και τα θερμικά κατεργασμένα 200 °C/48h και 550 °C/20min για την παρατήρηση των κατακρημνισμάτων κατά την γήρανση και υπεργήρανση. Για την προετοιμασία των δειγμάτων το πάχος τους μειώθηκε μέχρι 300 μm με λείανση και στη συνέχεια μειώθηκε περαιτέρω με χρήση κατάλληλων τεχνικών.

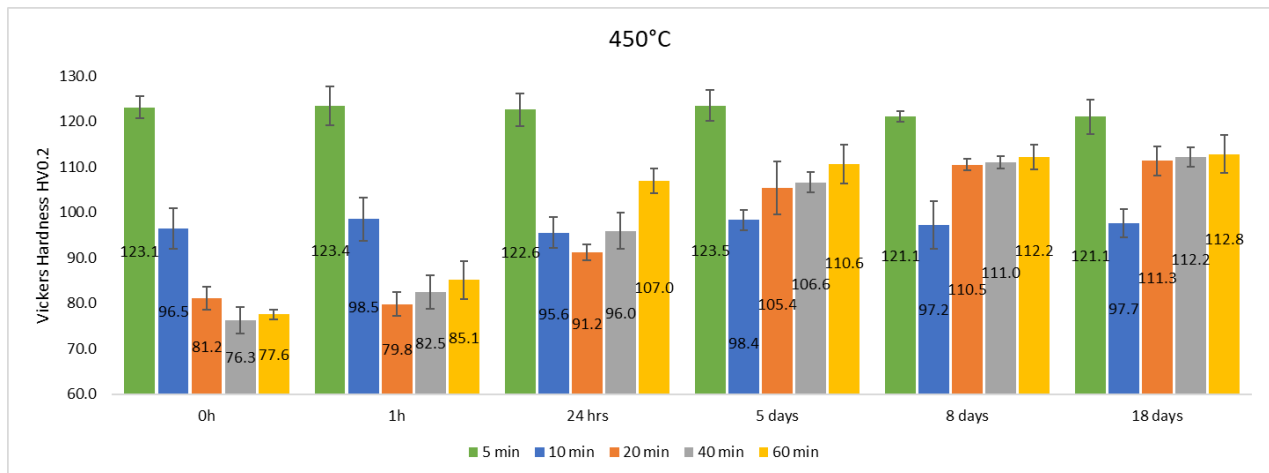


## 5. Παρουσίαση και Συζήτηση Αποτελεσμάτων

### 5.1. Αποτελέσματα Μικροσκληρομετρήσεων

#### 5.1.1. Θερμικές Κατεργασίες Γήρανσης

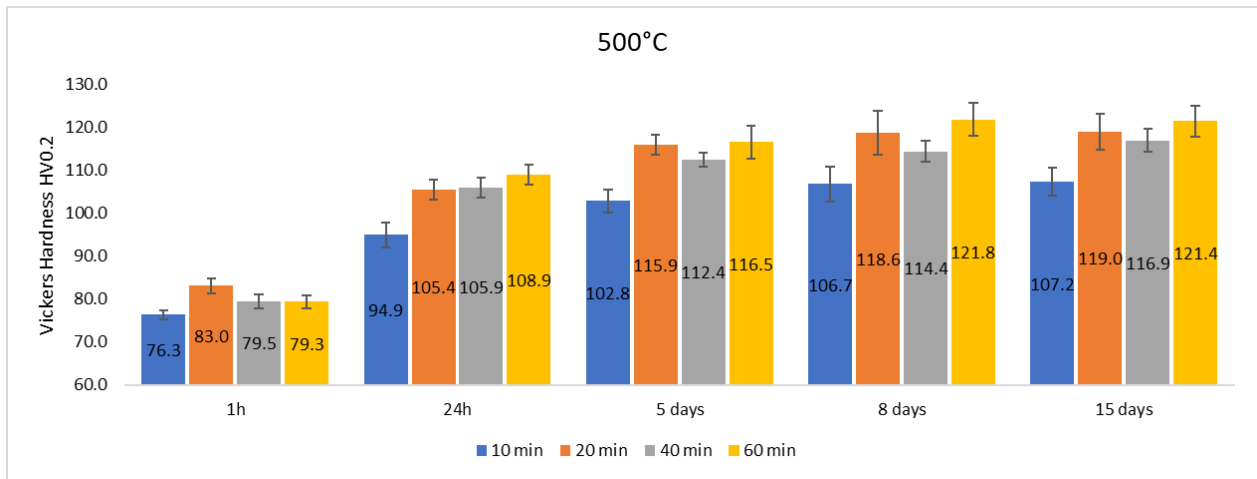
Στην παρούσα παράγραφο παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των μικροσκληρομετρήσεων των δειγμάτων που έχουν υποστεί θερμική κατεργασία γήρανσης (Πίνακας 7). Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν αμέσως μετά την θερμική κατεργασία (0h) και σε διαστήματα 1h έως 18 ημέρες μετά αυτής, προκειμένου να διερευνηθεί η επίδραση της φυσικής γήρανσης στην μικροσκληρότητα του κράματος. Υπενθυμίζεται ότι η αρχική μικροσκληρότητα του υλικού είναι 150 HV<sub>0.2</sub>.



Διάγραμμα 13. Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 450°C για 5, 10, 20, 40 και 60 min. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε διαστήματα από 0h έως 18 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία.

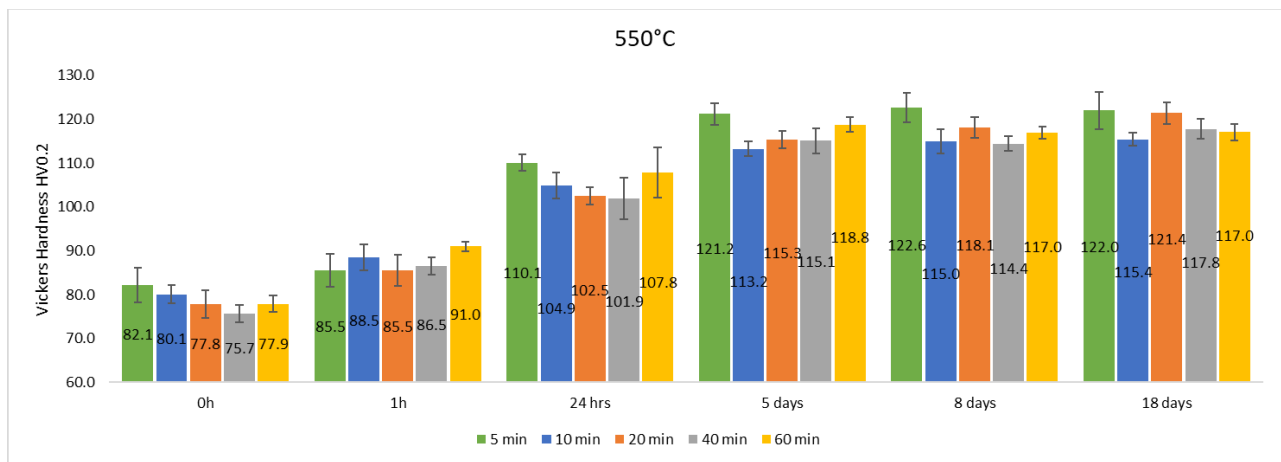
Όπως φαίνεται στο Διάγραμμα 13, στους 450°C τα δείγματα που παρέμειναν στον φούρνο για 5min και 10min είχαν κάποια μείωση της σκληρότητας σε σχέση με την αρχική, όμως δεν παρατηρήθηκαν μεταβολές στις μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν σε όλα τα χρονικά διαστήματα από 0h έως 18 ημέρες. Αυτό συμβαίνει διότι ο χρόνος παραμονής και η θερμοκρασία δεν ήταν αρκετά ώστε να πραγματοποιηθεί διαλυτοποίηση σε σημαντικό ποσοστό, επομένως δεν υπήρχε κατακρήμνιση άρα και φυσική γήρανση. Στα δείγματα που παρέμειναν στον φούρνο για 20, 40 και 60min η σκληρότητα έπεσε περίπου στο 80 HV και στα τρία, το οποίο υποδηλώνει ότι οι χρόνοι αυτοί ήταν αρκετοί για πλήρη (ή σχεδόν πλήρη) διαλυτοποίηση. Στις μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν αμέσως μετά τις θερμικές κατεργασίες (0h) φαίνεται ότι η αύξηση του

χρόνου παραμονής οδηγεί σε περαιτέρω μείωση της σκληρότητας, το οποίο συνεπάγεται με μεγαλύτερο ποσοστό διαλυτοποίησης στο υλικό. Για τα δείγματα των 20, 40 και 60 min παρατηρείται ότι η σκληρότητα αυξάνεται με το πέρασμα των ωρών/ημερών λόγω της φυσική γήρανσης. Ακόμη, για τα τρία αυτά δείγματα φαίνεται ότι με την αύξηση του χρόνου παραμονής αυξάνεται η τάση για επανα-κατακρήμνιση, καθώς η σκληρότητα στις 24h και στις 5 ημέρες αυξήθηκε περισσότερο στο δείγμα των 60min, και λιγότερο σε αυτό των 20min.



Διάγραμμα 14. Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 500°C για 10, 20, 40 και 60 min. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε διαστήματα από 0h έως 15 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία.

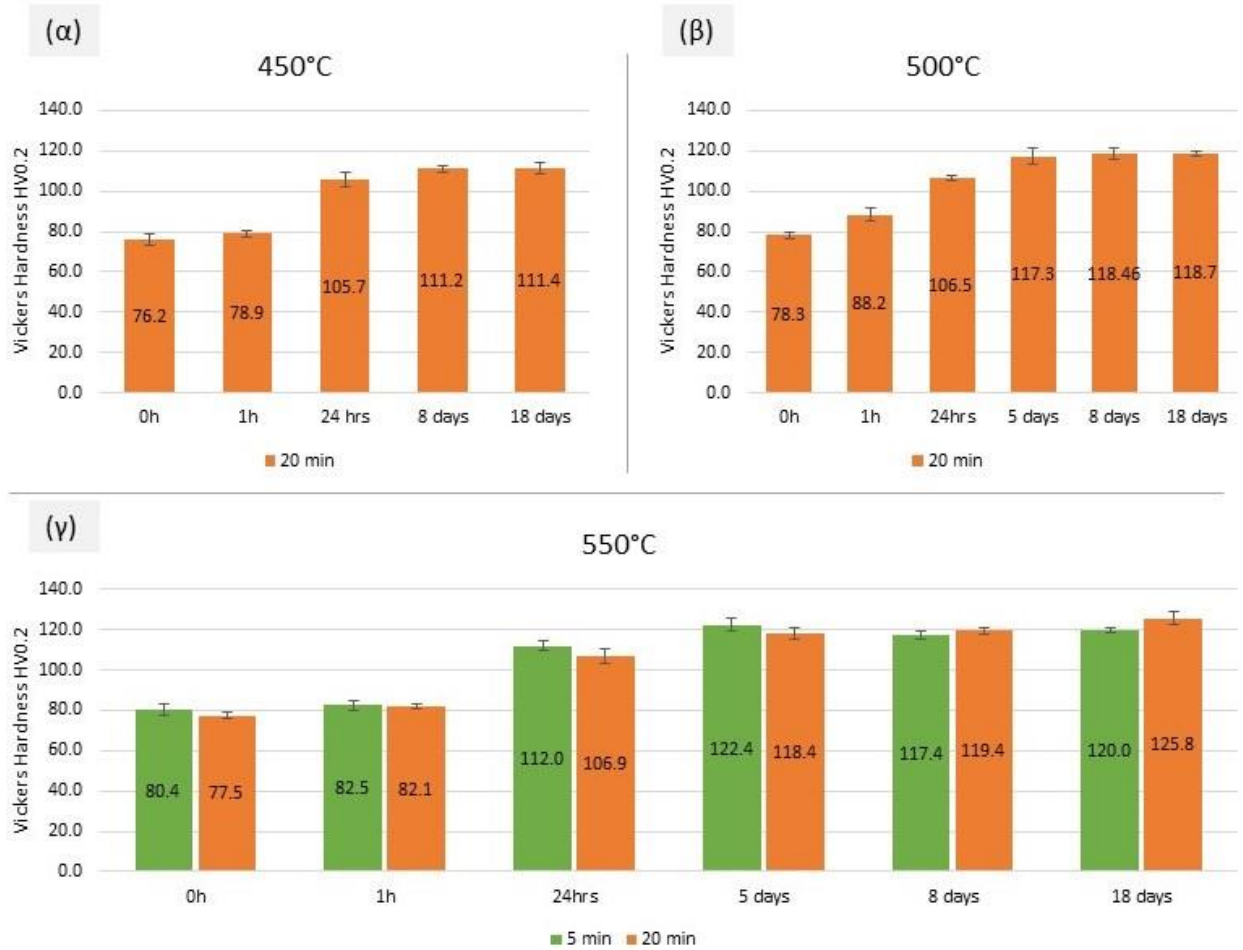
Στο Διάγραμμα 14 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των μικροσκληρομετρήσεων των θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 500°C για 10, 20, 40 και 60min. Στις μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν 1h μετά την θερμική κατεργασία φαίνεται ότι για όλους τους χρόνους παραμονής η διαλυτοποίηση ήταν πλήρης, καθώς η σκληρότητα του υλικού μειώθηκε περίπου σε 80 HV<sub>0.2</sub>. Με το πέρασμα των ωρών/ημερών η σκληρότητα των δοκιμίων αυξάνεται μέχρι την τιμή των 120 HV<sub>0.2</sub> κατά μέσο όρο μετά από διάστημα 8 ημερών. Το δοκίμιο των 10min παρουσίασε την μικρότερη σκληρότητα σε κάθε μέτρηση, πιθανώς λόγω του ότι ο μικρότερος χρόνος παραμονής οδήγησε σε μικρότερη τάση για κατακρήμνιση.



Διάγραμμα 15. Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 550°C για 5, 10, 20, 40 και 60 min. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν σε διαστήματα από 0h έως 18 ημέρες μετά την θερμική κατεργασία.

Στο Διάγραμμα 15 παρουσιάζονται οι σκληρότητες των δοκιμίων που υπέστησαν θερμική κατεργασία στους 550°C για 5, 10, 20, 40 και 60min. Όπως φαίνεται, για όλους τους χρόνους παραμονής η διαλυτοποίηση είναι πλήρης, καθώς στις μετρήσεις αμέσως μετά την θερμική κατεργασία (0h) η μέση σκληρότητα στα δοκίμια κυμαίνεται στα 80 HV<sub>0.2</sub>. Μέσω της φυσικής γήρανσης η σκληρότητα των δοκιμίων αυξάνεται, φτάνοντας μέχρι κατά μέσο όρο τα 117 HV<sub>0.2</sub> μετά από ένα διάστημα περίπου 8 ημερών. Το δοκίμιο που παρέμεινε στον φούρνο για 5min παρουσιάζει αυξημένη σκληρότητα σε σχέση με τα υπόλοιπα σε κάθε μέτρηση.

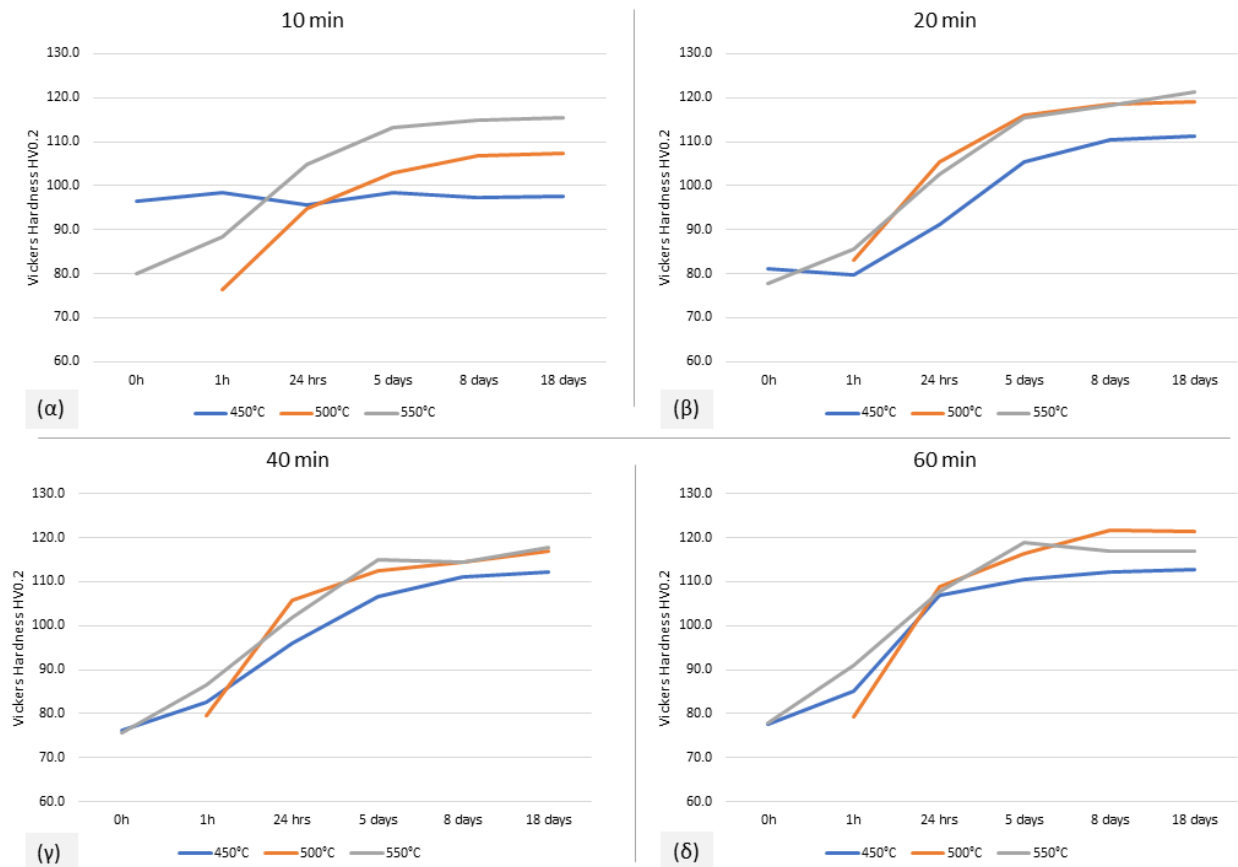
Προκειμένου να εξακριβωθεί ότι υπάρχει επαναληψιμότητα στις μικροσκληρομετρήσεις, επιλέχθηκαν 4 θερμικές κατεργασίες οι οποίες επαναλήφθηκαν. Οι θερμοκρασίες και οι χρόνοι παραμονής τους ήταν 450°C/20min, 500°C/20min, 550°C/5min και 550°C/20min. Πραγματοποιήθηκαν μικροσκληρομετρήσεις στα νέα δοκίμια ξανά σε διαστήματα από 0h έως 18 ημέρες. Τα αποτελέσματα τους παρουσιάζονται στο Διάγραμμα 16.



Διάγραμμα 16. Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικών κατεργασιών που επαναλήφθηκαν για την εξακρίβωση της επαναληψιμότητας (α) 450°C/20min (β) 500°C/20min (γ) 550°C/5min και 550°C/20min.

Όπως φαίνεται, οι μετρήσεις είναι πολύ κοντινές με τις προηγούμενες, επομένως θεωρούμε ότι υπάρχει υπαναληψιμότητα στην πειραματική διαδικασία.

Τέλος, τα αποτελέσματα συγκρίθηκαν μεταξύ τους με βάση την παράμετρο του χρόνου παραμονής στον φούρνο για τις διάφορες θερμοκρασίες (Διάγραμμα 17).

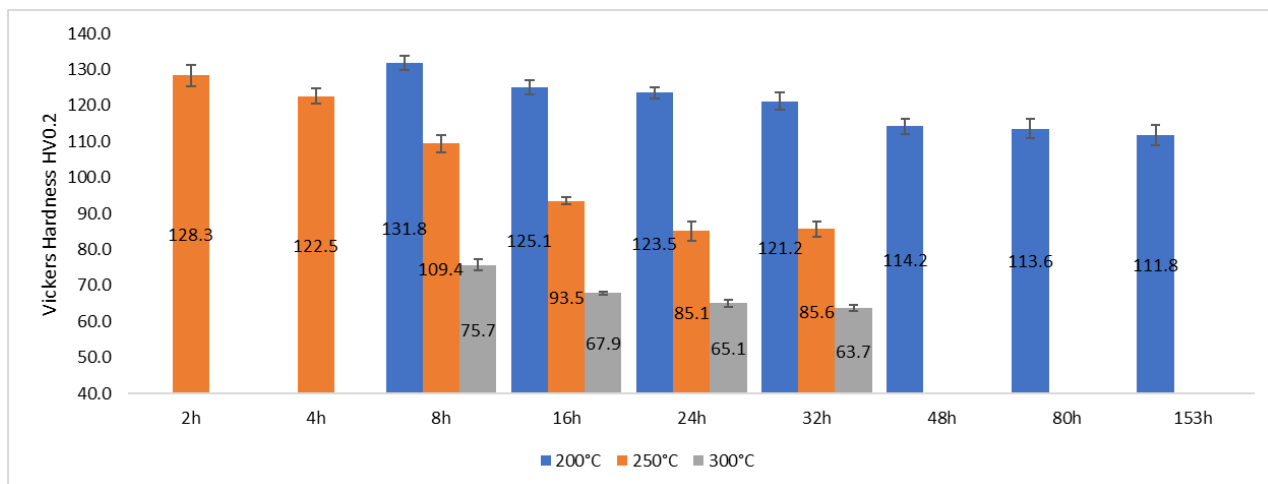


Διάγραμμα 17. Σύγκριση αποτελεσμάτων μικροσκληρομετρήσεων με βάση τον χρόνο θερμικής κατεργασίας (α) δοκίμια που παρέμειναν στους 450, 500 και 550°C για 10min (β) 20min (γ) 40min και (δ) 60min.

Σε κάθε περίπτωση, η μέση σκληρότητα του στερεού διαλύματος που προκύπτει με την διαλυτοποίηση στους 450, 500 και 550°C είναι 80 HV<sub>0.2</sub>. Μέσω της φυσικής γήρανσης η σκληρότητα του υλικού αυξάνεται μέχρι μία μέση τιμή που κυμαίνεται μεταξύ 110-118 HV<sub>0.2</sub>. Στα θερμικά κατεργασμένα δοκίμια των 450°C οι σκληρότητες που προκύπτουν είναι μικρότερες σε σχέση με αυτά των 500 και 550°C, λόγω του ότι στους 450°C η διαλυτοποίηση δεν είναι πλήρης, άρα και η τάση για κατακρήμνιση είναι μικρότερη. Τα δοκίμια των 20min στους 500 και 550°C παρουσιάζουν παρόμοιες σκληρότητες και ρυθμό αύξησης της σκληρότητας. Το ίδιο ισχύει και για αυτά των 40 και 60min. Επομένως, φαίνεται ότι η αύξηση από 500 στους 550°C δεν επηρεάζει σημαντικά τον ρυθμό που αυξάνεται η σκληρότητα κατά την φυσική γήρανση.

### 5.1.2. Θερμικές Κατεργασίες Υπεργήρανσης

Παρακάτω παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των μικροσκληρομετρήσεων στα θερμικά κατεργασμένα δοκίμια που υπέστησαν υπεργήρανση στους 200, 250 και 300 για χρόνους παραμονής από 2 έως 153h.



Διάγραμμα 18. Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων θερμικά κατεργασμένων δοκιμίων υπεργήρανσης.

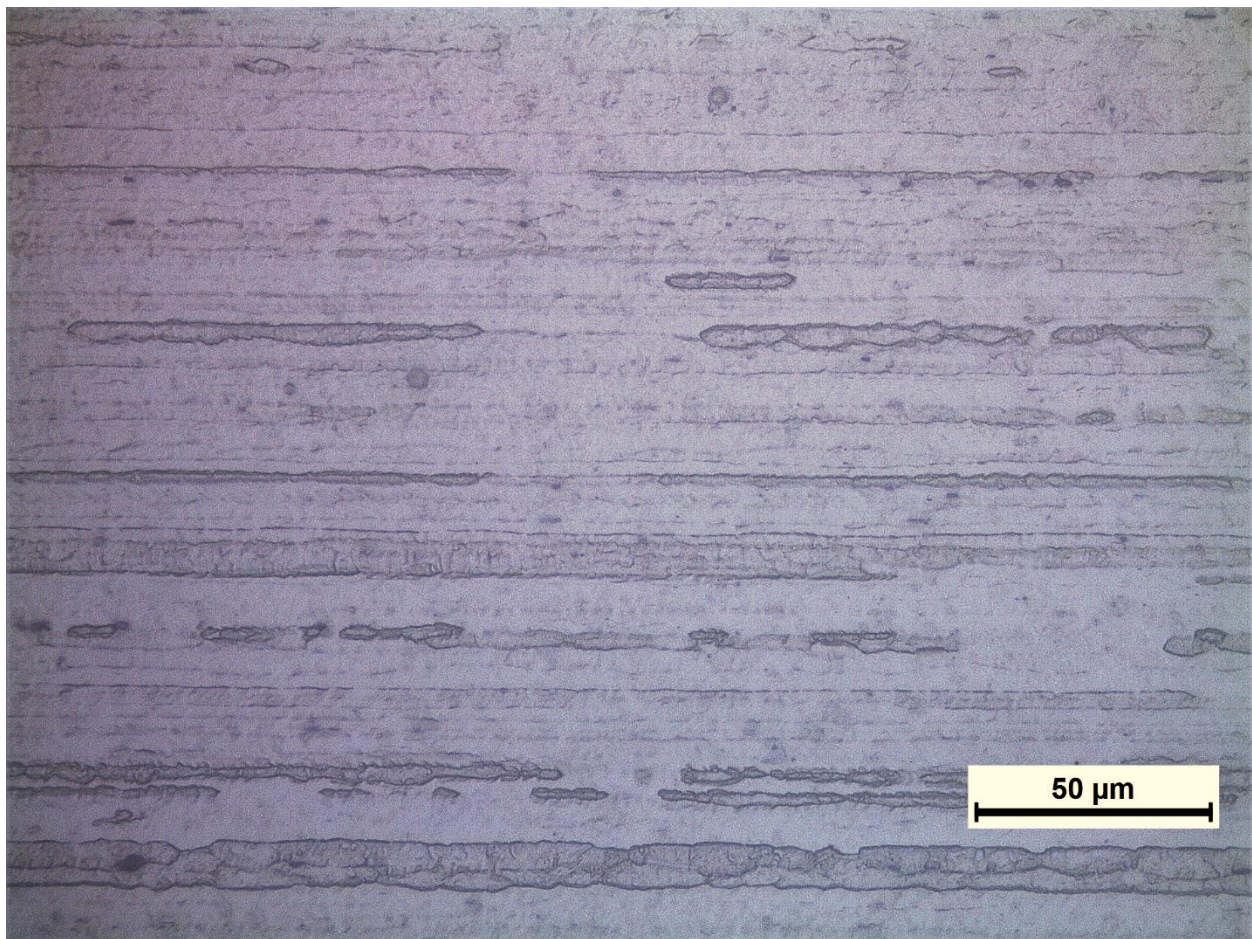
Όπως φαίνεται στο Διάγραμμα 18, τα θερμικά κατεργασμένα δοκίμια στους 200°C παρουσιάζουν πτώση της σκληρότητας στην τιμή 131.8 HV<sub>0.2</sub> στις 8h παραμονής και έως 111.8 HV<sub>0.2</sub> στις 153h, ενώ η τιμή της σκληρότητας φαίνεται να σταθεροποιείται ήδη από τις 48h παραμονής. Για τα δοκίμια των 250°C, η σκληρότητα πέφτει στο 128.3 HV<sub>0.2</sub> στις 2h και στις 32h φτάνει στο 85.8 HV<sub>0.2</sub>, ενώ σταθεροποιείται από τις 24h. Για τα δοκίμια των 300°C η σκληρότητα πέφτει στο 75.5 HV<sub>0.2</sub> στις 8h, ενώ από τις 16h σταθεροποιείται περίπου στο 65 HV<sub>0.2</sub>. Επομένως, με την αύξηση της θερμοκρασίας αυξάνεται ο ρυθμός μείωσης της σκληρότητας και μειώνονται οι τιμές της. Τέλος, σε μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν στα δοκίμια ορισμένες μέρες μετά τις θερμικές κατεργασίες δεν παρατηρήθηκε μεταβολή στις τιμές των μικροσκληροτήτων, επομένως δεν υπήρξε δράση φυσικής γήρανσης.

## 5.2. Ανάλυση Μικροδομής

### 5.2.1. Οπτική Μικροσκοπία (ΟΜ)

Στο κράμα AA2198 οι φάσεις ισχυροποίησης είναι της τάξεως νανοκλίμακας, επομένως μέσω στην οπτικής μικροσκοπίας δεν είναι εφικτό αυτές να παρατηρηθούν. Όμως, οι εικόνες ΟΜ δίνουν σημαντικές πληροφορίες για την μορφολογία, την δομή των κόκκων, αλλαγές στην μικροδομή λόγω θερμικών κατεργασιών, αλλά και δύναται να εντοπιστούν διάφορα ελαττώματα όπως εγκλείσματα, πόροι κ.ά.

Παρακάτω παρουσιάζεται η μικροδομή του υλικού στην κατάσταση as-received (Εικόνα 17).

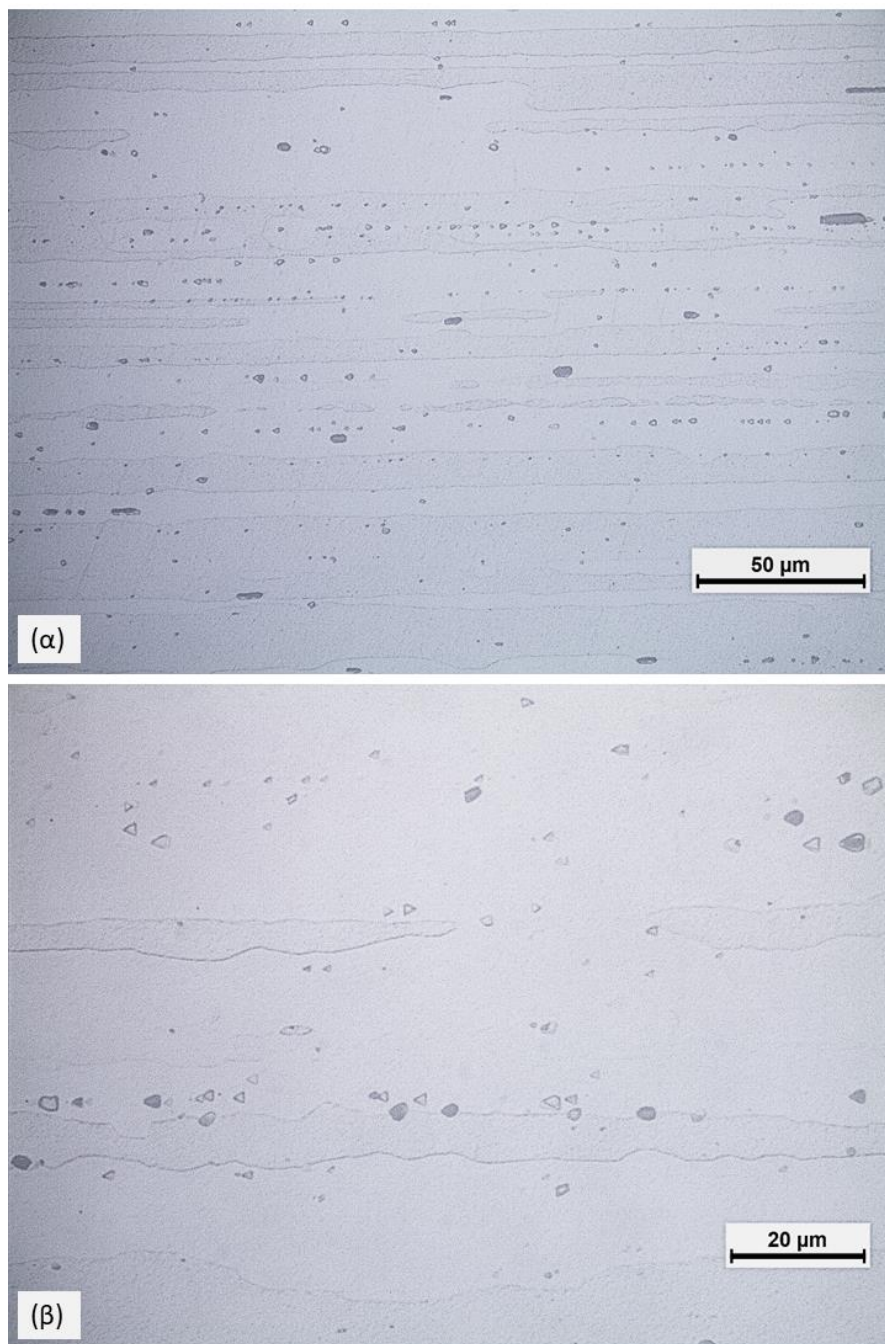


Εικόνα 17. Εικόνα ΟΜ δοκιμίου as-received κατά την διεύθυνση έλασης.

Στην Εικόνα 17 φαίνεται η μητρική φάση του υλικού, ενώ χαρακτηριστικοί είναι οι επιμήκεις κόκκοι της διεύθυνσης έλασης (rolling direction). Στην επιφάνεια του δοκιμίου δεν παρατηρήθηκε η ύπαρξη πόρων ή ελαττωμάτων. Ορισμένοι κόκκοι φαίνεται να έχουν προσβληθεί περισσότερο

σε σχέση με άλλους, η οποία ανομοιομορφία είναι αποτέλεσμα του μηχανισμού που περιγράφεται στην παράγραφο **Error! Reference source not found.** 4.4.

Στην συνέχεια, παρουσιάζονται οι εικόνες ΟΜ ενός δοκιμίου που υπέστη διαλυτοποίηση και έπειτα φυσική γήρανση (Εικόνα 18). Το δοκίμιο που επιλέχθηκε είναι το 550°C/20min.

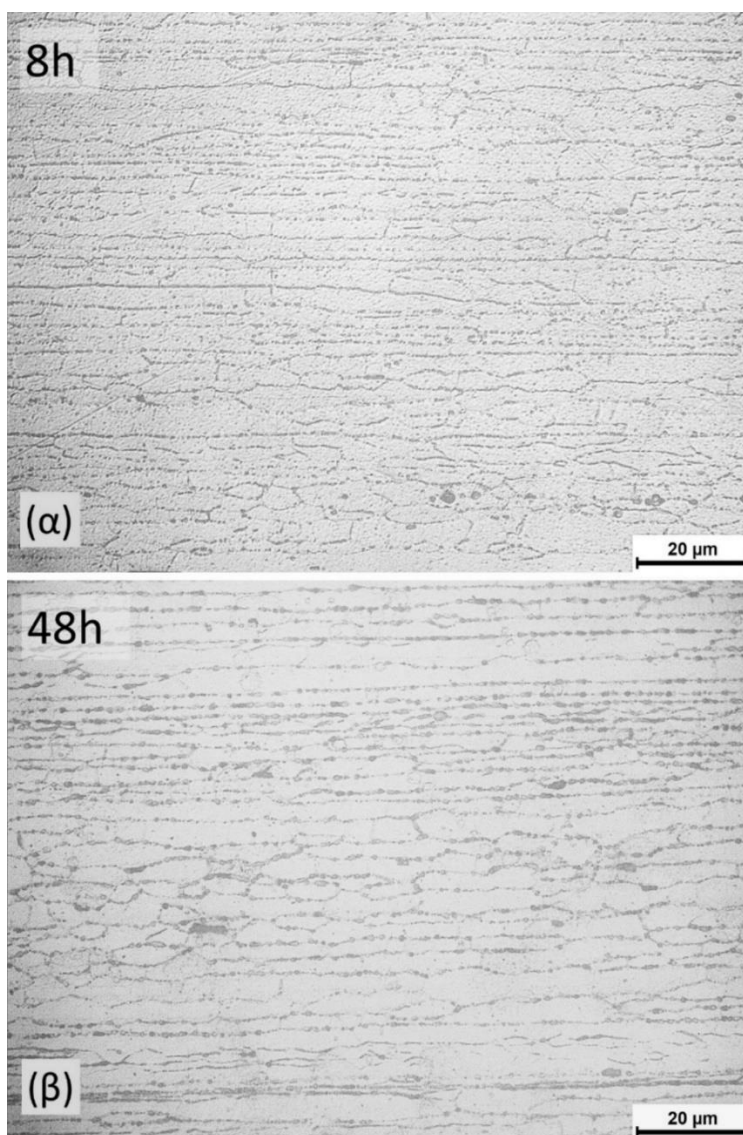


Εικόνα 18. Εικόνα ΟΜ θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου 550°C/20min, κατά την διεύθυνση της έλασης (α) x50 (β) x100.



Όπως και στο as-received, στην Εικόνα 18 φαίνεται η μητρική φάση και οι επιμήκεις κόκκοι κατά την διεύθυνση της έλασης. Ακόμη, παρατηρούνται σωματίδια δύο τύπων εντός των κόκκων: σκουρόχρωμα σφαιρικά σωματίδια και ανοιχτόχρωμα γωνιώδη. Η μέση διάμετρος των σωματιδίων είναι 2.13μm. Το μέγεθος τους είναι μεγαλύτερο από τα αναμενόμενα κατακρημνίσματα που συναντώνται στο κράμα AA2198, επομένως το πιο πιθανό είναι ότι πρόκειται για εγκλείσματα που προϋπήρχαν στην κατάσταση as-received. Απαιτούνται όμως περισσότερα δεδομένα για τον ακριβή προσδιορισμό τους.

Στην Εικόνα 19 φαίνονται οι εικόνες OM των δειγμάτων που έχουν υποστεί υπεργήρανση στους 200°C για 8h και 48h.



Εικόνα 19. Εικόνα OM θερμικά κατεργασμένων δειγμάτων στους 200°C για (α) 8h και (β) 48h.

Για όλους τους χρόνους υπεργήρανσης από 8 έως 153h, οι μικροδομές που λήφθηκαν ήταν παρόμοιες. Η εικόνα της μικροδομής στα δοκίμια αυτά διαφέρει σε σχέση με το as-received και το θερμικά κατεργασμένο 550°C/20min, αφού στα όρια των κόκκων παρατηρείται η ύπαρξη σφαιρικών σωματιδίων τα οποία είναι κατανεμημένα σε όλη την επιφάνεια. Το μέγεθος τους ποικίλει, με μέγιστη διάμετρο περίπου τα 2μm. Τα δεδομένα OM δεν αρκούν για τον χαρακτηρισμό των σωματιδίων.

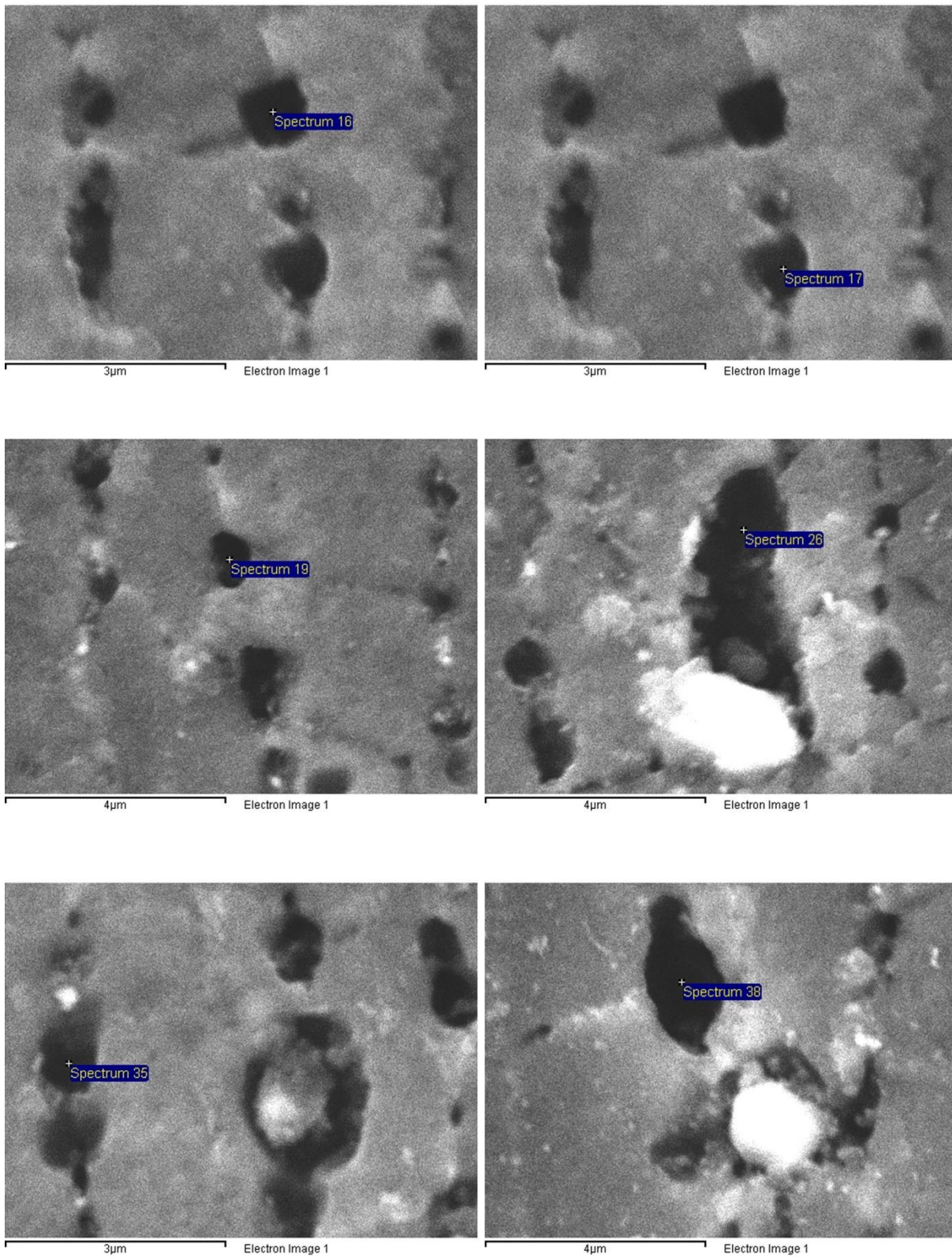
### 5.2.2. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM)

Για τον χαρακτηρισμό των σφαιρικών σωματιδίων που εμφανίζονται στα όρια των κόκκων στα θερμικά κατεργασμένα δοκίμια υπεργήρανσης, χρησιμοποιήθηκαν μέσα SEM.

Στην Εικόνα 20 και στον Πίνακα 9 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της ανάλυσης SEM για τα σφαιρικά σωματίδια που εμφανίζονται γύρω από τα όρια των κόκκων στο θερμικά κατεργασμένο δοκίμιο 200°C/48h.

Πίνακας 9. Ποσοστά στοιχείων (at. %) που υπολογίστηκαν στο κάθε φάσμα της Εικόνα 20.

Spectrum	Al (at. %)	Cu (at. %)
16	97.88	2.12
17	97.83	2.17
19	97.97	2.03
26	98.10	1.90
35	98.26	1.74
38	97.16	2.84



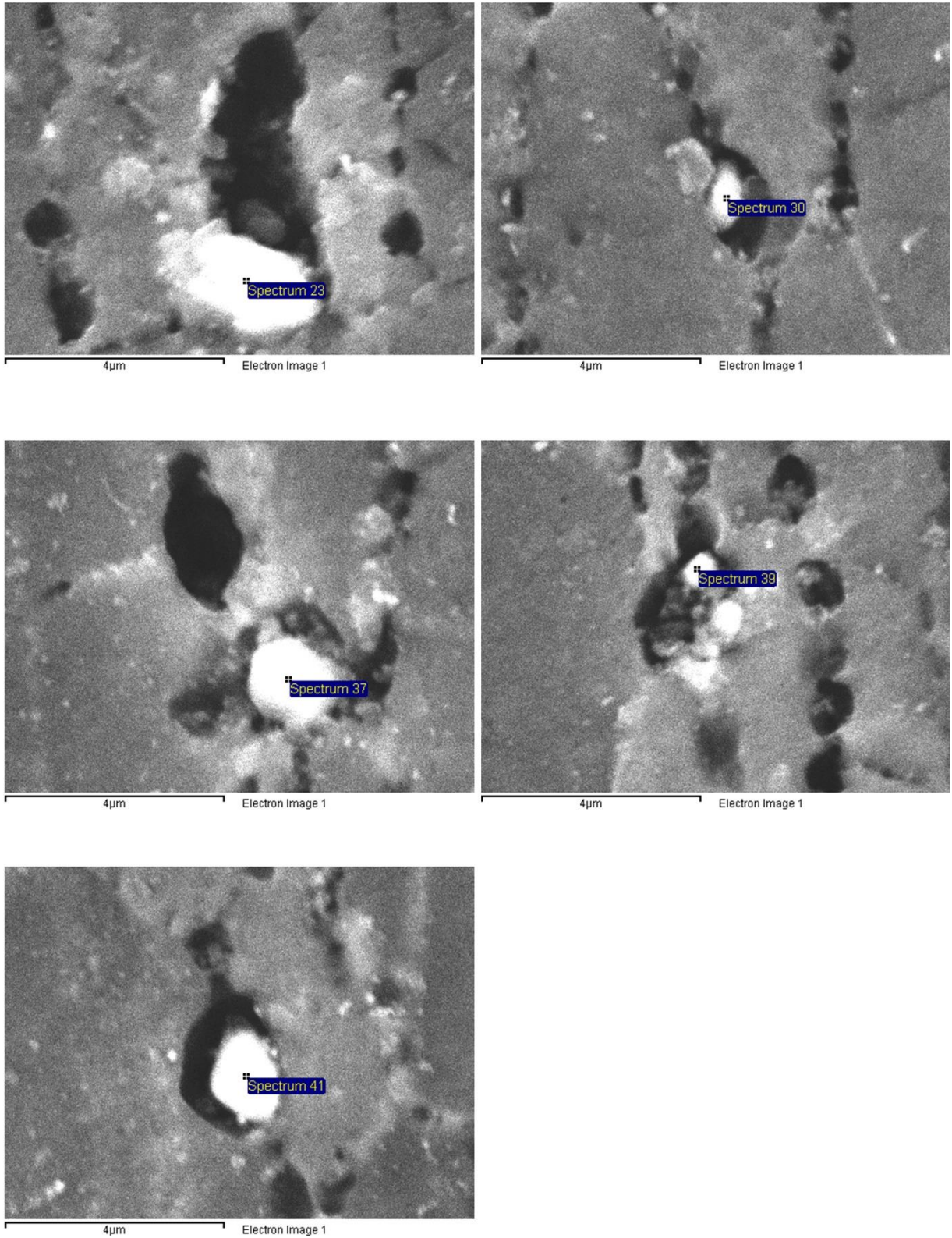
Εικόνα 20. Μικρογραφίες BSE του θερμικά κατεργασμένου δείγματος 200°C/48h.

Η σύσταση στις περιοχές που λήφθηκαν τα φάσματα είναι παρόμοια, με ποσοστά περίπου 98 at.% Al και 2 at.% Cu, ίσα δηλαδή με την σύσταση της μητρικής φάσης FCC. Οι συστάσεις αυτές και η μορφολογία των περιοχών δίνουν την εντύπωση ότι πρόκειται για οπές όπου υπήρχαν σωματίδια που έχουν φύγει, ενδεχομένως κατά την λείανση των δοκιμίων. Στην επιφάνεια του δοκιμίου εντοπίστηκαν όντως περιοχές όπου φαίνονται ορισμένα ανοιχτόχρωμα σωματίδια να είναι παγιδευμένα μέσα στις οπές αυτές. Στις περιοχές αυτές πραγματοποιήθηκε ανάλυση EDS, τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στην Εικόνα 21 και στον Πίνακα 10.

Πίνακας 10. Ατομικά ποσοστά στοιχείων που υπολογίστηκαν στο κάθε φάσμα της Εικόνα 21.

Spectrum	Al (at. %)	Cu (at. %)
23	72.56	27.44
30	86.02	13.98
37	77.46	22.54
39	85.52	14.48
41	76.67	23.33
M.O.	79.65	20.35
STDEV	± 5.27	

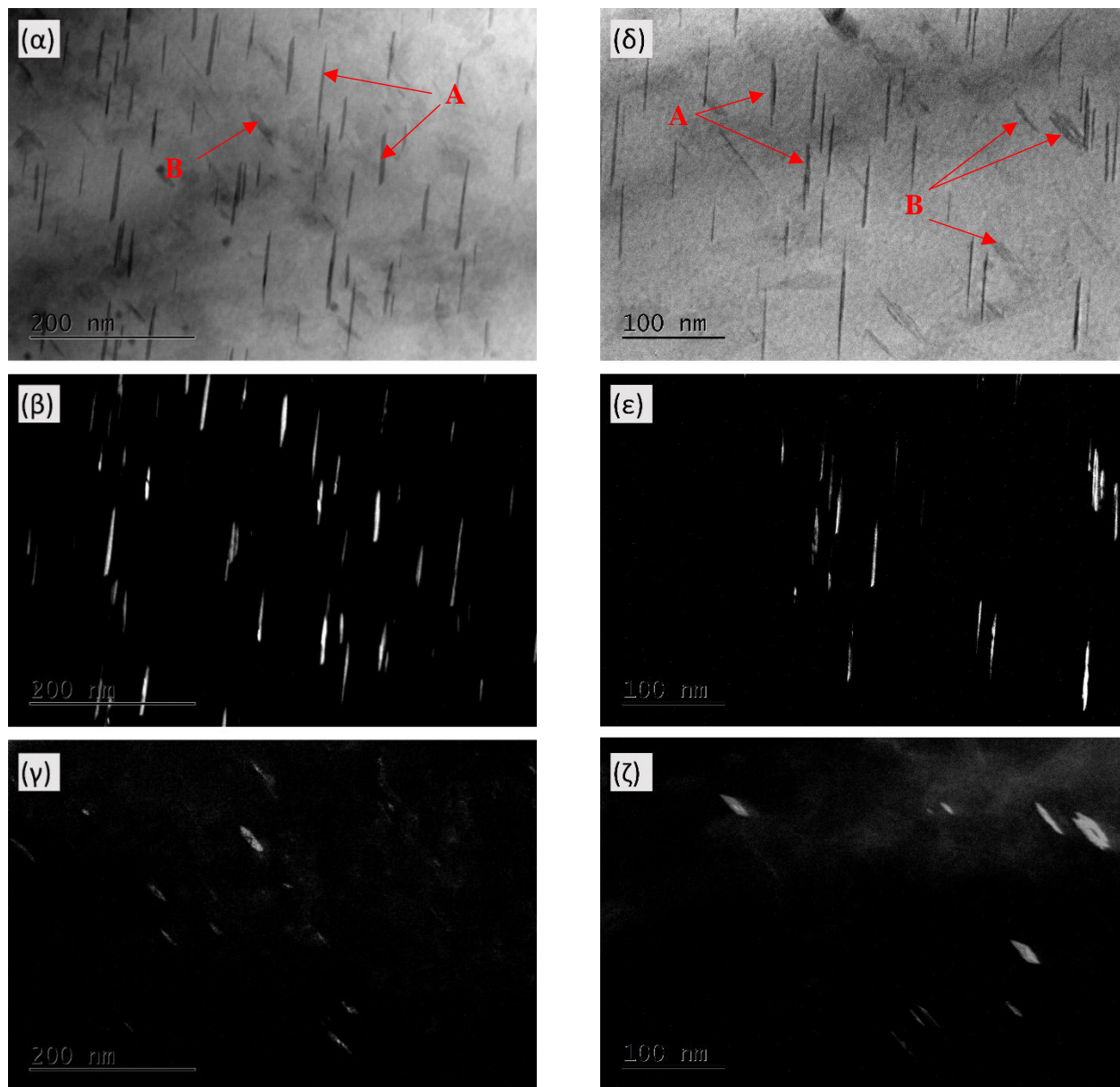
Η σύσταση των φασμάτων που λήφθηκαν (Εικόνα 21) στα εγκλωβισμένα σωματίδια δείχνει αυξημένο ποσοστό Cu. Συγκεκριμένα, η μέση σύσταση των σωματιδίων αυτών είναι 79.65 at.% Al και 20.35 at.% Cu ± 5.27. Στην βιβλιογραφία δεν βρέθηκαν δεδομένα για κατακρήμνιση τέτοιου είδους σωματιδίων κατά την γήρανση του κράματος AA2198. Επομένως, ένα ενδεχόμενο είναι ότι τα σωματίδια αυτά προϋπήρχαν στο υλικό και κατά την υπεργήρανση του υλικού συγκεντρώνονται στα όρια των κόκκων. Ακόμη, όπως έχει αναφερθεί στην παράγραφο 2.2, οι Duan et al. (2021) [10] αναφέρουν ότι στο κράμα 2198 στην κατάσταση as-cast παρατηρούνται δευτερογενείς φάσεις πλούσιες σε Cu στα όρια των κόκκων, οι οποίες διαλυτοποιούνται στη μήτρα κατά την θερμική κατεργασία διαλυτοποίησης, και με την τεχνητή γήρανση επανακατακρημνίζονται σε μικρό ποσοστό στα όρια των κόκκων.



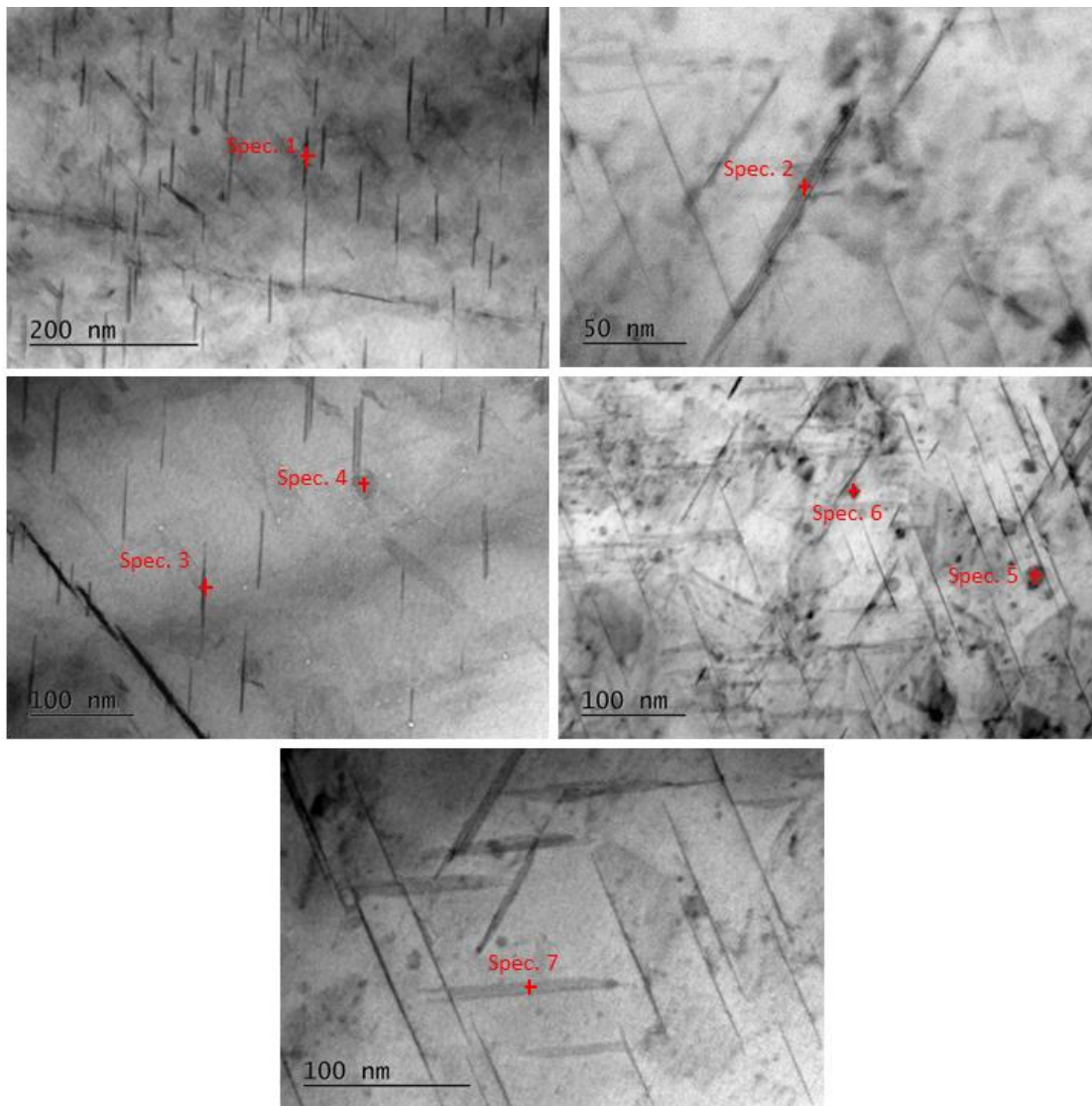
Εικόνα 21. Μικρογραφίες BSE του θερμικά κατεργασμένου δείγματος 200°C/48h.

### 5.2.3. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διέλευσης (TEM)

Παρακάτω παρουσιάζονται τα αποτελέσματα TEM για το δείγμα as-received (Εικόνα 22 - Εικόνα 24 & Πίνακας 11).



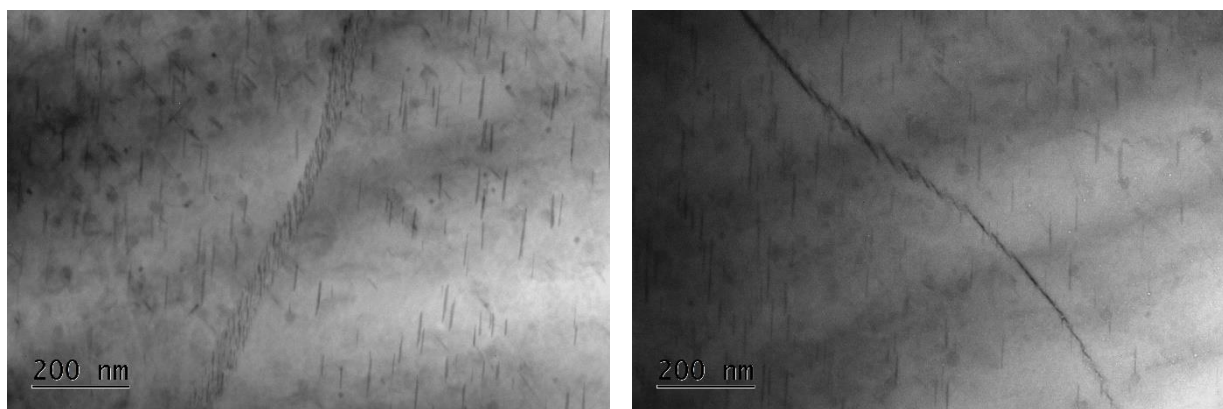
Εικόνα 22. Μικρογραφίες TEM του δοκιμίου as-received (α),(δ) BF (β),(ε) DF κατακρημνίσματα θ' (γ),(ζ) DF σωματίδια B.



Εικόνα 23. Μικρογραφίες TEM και φάσματα στα οποία πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις EDS στο δοκίμιο as-received

Πίνακας 11. Αναλύσεις EDS των φασμάτων στην Εικόνα 23.

	Spectrum						
	1	2	3	4	5	6	7
Al (at. %)	64.78	65.54	65.89	94.61	95.26	86.85	98.20
Cu (at. %)	35.22	34.46	34.11	3.89	2.28	7.89	1.80
Zr (at. %)	-	-	-	1.50	2.46	-	-
Fe (at. %)	-	-	-	-	-	5.26	-



Εικόνα 24. Μικρογραφίες TEM BF όπου φαίνεται η ύπαρξη κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων.

Όπως φαίνεται στην Εικόνα 22, στο as-received δοκίμιο εντοπίζονται κυρίως δύο τύποι βελονοειδών ενδομεταλλικών A & B οι οποίες κρυσταλλώνονται με διαφορετικούς προσανατολισμούς μέσα στο ίδιο κόκκο. Σύμφωνα με τις αναλύσεις EDS στην Εικόνα 23 και στον Πίνακα 11, ο τύπος A πρόκειται για την θ' (spec. 1-3 στην Εικόνα 23) η οποία σύμφωνα με τον Πίνακα 1 είναι ένα σύνθητες κατακρήμνισμα στο κράμα AA2198. Το μήκος της κυμαίνεται μεταξύ 20-200nm, το πάχος της  $2.5 \pm 0.6\text{nm}$  και η σύσταση και η βελονοειδής μορφολογία της συμφωνούν με τα δεδομένα από την βιβλιογραφία (Πίνακας 1). Η δεύτερη ενδομεταλλική B εμφανίζει μεγαλύτερο πάχος ( $5.85 \pm 2.3\text{nm}$ ) και μικρότερο μήκος σε σχέση με την θ', και η σύσταση της δείχνει υψηλό ποσοστό αλουμινίου (Πίνακας 11 – spec. 7). Σύμφωνα με την βιβλιογραφία, στο κράμα AA2198 τα δύο πιο συνήθη κατακρημνίσματα, στα οποία οφείλονται και οι μηχανικές ιδιότητες του, είναι η θ' και η T<sub>1</sub> (Al<sub>2</sub>CuLi). Επομένως, λόγω του σημαντικού κλάσματος όγκου που φαίνεται να καταλαμβάνει η B, και του γεγονότος ότι το Li δεν ανιχνεύεται στην ανάλυση EDS, πιθανώς πρόκειται για την ενδομεταλλική T<sub>1</sub> η οποία σύμφωνα με την βιβλιογραφία (Πίνακας 1) παρουσιάζει και αυτή βελονοειδή μορφή. Τα κλάσματα όγκου της θ' και της B (ενδεχομένως T<sub>1</sub>) υπολογίστηκαν από τις μικρογραφίες της Εικόνας μέσω του λογισμικού ImageJ. Το ποσοστό όγκου της θ' υπολογίστηκε  $3.42 \pm 1.03\%$  και των σωματιδίων B  $1.17 \pm 0.29\%$ .

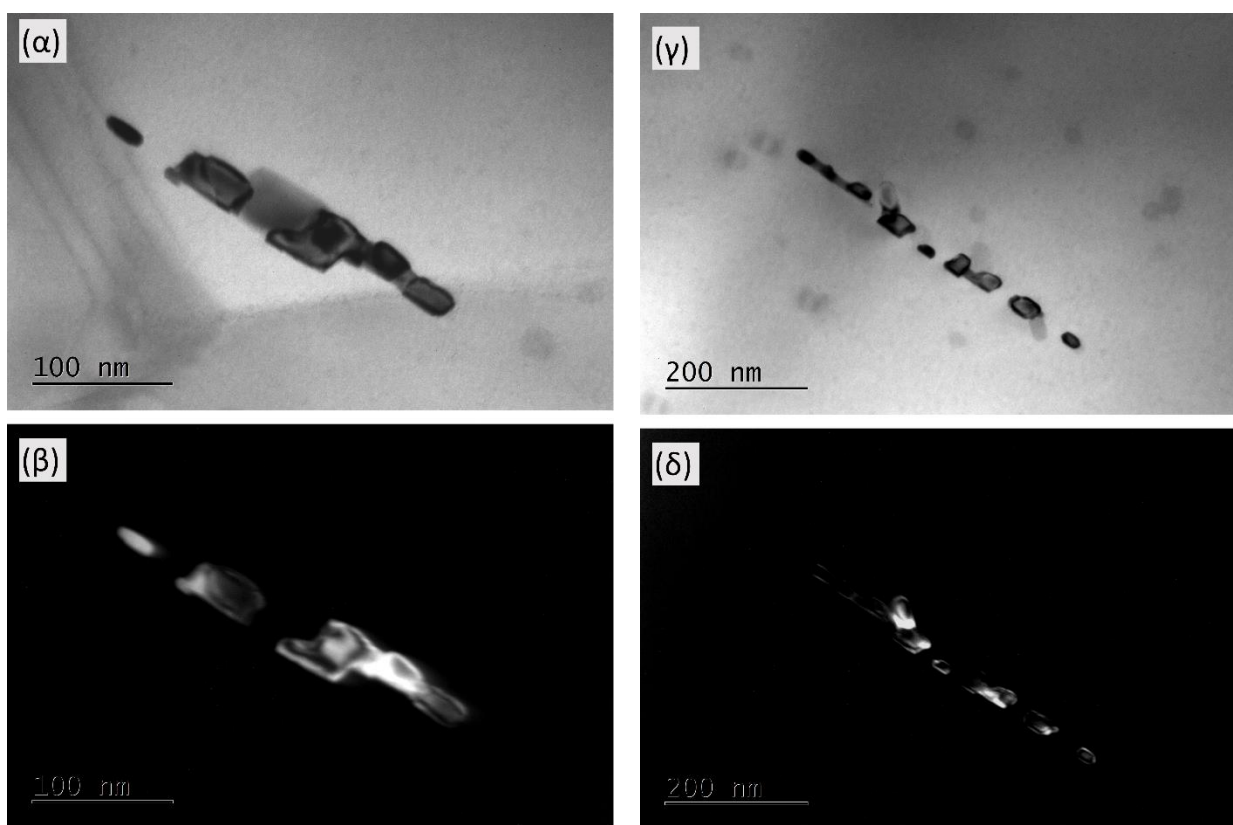
Επιπλέον, στις αναλύσεις EDS εντοπίζεται ένας ακόμα τύπος σφαιρικών σωματιδίων (Εικόνα 23–spec. 4 & 5), τα οποία εμφανίζουν κάποιο ποσοστό Zr αλλά η παρεμβολή της μήτρας μπορεί να επηρεάζει το ποσοστό αυτό. Τα σωματίδια αυτά ενδεχομένως πρόκειται για το κατακρήμνισμα β' Al<sub>3</sub>Zr το οποίο εμφανίζει σφαιρική μορφολογία. Τέλος, εντοπίζονται σφαιρικά σωματίδια με



υψηλό ποσοστό Fe (Εικόνα 23– spec. 6). Στην βιβλιογραφία αναφέρονται ενδομεταλλικές του Fe που σχηματίζονται στα κράματα Al-Cu-Li (π.χ.  $Al_7Cu_2Fe$ ,  $Al_3Fe$ ) οι οποίες διατηρούνται και μετά τις θερμικές κατεργασίες και έχουν αρνητικές επιπτώσεις στην ολκιμότητα και την δυσθραυστότητα [45].

Ακόμη, όπως φαίνεται στην Εικόνα 24 στα όρια των κόκκων εντοπίζονται κατακρημνίσματα, τα οποία όπως έχει συζητηθεί στην παράγραφο 2.1 επιδρούν θετικά στις μηχανικές ιδιότητες.

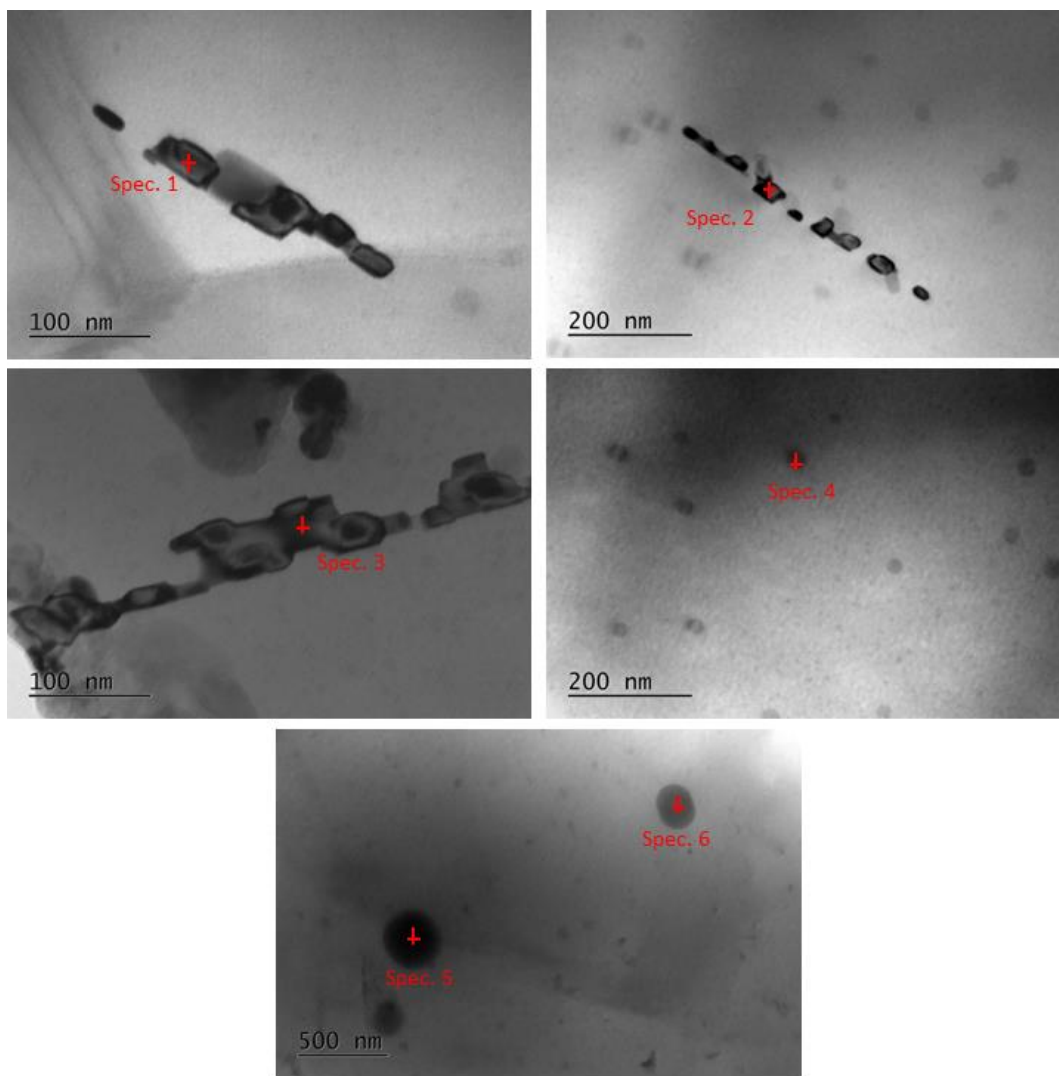
Στη συνέχεια, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της ανάλυσης του θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου στους  $200^\circ C$  για 48h (Εικόνα 25 Εικόνα 26 και Πίνακας 12).



Εικόνα 25. Μικρογραφίες TEM του θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου  $200^\circ C/48h$  (α),(γ) BF κατακρημνίσματα  $\theta'$  (β),(δ) DF κατακρημνίσματα  $\theta'$ .

Πίνακας 12. Αναλύσεις EDS των φασμάτων στην Εικόνα 26.

	Spectrum					
	1	2	3	4	5	6
Al (at. %)	65.72	65.18	66.08	96.52	83.95	84.60
Cu (at. %)	34.28	34.82	33.92	1.58	11.45	11.29
Zr (at. %)	-	-	-	1.90	-	-
Fe (at. %)	-	-	-	-	4.60	4.11

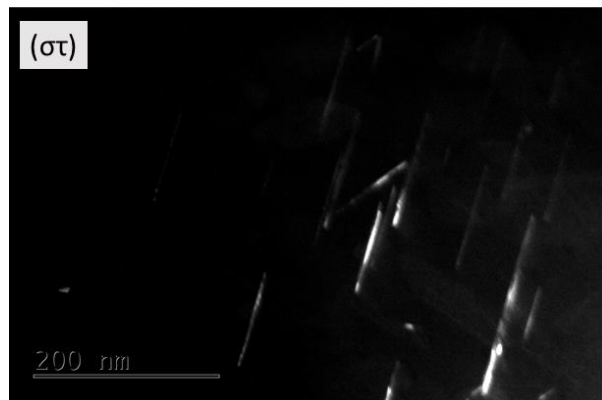
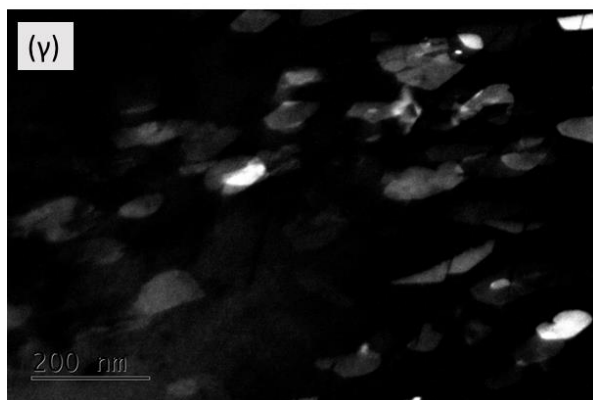
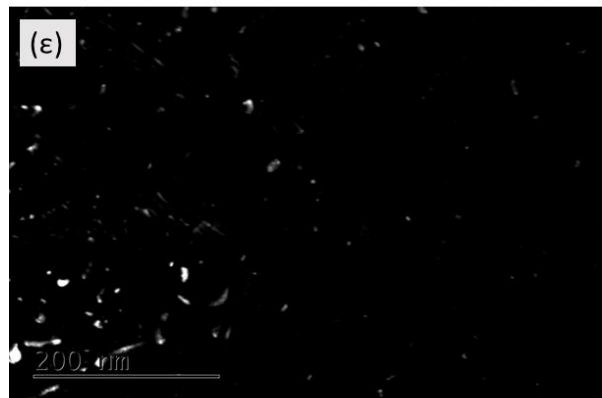
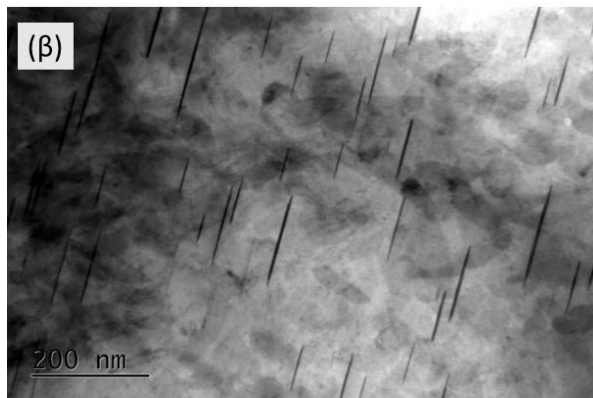
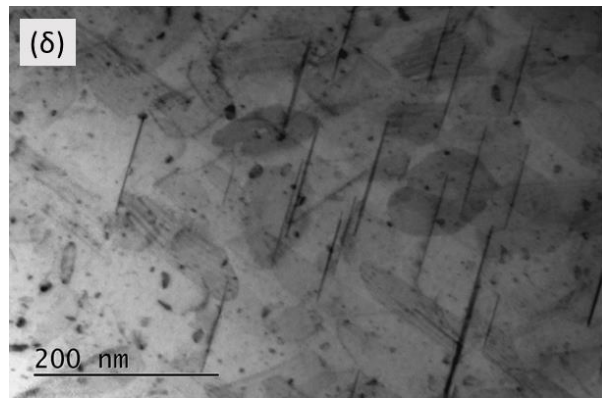
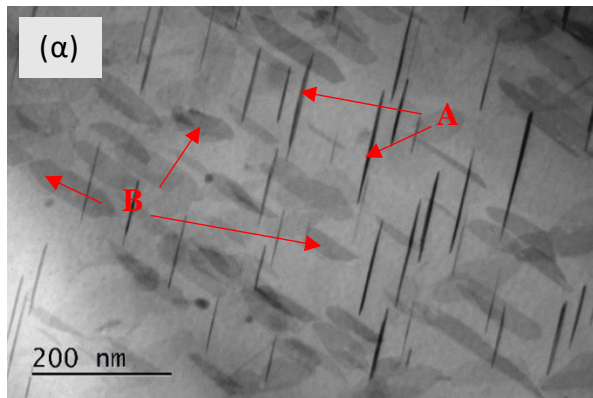


Εικόνα 26. Μικρογραφίες TEM και φάσματα στα οποία πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις EDS στο θερμικά κατεργασμένο δείγμα 200°C/48h.

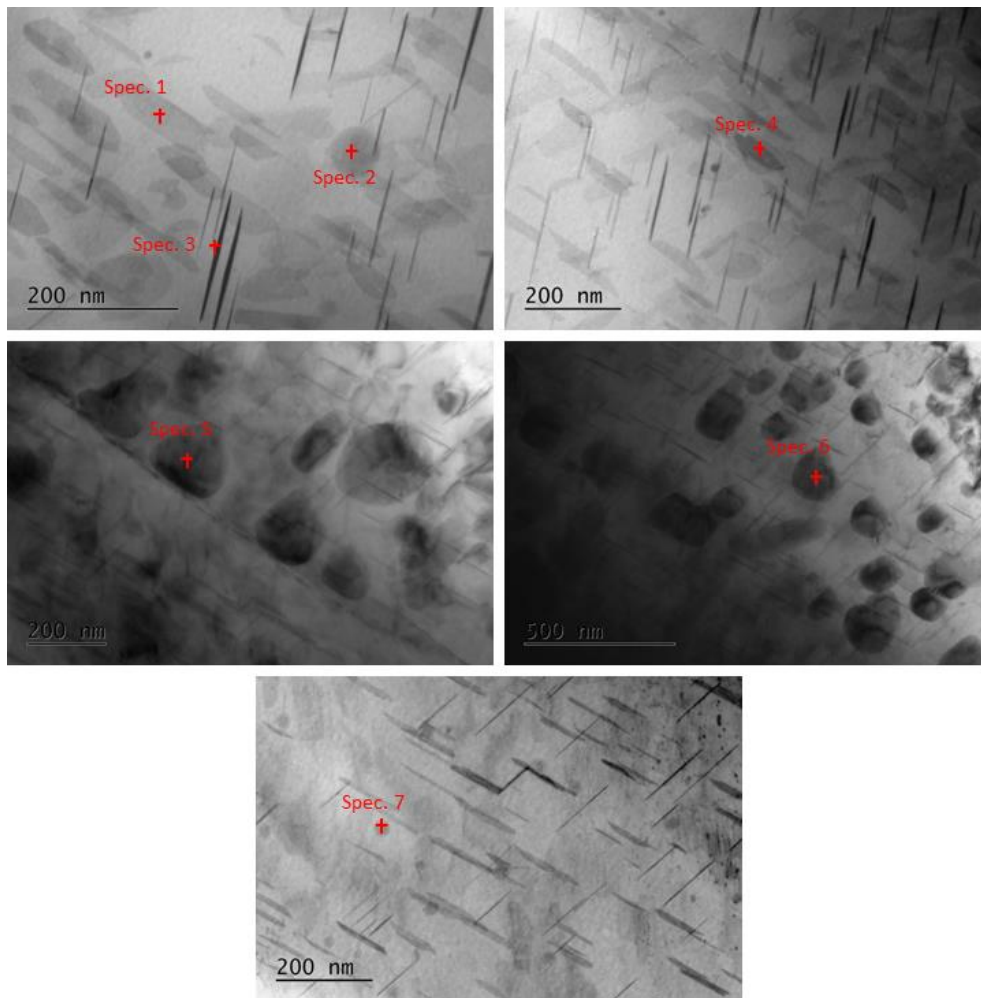
Στην Εικόνα 25 φαίνεται ότι στην μικροδομή επικρατεί ένας τύπος ενδομεταλλικής ένωσης, η οποία σύμφωνα με την ανάλυση EDS στην Εικόνα 26 και τον Πίνακα 12 πρόκειται για την θ'  $Al_2Cu$ . Είναι εμφανής η μεγάλη διαφορά στο πάχος της θ' μετά την υπεργήρανση, καθώς από 2.5 nm στην κατάσταση as-received, μετά την θερμική κατεργασία το πάχος αυξήθηκε στην μέση τιμή  $25.5 \pm 9$  nm. Αυτό είναι αναμενόμενο, καθώς με την υπεργήρανση αναμένεται η διεύρυνση των φάσεων ισχυροποίησης, το οποίο οδηγεί σε μείωση της σκληρότητας.

Επιπλέον, στην ανάλυση EDS εμφανίζεται και πάλι ένας τύπος σφαιρικών σωματιδίων με αυξημένο ποσοστό Zr (Εικόνα 26 – Spec. 4) το οποίο ενδεχομένως να πρόκειται για το κατακρήμνισμα β'  $Al_3Zr$ , με το αυξημένο ποσοστό Al (96.52 at.%) να οφείλεται στην παρεμβολή της μήτρας. Ακόμη, εντοπίζονται σωματίδια με αυξημένο ποσοστό Fe (Εικόνα 26 – Spec. 5 & 6) τα οποία παρουσιάζουν ίδια σύσταση με τα αντίστοιχα σωματίδια Fe που εντοπίζονται στο δείγμα as-received (Εικόνα 23– spec. 6) αλλά το μέγεθος τους είναι μεγαλύτερο.

Το τελευταίο δείγμα που μελετήθηκε με TEM είναι το θερμικά κατεργασμένο στους  $500^\circ C$  για 20min το οποίο έπειτα έχει υποστεί φυσική γήρανση για αρκετές ημέρες. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται παρακάτω (Εικόνα 27 Εικόνα 29 και Πίνακας 13).



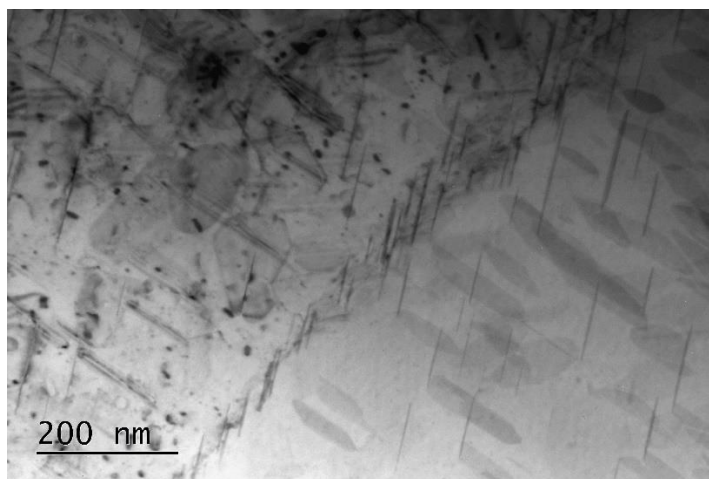
Εικόνα 27. Μικρογραφίες TEM του θερμικά κατεργασμένου δοκιμίου 500°C/20min (α) BF όπου φαίνονται οι δύο κύριοι τύποι κατακρημνισμάτων, (β)&(δ) BF (γ) DF της β, (ε)&(στ) DF της δ.



Εικόνα 28. Μικρογραφίες TEM και φάσματα στα οποία πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις EDS στο δοκίμιο 500°C/20min.

Πίνακας 13. Αναλύσεις EDS των φασμάτων της Εικόνα 28.

	Spectrum						
	1	2	3	4	5	6	7
Al (at. %)	96.12	97.04	65.35	95.50	86.85	86.85	97.00
Cu (at. %)	1.98	1.60	34.15	2.24	7.89	7.89	1.22
Zr (at. %)	-	-	-	-	-	-	1.49
Fe (at. %)	-	-	-	-	5.26	5.26	-
Ag (at. %)	0.58	0.45	0.51	0.67	-	-	0.29
Mg (at. %)	1.32	0.91	-	1.58	-	-	-



Εικόνα 29. Μικρογραφία TEM BF όπου φαίνεται η ύπαρξη κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων.

Όπως φαίνεται στην Εικόνα 27α, στην μικροδομή κυριαρχούν δύο τύποι σωματιδίων Α και Β. Τα σωματίδια Α χαρακτηρίζονται από μήκος κάποιων nm, μέση διάμετρο  $4.86 \pm 1.63$  nm και κλάσμα όγκου  $2.59 \pm 0.97\%$ . Σύμφωνα με την ανάλυση EDS στην Εικόνα 28 και τον Πίνακα 13 (Spec. 3) τα σωματίδια αυτά πρόκειται για την ενδομεταλλική φάση θ' που παρουσιάζει βελονοειδή μορφολογία. Ο δεύτερος τύπος σωματιδίων Β παρουσιάζει μικρότερο μήκος και μεγαλύτερη διάμετρο ( $21.61 \pm 9.25$ nm) σε σχέση με την θ'. Σύμφωνα με την ανάλυση EDS (Spec. 1 και 4) η σύσταση των σωματιδίων είναι παρόμοια με αυτή την μήτρας. Όμως, λόγω του ότι το Li δεν ανιχνεύεται στην ανάλυση EDS, του ότι σωματίδια παρουσιάζουν μορφολογία δισκίων, και του ότι σύμφωνα με την βιβλιογραφία αναμένεται η παρουσία της ενδομεταλλικής  $T_1$  σε σημαντικό ποσοστό, εξάγεται το συμπέρασμα ότι τα σωματίδια Β πρόκειται πιθανώς για το κατακρήμνισμα  $T_1$ .

Ακόμη, στην ανάλυση ανιχνεύονται σωματίδια με σημαντικό ποσοστό Zr (Εικόνα 28 και Πίνακας 13 Spec. 7), η σφαιρική μορφολογία των οποίων παραπέμπει στο κατακρήμνισμα β'  $Al_3Zr$ .

Στην Εικόνα 28 στο Spec. 2 φαίνεται ένας ακόμη τύπος σφαιρικών σωματιδίων, μεγαλύτερης διαμέτρου από αυτά του Spec. 7, τα οποία σύμφωνα με την ανάλυση EDS έχουν παρόμοια σύσταση με τη μήτρα. Πιθανώς, τα σωματίδια αυτά να πρόκειται να την ενδομεταλλική δ'  $Al_3Li$  η οποία παρουσιάζει σφαιρική μορφολογία και αναμένεται η κατακρήμνιση της κατά την φυσική γήρανση των κραμάτων Al-Cu-Li.

Όπως φαίνεται στην Εικόνα 28 στα Spec. 5 και 6, εντοπίζονται σφαιρικά σωματίδια με μεγάλη διάμετρο και αυξημένο ποσοστό Fe. Σύμφωνα με την στοιχειακή ανάλυση, τα σωματίδια αυτά φαίνεται να είναι του τύπου  $Al_{16}Cu_2Fe$ , και όπως έχει αναφερθεί προηγουμένως τέτοιου είδους ενδομεταλλικές του Fe έχουν αρνητικές συνέπειες στις μηχανικές ιδιότητες των κραμάτων Al-Cu-Li. Η τοπική παρουσία αυτών των σωματιδίων είναι πιο έντονη στο θερμικά κατεργασμένο δοκίμιο που έχει υποστεί διαλυτοποίηση ( $500^{\circ}C/20min$ ) και έπειτα φυσική γήρανση, σε σχέση με το as-received και το υπεργήρασμα ( $200^{\circ}C/48h$ ).

Τέλος, στην Εικόνα 29 φαίνονται ορισμένα κατακρημνίσματα που εντοπίζονται στα όρια των κόκκων, ενδεχομένως της  $\theta'$  λόγω της μορφολογίας τους.

Στην συνέχεια παρουσιάζεται ένας συγκεντρωτικός πίνακας (Πίνακας 14) όπου παρουσιάζονται το πάχος και το ποσοστό όγκου που καταλαμβάνουν οι φάσεις  $\theta'$  και T1 ανάλογα με την θερμική κατεργασία. Τα δεδομένα αυτά συγκρίνονται και με τις μικροσκληρότητες των δοκιμίων.

Πίνακας 14. Σύγκριση του πάχους και του κλάσματος όγκου των φάσεων  $\theta'$  και T1 στις διάφορες θερμικές κατεργασίες, σε συνδυασμό με τις μικροσκληρότητες.

Φάση	As-received		HT 200°C/48h		HT 500°C/20min + natural aging	
	πάχος (nm)	f (%)	πάχος (nm)	f (%)	πάχος (nm)	f (%)
$\theta'$ ( $Al_2Cu$ )	$2.5 \pm 0.6$	$3.42 \pm 1.03$	$25.5 \pm 9$	$3.42 \pm 1.03$	$4.86 \pm 1.63$	$2.59 \pm 0.97$
T1 ( $Al_2CuLi$ )	$5.85 \pm 2.3$	$1.17 \pm 0.29$	-	-	$21.61 \pm 9.25$	$8.46 \pm 2.3$
HV <sub>0.2</sub>	150		114.2		119	

Όσον αφορά τη φάση  $\theta'$ , το μέσο πάχος κυμαίνεται στο 2.5 nm στην κατάσταση as-received (T351 temper) ενώ με την υπεργήρανση στους  $200^{\circ}C$  για 48h σχεδόν δεκαπλασιάζεται υπό σταθερό κλάσμα όγκου. Κατά την διαλυτοποίηση και φυσική γήρανση ( $500^{\circ}C/20min$ ) το πάχος που παρουσιάζουν είναι ελαφρώς αυξημένο σε σχέση με το as-received. Το ποσοστό όγκου που καταλαμβάνει είναι παραπλήσιο και στις τρεις περιπτώσεις.

Όσον αφορά τη  $T_1$ , η ύπαρξη της δεν εντοπίζεται στο δοκίμιο που υπέστη υπεργήρανση στους  $200^\circ\text{C}$ . Κατά την διαλυτοποίηση και φυσική γήρανση το μέσο πάχος της  $T_1$  τετραπλασιάζεται και το ποσοστό όγκου της γίνεται σχεδόν οχταπλάσιο, ενώ η  $\theta'$  δεν παρουσιάζει τόσο μεγάλες μεταβολές. Αυτό συμβαίνει διότι ο σχηματισμός της φάσης  $T_1$  βασίζεται στην παρουσία αταξιών (dislocations) και στο ποσοστό Mg, γι' αυτό η προ-παραμόρφωση (pre-deformation) ευνοεί την πυρήνωση και την κατακρήμνιση της  $T_1$  [46]. Στην κατάσταση as-received, το δοκίμιο όντας στο temper T351 έχει υποστεί ψυχρή παραμόρφωση, ενώ το δοκίμιο  $500^\circ\text{C}/20\text{min}$  έχει υποστεί διαλυτοποίηση και επανακατακρήμνιση μέσω φυσικής γήρανσης χωρίς κάποια παραμόρφωση προηγουμένως. Προηγούμενες μελέτες έχουν δείξει ότι το μέσο πάχος της  $T_1$  μειώνεται με την αύξηση του ποσοστού προ-παραμόρφωσης [46]. Επομένως, λόγω της απουσίας παραμόρφωσης πριν την φυσική γήρανση στο συγκεκριμένο δοκίμιο, η  $T_1$  επανακατακρημνίζεται με σημαντικά μεγαλύτερο πάχος σε σχέση με το as-received.

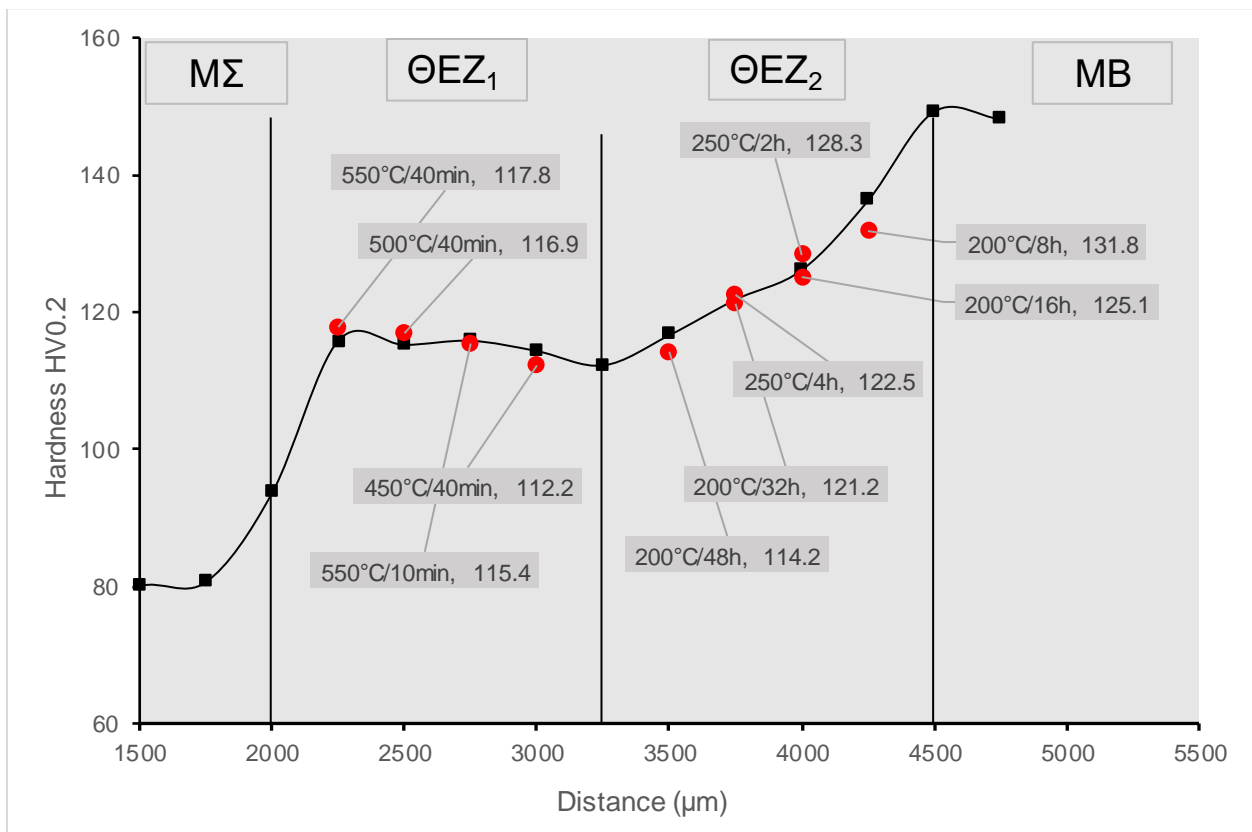
Σχετικά με τις σκληρότητες των δοκιμίων, κατά την υπεργήρανση η σκληρότητα φαίνεται να μειώνεται (σε σχέση με το as-received) λόγω της απουσίας της  $T_1$  και της αύξησης του πάχους της  $\theta'$ , ενώ κατά την διαλυτοποίηση και επανακατακρήμνιση μέσω φυσικής γήρανσης η σκληρότητα φαίνεται να μειώνεται λόγω της επανακατακρήμνισης της  $T_1$  με αυξημένο πάχος.



## 6. Προσομοίωση Μικροσκληρότητας με Ισόθερμες Θερμικές Κατεργασίες

### 6.1. Αντιστοίχιση Ισόθερων Θερμικών Κατεργασιών με το Προφίλ Μικροσκληροτήτων

Κύριος στόχος της παρούσας εργασίας είναι η εύρεση ισόθερων θερμικών κατεργασιών μέσω των οποίων δύναται να προσομοιωθεί το προφίλ μικροσκληρότητας της ΘΕΖ της συγκόλλησης. Παρακάτω παρατίθεται το Διάγραμμα 19 όπου συγκρίνεται το πειραματικό προφίλ μικροσκληρότητας με τις σκληρότητες που προέκυψαν από τις θερμικές κατεργασίες.



Διάγραμμα 19. Πειραματικό προφίλ μικροσκληρότητας σε σχέση με την απόσταση από το κέντρο της συγκόλλησης (μαύρη γραμμή), σε σύγκριση με τις σκληρότητες που προκύπτουν από ισόθερμες θερμικές κατεργασίες (κόκκινες τελείες).

Όπως συζητήθηκε στην παράγραφο 3.1.1, στα σημεία από 2.25 έως 3 mm που πραγματοποιήθηκαν οι μικροσκληρομετρήσεις η μεταβολής της θερμοκρασίας κατά την συγκόλληση ξεπέρασε τους

493°C (Διάγραμμα 7) επομένως στα σημεία αυτά υπήρχε πλήρης διαλυτοποίηση και κατακρήμνιση άρα το υλικό υπέστη γήρανση. Η σκληρότητα του υλικού, στην περιοχή ΘΕΖ<sub>1</sub>, δεν παρουσιάζει μεταβολές και κυμαίνεται μεταξύ 112 – 116 HV<sub>0.2</sub>. Οι σκληρότητες αυτές μπορούν να προσομοιωθούν με ισόθερμες θερμικές κατεργασίες γήρανσης, όπως φαίνεται στο Διάγραμμα 19, όπου οι τιμές των μικροσκληροτήτων των ισόθερων κατεργασιών είναι πολύ κοντά στις τιμές του προφίλ σκληρότητας. Οι γηράνσεις που είχαν τις κοντινότερες τιμές με το προφίλ μικροσκληροτήτων της συγκόλλησης, είναι οι 550°C/40min, 500°C/40min, 550°C/10min και 450°C/40min.

Στα σημεία των μικροσκληρομετρήσεων από 3.5 – 4.25mm όπως φάνηκε από το Διάγραμμα 7 η μέγιστη θερμοκρασία δεν ξεπερνάει την θερμοκρασία πλήρους διαλυτοποίησης, επομένως σε εκείνη την περιοχή ΘΕΖ<sub>2</sub> το υλικό υπόκειται σε υπεργήρανση. Στο Διάγραμμα 19 φαίνεται ότι το προφίλ μικροσκληροτήτων της ΘΕΖ<sub>2</sub>, που κυμαίνεται μεταξύ 116 – 136 HV<sub>0.2</sub>, μπορεί να προσομοιωθεί σε πολύ ικανοποιητικό βαθμό από ισόθερμες θερμικές κατεργασίες υπεργήρανσης. Οι υπεργηράνσεις που είχαν τις κοντινότερες τιμές με το προφίλ μικροσκληροτήτων της συγκόλλησης είναι οι 200°C/48h, 200°C/32h, 250°C/4h, 250°C/2h, 200°C/16h και 200°C/8h.

## 6.2. Θεωρητικός Υπολογισμός Μεταβολής Μικροσκληρότητας στην ΘΕΖ

Η μεταβολή της μικροσκληρότητας στις υποζώνες ΘΕΖ<sub>1</sub> και ΘΕΖ<sub>2</sub> μπορεί να υπολογιστεί θεωρητικά με τη χρήση κατάλληλων εξισώσεων, εφόσον είναι γνωστά τα κλάσματα όγκου  $f$  και τα μεγέθη  $r$  των κατακρημνισμάτων ισχυροποίησης στα διάφορα σημεία της ΘΕΖ [47].

Έστω  $\beta$  μία φάση ισχυροποίησης του υπό μελέτης υλικού. Για την ζώνη ΘΕΖ<sub>1</sub> όπου συμβαίνει διαλυτοποίηση και επανακατακρήμνιση, η μεταβολή στην μικροσκληρότητα  $\Delta H$  εξαιτίας της διαλυτοποίησης της  $\beta$ , δίνεται από την σχέση [47]:

$$\frac{\Delta H}{H_{BM}} = \frac{\sqrt{f_{\beta} * r_{\beta}} - \sqrt{f_{\beta}^0 * r_{\beta}^0}}{\sqrt{f_{\beta}^0 * r_{\beta}^0}} + \frac{\sqrt{f_{\beta} * r_{\beta}^{-1}} - \sqrt{f_{\beta}^0 * (r_{\beta}^0)^{-1}}}{\sqrt{f_{\beta}^0 * (r_{\beta}^0)^{-1}}} \quad (8)$$

όπου

$H_{BM}$  η μικροσκληρότητα του μετάλλου βάσης

$f_{\beta}^0$  το αρχικό κλάσμα όγκου της  $\beta$

$r_{\beta}^0$  το αρχικό μέγεθος της  $\beta$

$f_{\beta}$  το τελικό κλάσμα όγκου της  $\beta$

$r_{\beta}$  το τελικό μέγεθος της  $\beta$

Στη συνέχεια η μικροσκληρότητα στο κάθε σημείο της ΘΕΖ<sub>1</sub> υπολογίζεται από την σχέση:

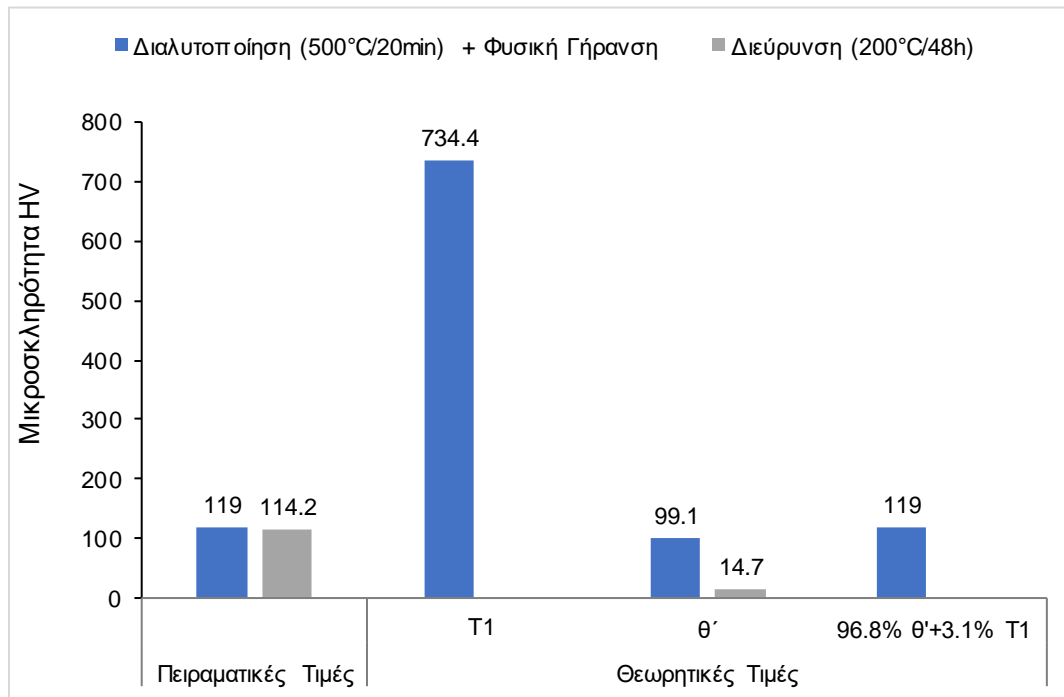
$$H = H_{BM} + \left( \frac{\Delta H}{H_{BM}} \right) H_{BM} \quad (9)$$

Στη ΘΕΖ<sub>2</sub> λαμβάνει χώρα διεύρυνση της βασική φάσης ισχυροποίησης  $\beta$ , επομένως το κλάσμα όγκου παραμένει σταθερό σε όλα τα σημεία της υποζώνης αυτής. Επομένως, η μικροσκληρότητα σε κάθε σημείο της ΘΕΖ<sub>2</sub> υπολογίζεται από την σχέση [47]:

$$H = \frac{H_{BM} r_{\beta}^0}{r_{\beta}} \quad (10)$$

Στην παρούσα μελέτη, πραγματοποιήθηκε θεωρητικός προσδιορισμός της μικροσκληρότητας σε ένα σημείο της ΘΕΖ<sub>1</sub> και ένα σημείο της ΘΕΖ<sub>2</sub>. Για τους υπολογισμούς χρησιμοποιήθηκαν δεδομένα f και r από το θερμικά κατεργασμένο δοκίμιο για 500°C/20min + φυσική γήρανση (αντιστοίχιση με την ΘΕΖ<sub>1</sub>) και από το 200°C/48h (αντιστοίχιση με την ΘΕΖ<sub>2</sub>). Για την ΘΕΖ<sub>1</sub> ο υπολογισμός πραγματοποιήθηκε ξεχωριστά για το κατακρήνισμα T<sub>1</sub> και το θ', καθώς και τα δύο συμμετέχουν στην σκληρότητα του υλικού. Για την ΘΕΖ<sub>2</sub> ο υπολογισμός πραγματοποιήθηκε μόνο για το θ' καθώς μέσω της ανάλυσης TEM φαίνεται να αποτελεί το κύριο κατακρήνισμα. Τα δεδομένα f και r για κάθε υπολογισμό λήφθηκαν από τον Πίνακα 14, όπου το r ισούται με το 1/2 του πάχους.

Τα αποτελέσματα των υπολογισμών παρουσιάζονται στο Διάγραμμα 20.



Διάγραμμα 20. Σύγκριση πειραματικών μετρήσεων και θεωρητικών υπολογισμών της μικροσκληρότητας για τα δύο δοκίμια που έχουν υποστεί διαλυτοποίηση και διεύρυνση.

Όπως φαίνεται μέσω του διαγράμματος, η πειραματική τιμή της μικροσκληρότητας που μετρήθηκε για το δοκίμιο διαλυτοποίησης 500°C/20min + φυσική γήρανση είναι 119 HV<sub>0.2</sub>. Σύμφωνα με τους υπολογισμούς για το δοκίμιο διαλυτοποίησης (που αφορά την ΘΕΖ<sub>1</sub>), αν θεωρηθεί ότι η σκληρότητα του υλικού οφείλεται μόνο στην φάση T<sub>1</sub> τότε η θεωρητική

σκληρότητα προκύπτει 734.4 HV, τιμή η οποία είναι πολύ υψηλότερη από την πραγματική. Αν θεωρηθεί ότι οφείλεται μόνο στην φάση θ', τότε η θεωρητική σκληρότητα προκύπτει 99.1 HV η οποία είναι χαμηλότερη από την πειραματική. Αυτό συμβαίνει διότι στην πραγματικότητα οι φάσεις T<sub>1</sub> και θ' έχουν και οι δύο κάποιο ποσοστό συνεισφοράς στην σκληρότητα. Τα ποσοστά συνεισφοράς τους μπορούν να προσδιοριστούν αλγεβρικά μέσω της σχέσης

$$119 HV = a 734.4 + b 99.1 \quad (11)$$

Όπου,

a το ποσοστό συνεισφοράς της φάση T<sub>1</sub> στην σκληρότητα

b το ποσοστό συνεισφοράς της φάσης θ' στην σκληρότητα

και  $a + b = 1$

Επομένως, προκύπτει ότι για να ισούται η θεωρητική μικροσκληρότητα με την πειραματική (119 HV<sub>0.2</sub>) τότε η θ' συνεισφέρει στην μικροσκληρότητα του υλικού με ποσοστό 96.8% και η T<sub>1</sub> με 3.1%.

Όσον αφορά το δοκίμιο διεύρυνσης 200°C/48h, που όπως φαίνεται από το Διάγραμμα 19 προσομοιώνει την μικροσκληρότητα της ΘΕΖ<sub>2</sub> σε απόσταση 3.5mm από το κέντρο της συγκόλλησης, η πειραματική τιμή της μικροσκληρότητας είναι 114.2 HV<sub>0.2</sub>. Ο θεωρητική μικροσκληρότητα προέκυψε 14.7 HV, τιμή η οποία είναι σημαντικά μικρότερη από την πραγματική. Αυτό συμβαίνει διότι θεωρείται ότι μόνο η φάση θ' συνεισφέρει στην μικροσκληρότητα του υλικού, το οποίο πιθανώς να μην ισχύει καθώς στην μικροδομή εντοπίστηκαν και άλλοι τύποι σωματιδίων οι οποίοι ενδεχομένως συμβάλουν στην σκληρότητα του υλικού και για τα οποία απαιτούνται περισσότερα δεδομένα.

## 7. Συμπεράσματα

Στην παρούσα εργασία πραγματοποιήθηκαν ισόθερμες θερμικές κατεργασίες σε έλασμα AA2198-T351 με στόχο την εύρεση των κατάλληλων συνθηκών (T, t) για την προσομοίωση της μικροσκληρότητας στη ΘΕΖ συγκόλλησης LBW. Η ΘΕΖ χωρίστηκε σε δύο υποζώνες ΘΕΖ<sub>1</sub> και ΘΕΖ<sub>2</sub>. Στην πρώτη το υλικό υπόκειται σε γήρανση ενώ στην δεύτερη σε υπεργήρανση. Οι θερμικοί κύκλοι στα διάφορα σημεία της ΘΕΖ υπολογίστηκαν με τη χρήση του λογισμικού Mathematica, ενώ το λογισμό ThermoCalc και η επέκταση DICTRA χρησιμοποιήθηκαν για τον υπολογισμό του κλάσματος όγκου των κατακρημνισμάτων και του ρυθμού διαλυτοποίησής τους. Για κάθε θερμικά κατεργασμένο δείγμα γήρανσης και υπεργήρανσης πραγματοποιήθηκαν μικροσκληρομετρήσεις και οι σκληρότητες αντιστοιχήθηκαν με αυτές στην ΘΕΖ. Παρουσιάζονται περιληπτικά τα εξής συμπεράσματα:

- i. Ο θεωρητικός υπολογισμός του θερμοκρασιακού πεδίου στη ραφή της συγκόλλησης ταιριάζει με το προφίλ μικροσκληρότητας, καθώς στις περιοχές που η θερμοκρασία υπολογίζεται ανώτερη των 493°C (διαλυτοποίηση φάσεων ισχυροποίησης) η σκληρότητα παραμένει σταθερή στην τιμή περίπου 112 HV<sub>0.2</sub> (περιοχή ΘΕΖ<sub>1</sub>, γήρανση).
- ii. Η ανάλυση TEM έδειξε ότι στην κατάσταση as-received στο υλικό εντοπίζονται κατακρημνίσματα κυρίως της φάσης θ', και ενός δεύτερου τύπου η οποία ενδεχομένως πρόκειται για την T<sub>1</sub>. Αυτό δείχνει τους περιορισμούς του λογισμικού ThermoCalc, καθώς δεν προβλέπει στην ύπαρξη της φάσης αυτής για την συγκεκριμένη σύσταση του υλικού.
- iii. Τα κατακρημνίσματα θ' και T<sub>1</sub> διαλυτοποιούνται πλήρως στην μήτρα κατά την θερμική κατεργασία διαλυτοποίησης στους 450 και 500°C, σύμφωνα με τους υπολογισμούς του DICTRA. Αυτό συμφωνεί με τα αποτελέσματα των μικροσκληρομετρήσεων όπου μετά την διαλυτοποίηση η σκληρότητα του υλικού πέφτει περίπου στο 80 HV<sub>0.2</sub> (εκτός των θερμικών κατεργασιών 450°C/5 min και 450°C/10min).
- iv. Μετά τις θερμικές κατεργασίες διαλυτοποίησης στους 450 και 500°C η σκληρότητα του υλικού αυξάνεται μέσω της φυσικής γήρανσης και αρχίζει να σταθεροποιείται μετά τις 120 ώρες. Με την φυσική γήρανση η σκληρότητα αυξάνεται μέχρι την τιμή 120 HV<sub>0.2</sub> σε ορισμένα δείγματα, ενώ ο χρόνος παραμονής στον φούρνο φαίνεται να επηρεάζει την

τιμή αυτή. Οι σκληρότητες που προκύπτουν κατά την διαλυτοποίηση και φυσική γήρανση είναι χαμηλότερες σε σχέση με το as-received, λόγω της επανακατακρήμνισης της  $T_1$  με αυξημένο πάχος.

- v. Κατά τις θερμικές κατεργασίες υπεργήρανσης, το μέγεθος της φάσης  $\theta'$  σχεδόν δεκαπλασιάζεται σε σχέση με το δείγμα as-received, στο οποίο οφείλεται η μείωση της σκληρότητας. Η σκληρότητα μειώνεται με μεγαλύτερο ρυθμό όσο αυξάνεται η θερμοκρασία κατεργασίας. Για θερμοκρασία  $200^\circ\text{C}$  μειώθηκε μέχρι την τιμή  $111.8 \text{ HV}_{0.2}$ , για  $250^\circ\text{C}$  μέχρι  $85.6 \text{ HV}_{0.2}$  και για  $300^\circ\text{C}$  μέχρι  $63.7 \text{ HV}_{0.2}$ .
- vi. Μέσω της μελέτης με τη χρήση TEM, στο as-received δείγμα το ποσοστό όγκου της  $\theta'$  υπολογίστηκε  $3.42 \pm 1.03 \%$  και το πάχος της  $2.5 \pm 0.6 \text{ nm}$ . Για τα σωματίδια B, τα οποία ενδεχομένως πρόκειται για την  $T_1$ , παρουσιάζουν ποσοστό  $1.17 \pm 0.29 \%$  και πάχος  $5.85 \pm 2.3 \text{ nm}$ . Μετά την υπεργήρανση  $200^\circ\text{C}/48\text{h}$  το μέσο πάχος της  $\theta'$  αυξάνεται σε  $25.5 \pm 9 \text{ nm}$  ενώ η  $T_1$  δεν εντοπίζεται. Κατά την θερμική κατεργασία διαλυτοποίησης και έπειτα φυσικής γήρανσης, το μέσο πάχος της  $\theta'$  προκύπτει  $4.86 \pm 1.63 \text{ nm}$  και της  $T_1$   $21.61 \pm 9.25 \text{ nm}$ .
- vii. Με τις ισόθερμες θερμικές κατεργασίες μπορούν να προσομοιωθεί με ικανοποιητική ακρίβεια το προφίλ μικροσκληροτήτων της ΘΕΖ κατά την συγκόλληση LBW.

## 8. Προτάσεις για Μελλοντική Έρευνα

Παρακάτω αναφέρονται ορισμένα σημεία που αξίζει να διερευνηθούν περαιτέρω:

- Μελέτη της μικροδομής με XRD για την ταυτοποίηση φάσεων του Li.
- Μελέτη της κρυσταλλικής δομής των φάσεων που εντοπίζονται με τη χρήση TEM.
- Μελέτη περισσότερων δειγμάτων υπεργήρανσης με τη χρήση TEM με στόχο τον πειραματικό προσδιορισμό της αύξησης του πάχους των κατακρημνισμάτων σε σχέση με τον χρόνο παραμονής σε ορισμένη θερμοκρασία.
- Μικροσκοπική μελέτη της ενδιάμεσης ζώνης της ΘΕΖ όπου λαμβάνει χώρα ταυτόχρονη διαλυτοποίηση και διερεύνηση, η οποία δεν λαμβάνεται υπόψιν στην παρούσα εργασία.



## Βιβλιογραφία

- [1] S. Kim, D. Kang, T.-W. Kim, J. Lee, and C. Lee, “Fatigue crack growth behavior of the simulated HAZ of 800MPa grade high-performance steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 6, pp. 2331–2338, Mar. 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.11.089.
- [2] W. Song *et al.*, “Fatigue Crack Growth Behavior of Different Zones in an Overmatched Welded Joint Made with D32 Marine Structural Steel,” *Metals (Basel)*, vol. 13, no. 3, p. 535, Mar. 2023, doi: 10.3390/met13030535.
- [3] F. Smaili, G. Lojen, and T. Vuherer, “Fatigue crack initiation and propagation of different heat affected zones in the presence of a microdefect,” *Int J Fatigue*, vol. 128, p. 105191, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2019.105191.
- [4] Y. Song, M. Chai, and Z. Han, “Experimental Investigation of Fatigue Crack Growth Behavior of the 2.25Cr1Mo0.25V Steel Welded Joint Used in Hydrogenation Reactors,” *Materials*, vol. 14, no. 5, p. 1159, Mar. 2021, doi: 10.3390/ma14051159.
- [5] Κ. Μαλλιάρως, “Προσομοίωση μεταβολής μικροσκληρότητας στη ΘΕΖ συγκόλλησης με ισόθερμες θερμικές κατεργασίες,” Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας - Πολυτεχνική Σχολή, 2008. Accessed: Jun. 04, 2023. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.26253/heal.uth.2144>
- [6] A. Tzamtzis, “Fatigue crack growth prediction under mode I loading in friction stir aluminum alloy weld,” University of Thessaly, School of Engineering, Volos, 2015. doi: 10.12681/eadd/35429.
- [7] Α. Ζερβάκη, “Συγκολλήσεις κραμάτων αλουμινίου με laser: πειραματική μελέτη και προσομοίωση της διαμόρφωσης μικροδομής της ΘΕΖ,” Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας, Σχολή Πολυτεχνική, Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών Βιομηχανίας, 2004. doi: 10.12681/eadd/14310.
- [8] Δ. Βριάμη, “Πειραματική μελέτη συγκολλήσεων νέων αεροπορικών κραμάτων αλουμινίου με δέσμες υψηλής ισχύος (LBW, EBW),” Πανεπιστημίου Θεσσαλίας, Πολυτεχνική Σχολή, 2010. Accessed: Jun. 04, 2023. [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/11615/42262>

- [9] J.-O. Andersson, T. Helander, L. Höglund, P. Shi, and B. Sundman, “Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science,” *Calphad*, vol. 26, no. 2, pp. 273–312, Jun. 2002, doi: 10.1016/S0364-5916(02)00037-8.
- [10] S.-W. Duan, K. Matsuda, T. Wang, and Y. Zou, “Microstructures and mechanical properties of a cast Al–Cu–Li alloy during heat treatment procedure,” *Rare Metals*, vol. 40, no. 7, pp. 1897–1906, Jul. 2021, doi: 10.1007/s12598-020-01481-7.
- [11] K. Lv, C. Zhu, J. Zheng, X. Wang, and B. Chen, “Precipitation of T1 phase in 2198 Al–Li alloy studied by atomic-resolution HAADF-STEM,” *J Mater Res*, vol. 34, no. 20, pp. 3535–3544, Oct. 2019, doi: 10.1557/jmr.2019.136.
- [12] S. fei Zhang, W. dong Zeng, W. hua Yang, C. ling Shi, and H. jun Wang, “Ageing response of a Al-Cu-Li 2198 alloy,” *Mater Des*, vol. 63, pp. 368–374, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.04.063.
- [13] D. Tsivoulas and P. B. Prangnell, “Comparison of the effect of individual and combined Zr and Mn additions on the fracture behavior of Al-Cu-Li alloy AA2198 rolled sheet,” *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*, vol. 45, no. 3, pp. 1338–1351, 2014, doi: 10.1007/s11661-013-2103-2.
- [14] Y. Zou, X. Chen, and B. Chen, “Corrosion behavior of 2198 Al-Cu-Li alloy in different aging stages in 3.5 wt% NaCl aqueous solution,” *J Mater Res*, vol. 33, no. 8, pp. 1011–1022, Apr. 2018, doi: 10.1557/jmr.2018.33.
- [15] M. Jambor, F. Nový, O. Bokuvka, and L. Trško, “The natural aging behavior of the AA 2055 Al-Cu-Li alloy,” in *Transportation Research Procedia*, Elsevier B.V., 2019, pp. 42–45. doi: 10.1016/j.trpro.2019.07.008.
- [16] Y. Tao, Z. Zhang, P. Xue, D. R. Ni, B. L. Xiao, and Z. Y. Ma, “Effect of post weld artificial aging and water cooling on microstructure and mechanical properties of friction stir welded 2198-T8 Al-Li joints,” *J Mater Sci Technol*, vol. 123, pp. 92–112, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.jmst.2022.01.020.

- [17] C. Gao, Z. Zhu, J. Han, and H. Li, “Correlation of microstructure and mechanical properties in friction stir welded 2198-T8 Al–Li alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 639, pp. 489–499, Jul. 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.05.038.
- [18] Δ. Παντελής, Β. Παπάζογλου, and Γ. Χαϊδεμενόπουλος, *Επιστήμη και Τεχνολογία των Συγκολλήσεων*. Θεσσαλονίκη: Εκδόσεις Τζιόλα, 2019.
- [19] Y. Liu *et al.*, “Mechanical Properties and Microstructural Analysis of Rail Thermite Welding Joints,” in *2018 International Conference on Intelligent Rail Transportation (ICIRT)*, IEEE, Dec. 2018, pp. 1–4. doi: 10.1109/ICIRT.2018.8641675.
- [20] S. A. David, S. S. Babu, and J. M. Vitek, “Welding,” in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, 2003, pp. 1–9. doi: 10.1016/B0-08-043152-6/01889-1.
- [21] T. Zhao, Y. S. Sato, R. Xiao, T. Huang, and J. Zhang, “Hardness distribution and aging response associated with precipitation behavior in a laser pressure welded Al–Li alloy 2198,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 808, p. 140946, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.140946.
- [22] T. N. Examilioti, N. Kashaev, J. Enz, B. Klusemann, and N. D. Alexopoulos, “On the influence of laser beam welding parameters for autogenous AA2198 welded joints,” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 110, no. 7–8, pp. 2079–2092, Sep. 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05893-8.
- [23] P. Cavaliere, M. Cabibbo, F. Panella, and A. Squillace, “2198 Al-Li plates joined by Friction Stir Welding: Mechanical and microstructural behavior,” *Mater Des*, vol. 30, no. 9, pp. 3622–3631, Oct. 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2009.02.021.
- [24] C. Gao, Y. Ma, L. zhi Tang, P. Wang, and X. Zhang, “Microstructural evolution and mechanical behavior of friction spot welded 2198-T8 Al-Li alloy during aging treatment,” *Mater Des*, vol. 115, pp. 224–230, Feb. 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2016.11.045.
- [25] Q. Zeng, S. Zeng, and D. Wang, “Stress-corrosion behavior and characteristics of the friction stir welding of an AA2198-T34 alloy,” *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, vol. 27, no. 6, pp. 774–782, Jun. 2020, doi: 10.1007/s12613-019-1924-4.

- [26] D. Texier, Y. Zedan, T. Amoros, E. Feulvarch, J. C. Stinville, and P. Bocher, “Near-surface mechanical heterogeneities in a dissimilar aluminum alloys friction stir welded joint,” *Mater Des*, vol. 108, pp. 217–229, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.06.091.
- [27] J. Rao *et al.*, “Where Does the Lithium Go? - A Study of the Precipitates in the Stir Zone of a Friction Stir Weld in a Li-containing 2xxx Series Al Alloy,” *Adv Eng Mater*, p. NA-NA, Apr. 2010, doi: 10.1002/adem.200900284.
- [28] C. Bitondo *et al.*, “Friction stir welding of AA2198-T3 butt joints for aeronautical applications,” *International Journal of Material Forming*, vol. 3, no. S1, pp. 1079–1082, Apr. 2010, doi: 10.1007/s12289-010-0958-y.
- [29] W. Li, R. Jiang, Z. Zhang, and Y. Ma, “Effect of Rotation Speed to Welding Speed Ratio on Microstructure and Mechanical Behavior of Friction Stir Welded Aluminum-Lithium Alloy Joints,” *Adv Eng Mater*, vol. 15, no. 11, pp. 1051–1058, Nov. 2013, doi: 10.1002/adem.201300147.
- [30] Y. E. Ma, Z. C. Xia, R. R. Jiang, and W. Li, “Effect of welding parameters on mechanical and fatigue properties of friction stir welded 2198 T8 aluminum–lithium alloy joints,” *Eng Fract Mech*, vol. 114, pp. 1–11, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.engfracmech.2013.10.010.
- [31] T. Zhao, Y. S. Sato, R. Xiao, T. Huang, and J. Zhang, “Laser pressure welding of Al-Li alloy 2198: effect of welding parameters on fusion zone characteristics associated with mechanical properties,” *High Temperature Materials and Processes*, vol. 39, no. 1, pp. 146–156, May 2020, doi: 10.1515/htmp-2020-0047.
- [32] 殷士焜 Yin Shikun, 吕俊霞 Lü Junxia, and 肖荣诗 Xiao Rongshi, “Corrosion Behavior of Laser Beam Welded Joint of 2198 Aluminium-Lithium Alloy with Filler Wire,” *Chinese Journal of Lasers*, vol. 43, no. 4, p. 0403007, 2016, doi: 10.3788/CJL201643.0403007.
- [33] 林凯莉 Lin Kaili, 杨武雄 Yang Wuxiong, 黄婷 Huang Ting, and 肖荣诗 Xiao Rongshi, “Laser Welding of 2198-T851 Al-Li Alloy with Filler Wire,” *Acta Optica Sinica*, vol. 35, no. s2, p. s216001, 2015, doi: 10.3788/AOS201535.s216001.
- [34] American Welding Society, “Heyhole Welding.” <https://awo.aws.org/glossary/keyhole-welding/> (accessed Jun. 04, 2023).

- [35] Laserline, “Keyhole laser welding – the method.” <https://www.laserline.com/en-int/keyhole-welding/> (accessed Jun. 04, 2023).
- [36] X. Yang *et al.*, “Numerical modelling and experimental investigation of thermal and material flow in probeless friction stir spot welding process of Al 2198-T8,” *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 23, no. 8, pp. 704–714, Nov. 2018, doi: 10.1080/13621718.2018.1469832.
- [37] G. F. Vander Voort, *Metallography, Principles and Practice*. ASM International, 1999. [Online]. Available: <https://books.google.gr/books?id=GRQC8zYqtBIC>
- [38] Y. Ma, X. Zhou, G. E. Thompson, and P. Skeldon, “Surface texture formed on AA2099 Al–Li–Cu alloy during alkaline etching,” *Corros Sci*, vol. 66, pp. 292–299, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.corsci.2012.09.032.
- [39] J. B. Murphy and S. Vescovi, “Metallographic Technique for Lithium and its Alloys with Aluminum and Magnesium,” Argonne, IL (United States), Mar. 1952. doi: 10.2172/12462516.
- [40] Γ. Χρυσουλάκης and Δ. Παντελής, *Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών*, 2nd ed. Αθήνα: Παπασωτηρίου, 2007.
- [41] G. England, “Vickers Hardness Test.” <https://www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm> (accessed Jun. 03, 2023).
- [42] D. Murphy and M. Davidson, “Fundamentals of Light Microscopy,” in *Fundamentals of Light Microscopy and Electronic Imaging*, Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2012, pp. 1–19. doi: 10.1002/9781118382905.ch1.
- [43] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, J. R. Michael, N. W. M. Ritchie, J. H. J. Scott, and D. C. Joy, “SEM Image Interpretation,” in *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, New York, NY: Springer New York, 2018, pp. 111–121. doi: 10.1007/978-1-4939-6676-9\_7.
- [44] H. Saka, “Transmission Electron Microscopy,” in *Carbon Alloys*, Elsevier, 2003, pp. 223–238. doi: 10.1016/B978-008044163-4/50014-0.

- [45] M. Hao, L. Wang, J.-Z. Chen, R. Wang, and G.-A. Li, “Intrinsic Fatigue Crack Growth in Al-Cu-Li-Mg-Zr Alloys: The Effect of the Iron Constituent Particles,” *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 1, p. 110, Jan. 2021, doi: 10.3390/met11010110.
- [46] Y. Yang, G. He, Y. Liu, K. Li, W. Wu, and C. Huang, “Quantitative contribution of T1 phase to the strength of Al-Cu-Li alloys,” *J Mater Sci*, vol. 56, no. 33, pp. 18368–18390, Nov. 2021, doi: 10.1007/s10853-021-06432-w.
- [47] A. D. Zervaki and G. N. Haidemenopoulos, “Computational Kinetics Simulation of the Dissolution and Coarsening in the HAZ during Laser Welding of 6061-T6 Al-Alloy,” *Welding Research*, vol. 86, pp. 211–221, 2007.