



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ

ΣΠΟΥΔΩΝ (Δ.Π.Μ.Σ.):

“ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ”

ΘΕΜΑ:

**ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΠΡΟΗΓΜΕΝΩΝ ΔΟΜΩΝ
ΠΑΡΑΓΟΜΕΝΩΝ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑΣ ΔΙΑ
ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ (FSP)**

ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΒΑΪΑ Α. ΑΝΤΩΝΑΚΑΚΗ

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων-Μεταλλουργών Ε.Μ.Π.

ΕΠΙΒΛΕΨΗ:

Δ. Ι. ΠΑΝΤΕΛΗΣ, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Κ. Α. ΧΑΡΙΤΙΔΗΣ, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

ΑΘΗΝΑ 2012



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ

ΣΠΟΥΔΩΝ (Δ.Π.Μ.Σ.):

“ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ”

ΘΕΜΑ:

**ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΠΡΟΗΓΜΕΝΩΝ ΔΟΜΩΝ
ΠΑΡΑΓΟΜΕΝΩΝ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑΣ ΔΙΑ
ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ (FSP)**

ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΒΑΪΑ Α. ΑΝΤΩΝΑΚΑΚΗ

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων-Μεταλλουργών Ε.Μ.Π.

ΤΡΙΜΕΛΗΣ ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ:

Δ. Ι. ΠΑΝΤΕΛΗΣ, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Κ. Α. ΧΑΡΙΤΙΔΗΣ, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Δ. Ε. ΜΑΝΩΛΑΚΟΣ, Καθηγητής Ε.Μ.Π.

ΑΘΗΝΑ 2012

ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Με την ολοκλήρωση της Μεταπτυχιακής αυτής Εργασίας, θα ήθελα αρχικά να ευχαριστήσω τους Καθηγητές μου κ. Δημήτριο Ι. Παντελή και κ. Κωνσταντίνο Α. Χαριτίδη για την ανάθεση της εργασίας αυτής και κυρίως για την καθοδήγηση και την αμέριστη συμπαράσταση που μου παρείχαν σε όλα τα στάδια της μελέτης.

Παράλληλα θα ήθελα να ευχαριστήσω τους Υποψήφιους Διδάκτορες κ. Νίκο Δανιόλο και κ. Ηλία Κούμουλο για όλη τους τη βοήθεια και συμπαράσταση κατά τη διάρκεια διεξαγωγής της μεταπτυχιακής μου εργασίας, που υπήρξε για μένα κάτι παραπάνω από πολύτιμη.

Ιδιαίτερες ευχαριστίες οφείλω στον συνάδελφο και φίλο Παναγιώτη Διαμαντόπουλο για την άψογη συνεργασία και την αμέριστη στήριξη του καθ' όλη τη διάρκεια πραγματοποίησης των μεταπτυχιακών μας εργασιών.

Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω όλους τους συναδέλφους, του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας (ΕΝΤ) της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών και συγκεκριμένα τους ερευνητές Νατάσσα Βασιλείου, Λίλα Κιοσίδου, Βέρα Μπουγιούρη, Χαρά Σαράφογλου, και Κωστούλα Τριάντου, καθώς επίσης και τους τεχνικούς Χάρη Ξάνθη και Θανάση Μαρκουλή.

Οφείλω επίσης να ευχαριστήσω τον Δρ. Ιωάννη Καρτσωνάκη για τον χαρακτηρισμό των σκονών αλούμινας, τον Δρ. Γιώργο Λώλα καθώς και τους Υποψήφιους Διδάκτορες Δημήτρη Δραγατογιάννη, Αμαλία Σκαρμούτσου και Βάσια Τσικουρκιτούδη μέλη της Εργαστηριακής Μονάδας Νανομηχανικής και Νανοτεχνολογίας της Σχολής Χημικών Μηχανικών για τη δική τους συμβολή, καθώς και για την άριστη συνεργασία που είχαμε.

Ιδιαίτερες ευχαριστίες στον Καθηγητή της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών κ. Δημήτρη Ε. Μανωλάκο ο οποίος δέχτηκε να με τιμήσει με την παρουσία του ως μέλος της τριμελούς συμβουλευτικής επιτροπής.

Ακόμα, θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον (υπό διορισμό) Λέκτορα της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών κ. Σπύρο Παπαευθυμίου για τις πολύτιμες συμβουλές και τις εποικοδομητικές συζητήσεις μας.

Να εκφράσω ακόμα τις ευχαριστίες μου:

Στον Αναπληρωτή Καθηγητή κ. Γ. Φούρλαρη της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων-Μεταλλουργών, για την διάφεση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (S.E.M.).

Τέλος, δεν θα μπορούσα να παραλείψω να ευχαριστήσω τους γονείς μου Αντώνη και Μαρία και τα αδέρφια μου Μανώλη και Ευγενία καθώς και τους φίλους μου για την πολύτιμη ηθική υποστήριξη που μου παρείχαν. Από τους προαναφερθέντες οφείλω να ξεχωρίσω τον πατέρα μου, του οποίου οι συμβουλές και οι υποδείξεις καθ' όλη τη διάρκεια της εργασίας με βοήθησαν να βελτιωθώ τόσο σε επιστημονικό όσο και σε προσωπικό επίπεδο.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Αντικείμενο της παρούσας μεταπτυχιακής εργασίας είναι η δημιουργία και ο χαρακτηρισμός επιφανειακά σύνθετου υλικού με διασπορά σωματιδίων αλούμινας (Al_2O_3), μικρο και νάνο διαμέτρου, σε μήτρα κράματος αλουμινίου AA7075-T651, με τη χρήση της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP).

Η κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης είναι μια μέθοδος με πολλές και αλληλοεξαρτώμενες παραμέτρους. Για το λόγο αυτό, αρχικά, μελετήθηκε η εύρεση των βέλτιστων παραμέτρων για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου και εν συνεχεία η εύρεση των βέλτιστων παραμέτρων για τη δημιουργία σύνθετου επιφανειακού στρώματα με την εισαγωγή σωματιδίων ενίσχυσης.

Με την ολοκλήρωση της παραπάνω διερεύνησης πραγματοποιήθηκε μελέτη της επίδρασης του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης, διατηρώντας τις υπόλοιπες παραμέτρους σταθερές.

Με τη βοήθεια της οπτικής και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης, προσδιορίστηκε η μικροδομή και το μέγεθος των κόκκων των παραχθέντων επιφανειακά σύνθετων υλικών. Επιπλέον, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές μικροσκληρότητας καθώς και ενδελεχής μελέτη των νανομηχανικών ιδιοτήτων.

Τα σύνθετα επιφανειακά στρώματα που παρήχθησαν για μεγέθη σωματιδίων ενίσχυσης $2\mu m$ και $20nm$ βρέθηκαν να παρουσιάζουν ομοιόμορφη διασπορά. Επίσης, παρατηρήθηκε ότι η μείωση του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης οδήγησε σε μείωση του μεγέθους των κόκκων και σε μικρή αύξηση της μικροσκληρότητας.

Όσον αφορά τις μετρήσεις των νανομηχανικών ιδιοτήτων παρατηρήθηκε αύξηση της νανοσκληρότητας και της αντοχής σε μηχανική καταπόνηση με τη μείωση του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης.

Ωστόσο, οι τιμές σκληρότητας που λάβαμε, ανεξαρτήτως του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης, εμφανίστηκαν μικρότερες σε σχέση με τη σκληρότητα του μετάλλου βάσης ενώ παρόμοια συμπεριφορά παρατηρήθηκε και κατά τη μελέτη των νανομηχανικών ιδιοτήτων.

Με βάση, λοιπόν, τα παραπάνω κρίθηκε απαραίτητο να εφαρμοστεί η θερμική κατεργασία T6. Επιδίωξή μας με τη θερμική μετα-κατεργασία (Postprocess heat treatment, PPHТ) είναι η ισχυροποίηση, που θα επιτευχθεί μέσω κατακρήμνισης να λειτουργήσει συνδυαστικά με τους δύο μηχανισμούς ενίσχυσης που έχουμε επιβάλλει (ισχυροποίηση με μείωση του μεγέθους των κόκκων και με διασπορά σωματιδίων ενίσχυσης) καταλήγοντας σε ένα ισχυροποιημένο επιφανειακό σύνθετο στρώμα.

Έπειτα από την εφαρμογή της θερμικής μετα-κατεργασίας το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού των σύνθετων ζωνών ανάδευσης παρουσίασε μικρή αύξηση ενώ περαιτέρω αύξηση δεν επήλθε εξαιτίας της ύπαρξης των σωματιδίων ενίσχυσης, τα οποία παρεμποδίζουν την κίνηση των περατωτικών ορίων των κόκκων και κατ' επέκταση την ανάπτυξη αυτών (pinning effect). Η μικροσκληρότητα της σύνθετης ζώνης ανάδευσης παρουσίασε περαιτέρω μείωση, στην περίπτωση του συνθέτου με ενίσχυση σωματιδίων Al_2O_3 μεγέθους 2 μm . Αντιθέτως, στη περίπτωση του συνθέτου με ενίσχυση σωματιδίων Al_2O_3 μεγέθους 20nm η μικροσκληρότητα της ζώνης αυτής αυξήθηκε φθάνοντας τις τιμές του μετάλλου βάσης.

Από τα αποτελέσματα που ελήφθησαν έπειτα από τη μελέτη των νανομηχανικών ιδιοτήτων παρατηρήθηκε σημαντική βελτίωση αυτών όσον αφορά το βέλτιστο δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm ενώ το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μm παρουσίασε τιμές παρόμοιες ή ελάχιστα αυξημένες σε σχέση με τις τιμές που παρουσίαζε πριν την εφαρμογή της θερμικής μετα-κατεργασίας.

ABSTRACT

The objective of this work was to synthesize and characterize a surface composite layer through micro and nano powder (alumina, Al_2O_3) dispersion in aluminum alloy AA7075-T651, using Friction Stir Processing (FSP) technique.

Friction Stir Process is a multi-parameter technique; thus, in this work, optimal conditions were first derived for aluminum alloy AA7075-T651 followed by optimal conditions for synthesis of a surface composite layer through micro and nano powder (alumina, Al_2O_3) dispersion (so as to enhance the properties). After optimization completion, the grain size of the strengthening particles was investigated, keeping all the other parameters constant. Microstructure and grain size was further investigated through optical and scanning electron microscopy. Microindentation was conducted, along with thorough analysis of nanomechanical properties and plasticity.

Composite layers consisting of alumina strengthening particles of $2\mu\text{m}$ and 20nm of grain size revealed a homogeneous dispersion. Additionally, the decrease of particles size had led to decrease in grain size and significant increase of microhardness. Concerning nanomechanical properties, nanohardness and resistance to deformation (wear) were increased, attributed to decrease of strengthening particles' size. However, both micro and nanohardness were lower than this of base metal, independent of strengthening particles' size. Friction Stir Process was then followed by Postprocess Heat Treatment (PPHT) T6. The main goal of PPHT was to enhance the composite through precipitations formations, decrease of grain size and strengthening particles dispersion. After PPHT, grain size of stir zone alloy was slightly increased; this limited increase was attributed to strengthening particles, which limit the grain boundaries and formation (pinning effect). Stir zone microhardness was decreased for composite with $2\mu\text{m}$ Al_2O_3 particles. On the contrary, microhardness was increased for composite with 20nm Al_2O_3 particles (almost reaching base metal values).

Comparing both, nanomechanical properties were enhanced for composite with 20 nm Al_2O_3 particles, while composite with 2 μm Al_2O_3 particles revealed no significant differences before and after PPHT.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	1
2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	2
2.1 ΓΕΝΙΚΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ ΓΙΑ ΤΟ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ	2
2.2 ΤΟ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ ΚΑΙ ΤΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΤΟΥ	4
2.2.1 Κράμα αλουμινίου 7075	7
2.3 ΘΕΡΜΙΚΗ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΣΚΛΗΡΥΝΣΗΣ ΜΕ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ.....	8
2.4 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕΣΩ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ.....	10
2.5 ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΕΣ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕΣΩ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ.....	15
2.5.1. Παράμετροι μεθόδου	17
2.5.2 Μικροδομή	20
2.6 ΣΥΝΘΕΤΑ ΥΛΙΚΑ.....	24
2.6.1 Σύνθετα υλικά με ενίσχυση σωματιδίων	26
2.6.2 Σύνθετα υλικά μεταλλικής μήτρας.....	28
2.7 ΜΗΧΑΝΙΣΜΟΙ ΙΣΧΥΡΟΠΟΙΗΣΗΣ.....	29
2.7.1 Εργοσκληρυνση	31
2.7.2 Πολλαπλασιασμός διαταραχών	32
2.7.3 Ισχυροποίηση από σύνορα κόκκων	33
2.7.4 Ισχυροποίηση από κατακρήμνιση λόγω γήρανσης και διασπορά δευτερευουσών φάσεων	36
2.8 ΝΑΝΟΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ	40
2.8.1 Νανοσκληρότητα.....	40
2.8.2 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές αξονικής συμμετρίας.....	43
2.8.3 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας	49
2.8.4 Διορθώσεις – Βελτιώσεις της μεθόδου Oliver-Pharr.....	52
3. ΣΚΟΠΟΣ ΠΑΡΟΥΣΗΣ ΜΕΛΕΤΗΣ	56
4. ΠΡΟΗΓΟΥΜΕΝΕΣ ΣΥΝΑΦΕΙΣ ΜΕΛΕΤΕΣ	57

5. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ	86
5.1 ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕΣΩ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ	86
5.1.1. FSP χωρίς προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης.....	87
5.1.2. FSP με προσθήκη σωματιδίων Ενίσχυσης.....	90
5.2 ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ	97
5.3 ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ ΣΤΕΡΕΟΣΚΟΠΙΟ.....	99
5.4 ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ ΟΠΤΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ.....	99
5.5 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΟΣ ΕΛΕΓΧΟΣ ΜΕ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ	102
5.6 ΜΕΤΡΗΣΗ ΤΗΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ	106
5.7 ΜΕΤΡΗΣΗ ΤΩΝ ΝΑΝΟΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ	108
6. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ	110
6.1 ΜΕΛΕΤΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΚΑΙ ΤΩΝ ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ	110
6.2 ΜΕΛΕΤΗ ΕΠΙΛΟΓΗΣ ΒΕΛΤΙΣΤΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ FSP	112
6.3 ΜΕΛΕΤΗ ΕΠΙΛΟΓΗΣ ΒΕΛΤΙΣΤΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ FSP ΓΙΑ ΠΑΡΑΓΩΓΗ ΣΥΝΘΕΤΟΥ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΟΥ ΣΤΡΩΜΑΤΟΣ.....	116
6.4 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΟΥ ΜΕΓΕΘΟΥΣ ΚΟΚΚΩΝ ΤΩΝ ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ	122
6.5 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΘΕΡΜΙΚΗΣ ΜΕΤΑ-ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑΣ ΣΤΑ ΒΕΛΤΙΣΤΑ ΔΟΚΙΜΙΑ	126
6.6 ΜΕΛΕΤΗ ΤΩΝ ΝΑΝΟΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ.....	134
6.6.1. Μελέτη της επίδρασης του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης στις νανομηχανικές ιδιότητες	134
6.6.2. Μελέτη της επίδρασης της θερμικής μετα-κατεργασίας στις νανομηχανικές ιδιότητες	142
6.6.3. Συγκεντρωτικά αποτελέσματα.....	149
7. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	154
8. ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ ΕΡΕΥΝΑ	156
9. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	158

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Πολλές από τις τεχνολογίες του σήμερα απαιτούν υλικά με ασυνήθιστους συνδυασμούς ιδιοτήτων οι οποίοι δεν μπορούν να ικανοποιηθούν από τα συμβατικά κράματα μετάλλων, τα κεραμικά και τα πολυμερή υλικά. Αυτό είναι ιδιαίτερα αληθές για υλικά τα οποία χρησιμοποιούνται στην αεροδιαστημική, στη ναυσιπλοΐα και στον τομέα των μεταφορών. Για παράδειγμα, οι μηχανικοί αεροσκαφών ψάχνουν συνεχώς για δομικά υλικά τα οποία έχουν χαμηλές πυκνότητες, είναι ανθεκτικά, δύσκαμπτα και αντέχουν στην απόξεση και στην κρούση, ενώ δε διαβρώνονται εύκολα. Αυτός είναι ένας μάλλον δύσκολος συνδυασμός χαρακτηριστικών αν αναλογιστεί κανείς ότι συνήθως τα ανθεκτικά υλικά έχουν σχετικά υψηλή πυκνότητα.

Ο συνδυασμός και το εύρος των ιδιοτήτων των υλικών έχουν επεκταθεί και ακόμα επεκτείνονται με την εξέλιξη των σύνθετων υλικών. Σύνθετο υλικό θεωρείται κάθε πολυφασικό υλικό το οποίο επιδεικνύει ένα μεγάλο ποσοστό από τις ιδιότητες και των δύο επιμέρους φάσεων ούτως ώστε να επιτυγχάνεται καλύτερος συνδυασμός των ιδιοτήτων τους. Σύμφωνα με αυτή την αρχή της συνδυασμένης δράσης, διαμορφώνονται καλύτεροι συνδυασμοί ιδιοτήτων με τον επλεκτικό συνδυασμό δύο ή και περισσότερων διακριτών υλικών.

Στο σχεδιασμό σύνθετων υλικών, οι επιστήμονες και οι μηχανικοί έχουν συνδυάσει με επιδεξιότητα διάφορα μέταλλα, κεραμικά και πολυμερή για να δημιουργήσουν μια νέα γενιά υλικών. Τα περισσότερα σύνθετα υλικά έχουν δημιουργηθεί για τη βελτίωση ενός συνόλου μηχανικών χαρακτηριστικών.

Σύμφωνά λοιπόν με τα παραπάνω, οδηγηθήκαμε στην παραγωγή ενός σύνθετου επιφανειακά υλικού. Πιο συγκεκριμένα, αναπτύξαμε σύνθετα επιφανειακά στρώματα AA7075-T651/ Al_2O_3 με την μέθοδο της κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP), με σκοπό τη μελέτη της μικροδομής καθώς και των μικρο- και νάνο- μηχανικών ιδιοτήτων.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.1 Γενικά στοιχεία για το αλουμίνιο ^[1]



Το καθαρό αλουμίνιο είναι μέταλλο ελαφρύ και πολύ όλκιμο. Οι μηχανικές του ιδιότητες δεν εξαρτώνται μόνο από την καθαρότητά του, αλλά και από το ποσοστό της ενδοτράχυνσης που έχει υποστεί, κατά τη διάρκεια των μηχανικών

του κατεργασιών. Η ηλεκτρική αγωγιμότητα του αλουμινίου ισούται με το 75% αυτής του χαλκού, λαμβανομένης, όμως, υπόψη της χαμηλή πυκνότητας του ($2,7\text{g/cm}^3$), το αλουμίνιο χαρακτηρίζεται ως καλύτερος αγωγός. Έχει μεγάλη χημική συγγένεια με το οξυγόνο και αν αφεθεί στον αέρα οξειδώνεται ταχέως, δίνοντας ένα λεπτό επιφανειακό και συνεχές στρώμα Al_2O_3 , το οποίο είναι αδιαπέραστο από το οξυγόνο και προσφέρει στο μέταλλο αντιοξειδωτική προστασία. Πολλά από τα κράματα μορφοποιούνται εύκολα εξαιτίας της υψηλής τους όλκιμότητας. Εξαιτίας της κρυσταλλικής δομής FCC η όλκιμότητα του αλουμινίου διατηρείται μέχρι αρκετά υψηλές θερμοκρασίες. Το βασικό μειονέκτημα του αλουμινίου είναι το χαμηλό σημείο τήξης (660°C), το οποίο θέτει περιορισμούς στη μέγιστη θερμοκρασία χρήσης του.

Τα κράματα του αλουμινίου, διακρίνονται σε κράματα διαμόρφωσης και σε κράματα χύτευσης. Τα κράματα των δύο αυτών κατηγοριών υποδιαιρούνται σε κράματα που μπορούν να υποστούν θερμική κατεργασία και σε κράματα των οποίων η θερμική κατεργασία είναι αδύνατη. Οι ιδιότητες των πρώτων εξαρτώνται από την ακολουθούμενη θερμική κατεργασία, ενώ οι ιδιότητες των δεύτερων εξαρτώνται απ το ποσοστό ενδοτράχυνσης που έχουν υποστεί.

Ο κύριος λόγος δημιουργίας των κραμάτων είναι η βελτίωση των μηχανικών, τριβολογικών και διαβρωτικών ιδιοτήτων του εκάστοτε μετάλλου. Τα κράματα του αλουμινίου δημιουργούνται ώστε να βελτιώσουν κυρίως τη μέτρια μηχανική του αντοχή (90MPa, ενώ ο μαλακός χάλυβας έχει 260MPa) και τις επιφανειακές ιδιότητες, δηλαδή την αντοχή στη διάβρωση και την τριβή. Οι κυριότερες κραματικές προσθήκες του αλουμινίου καθώς και η επίδρασή τους στις ιδιότητές του φαίνονται στον ακόλουθο πίνακα (πιν.2.1). Το εμπορικά καθαρό αλουμίνιο είναι προϊόν ηλεκτρολύσεως με καθαρότητα πάνω από 99%. Κύριες μικροπροσμίξεις σιδήρου (Fe) και πυριτίου (Si) μπορούν να βρίσκονται σ' αυτό σε μικρά ποσοστά.

Πίνακας 2.1: Κύριες προσθήκες κραμάτων αλουμινίου και η επίδρασή τους

ΠΡΟΣΘΗΚΗ	ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΣΤΙΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΟΥ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ
Χαλκός	Σε ποσοστό ως 12%, βελτιώνει τη μηχανική αντοχή και τη κατεργασιμότητα.
Σίδηρος	Βελτιώνει την αντοχή και την σκληρότητα και μειώνει τις πιθανότητες θερμής ρωγμάτωσης κατά την χύτευση.
Μαγγάνιο	Βελτιώνει την ολκιμότητα και, σε συνδυασμό με τον σίδηρο, τη χυτευσιμότητα.
Μαγνήσιο	Βελτιώνει την μηχανική αντοχή και την αντοχή σε διάβρωση. Σε ποσοστό μεγαλύτερο από 6% προκαλεί σκλήρυνση με κατακρήμνιση.
Πυρίτιο	Βελτιώνει, σε μεγάλο βαθμό, την χυτευσιμότητα και την αντοχή σε διάβρωση.
Ψευδάργυρος	Μειώνει την χυτευσιμότητα, όμως σε συνδυασμό με άλλα στοιχεία προσθήκης, βελτιώνει την μηχανική αντοχή.

2.2 Το αλουμίνιου και τα κράματά του ^[1]

Τα κράματα του αλουμινίου διακρίνονται σε δύο κατηγορίες :

- Χυτά κράματα
- Διαμορφωμένα κράματα

A) Χυτά κράματα αλουμινίου

Τα χυτά κράματα του αλουμινίου ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης χωρίζονται στις ακόλουθες κατηγορίες.

Πίνακας 2.2: Κωδικοποίηση των κραμάτων χύτευσης του αλουμινίου, ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης

ΚΩΔΙΚΟΣ	ΚΥΡΙΑ ΠΡΟΣΘΗΚΗ
1XX.X	Αλουμίνιο καθαρότητας 99,00%
2XX.X	Χαλκός
3XX.X	Πυρίτιο και Χαλκός ή Μαγνήσιο
4XX.X	Πυρίτιο
5XX.X	Μαγνήσιο
6XX.X	Μη χρησιμοποιούμενη σειρά
7XX.X	Ψευδάργυρος
8XX.X	Κασσίτερος
9XX.X	Άλλα στοιχεία

Για τα κράματα χύτευσης ο πρώτος αριθμός υποδηλώνει το κύριο στοιχείο προσθήκης και οι δύο επόμενοι την κατηγορία του εκάστοτε κράματος. Ακολουθεί τελεία και ο επόμενος αριθμός αναφέρεται στην μορφολογία του προϊόντος χύτευσης. Το (0) δείχνει ότι πρόκειται για χυτό και το (1) ότι πρόκειται για πλίνθωμα.

B) Διαμορφωμένα κράματα αλουμινίου

Τα διαμορφωμένα κράματα του αλουμινίου παράγονται από τα χυτά κράματα ακολουθώντας τις παρακάτω διαδικασίες:

- Επανάτηση του χυτού υλικού και δεύτερη χύτευση
- Επιφανειακή εκλέπτυνση του υλικού
- Προθέρμανση και ομογενοποίηση του υλικού
- Θερμή έλαση
- Έλαση εν-ψυχρώ

Σε αντιστοιχία με τα χυτά κράματα, τα κράματα διαμόρφωσης διακρίνονται σε διάφορες κατηγορίες ανάλογα με την κύρια κραματική προσθήκη.

Πίνακας 2.3: Κωδικοποίηση των κραμάτων διαμόρφωσης του αλουμινίου, ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης

Κράματα	Σειρά
Αλουμίνιο > 99%	1XXX
Χαλκός	2XXX
Μαγγάνιο	3XXX
Πυρίτιο	4XXX
Μαγνήσιο	5XXX
Μαγνήσιο + Πυρίτιο	6XXX
Ψευδάργυρος	7XXX
Άλλα στοιχεία	8XXX
Σειρές που δεν χρησιμοποιούνται	*XXX

Κατηγοριοποίηση διαμορφωμένων κραμάτων**Σειρά 1000: Καθαρό αλουμίνιο με 99% ελάχιστη καθαρότητα**

Το καθαρό αλουμίνιο υποδιαιρείται σε κατηγορίες ανάλογα με την περιεκτικότητα σε αλουμίνιο. Χαρακτηρίζεται από την υψηλή αντίσταση στη διάβρωση, υψηλή θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα και εύκολη μορφοποίηση. Οι μηχανικές αντοχές είναι σχετικά χαμηλές.

Σειρά 2000: Κράματα αλουμινίου-χαλκού

Τα κράματα της σειράς αυτής αποκτούν μηχανικές αντοχές υψηλότερες από αυτές του μέσου χάλυβα και χρησιμοποιούνται σε κατασκευές με υψηλές απαιτήσεις για μηχανική αντοχή.

Σειρά 3000: Κράματα αλουμινίου-μαγγανίου

Τα χαρακτηριστικά των κραμάτων της σειράς αυτής είναι η εύκολη μορφοποίηση, η καλή αντοχή στην ατμοσφαιρική διάβρωση, η ευκολία συγκόλλησης. Χαρακτηριστικά κράματα της σειράς είναι το 3003 και 3004.

Σειρά 4000: Κράματα αλουμινίου πυριτίου

Η παρουσία του πυριτίου ελαττώνει το σημείο τήξης των κραμάτων της κατηγορίας αυτής, καθιστώντας τα κατάλληλα για χρήση ως ηλεκτρόδια πλήρωσης σε εργασίες συγκόλλησης κομματιών αλουμινίου.

Σειρά 5000: Κράματα αλουμινίου-μαγνησίου

Τα χαρακτηριστικά των κραμάτων αυτών είναι η πολύ καλή συγκολλησιμότητα, η καλή συμπεριφορά σε χαμηλές θερμοκρασίες, η πολύ καλή αντιδιαβρωτική συμπεριφορά στο θαλάσσιο περιβάλλον και οι μέσες μηχανικές αντοχές. Χρησιμοποιείται ευρέως στη ναυπηγική, στη χημική βιομηχανία, στις οικοδομές, στα μεταφορικά μέσα. Χαρακτηριστικά κράματα είναι τα 5005, 5052, 5754, 5083, 5086, 5182.

Σειρά 6000: Κράματα αλουμινίου - πυριτίου - μαγνησίου

Αποτελούν τα κράματα που κατά βάση χρησιμοποιούνται στην διέλαση για την παραγωγή των προφίλ αλουμινίου. Χαρακτηριστικά κράματα είναι τα 6005, 6061, 6082, 6060, 6063.

Σειρά 7000: Κράματα αλουμινίου-ψευδαργύρου

Ο ψευδάργυρος και το μαγνήσιο είναι τα κύρια κραματικά στοιχεία. Τα κράματα αυτά επιτυγχάνουν τις υψηλότερες μηχανικές ιδιότητες από όλα τα κράματα αλουμινίου και βρίσκουν εφαρμογή στην αεροναυπηγική και αεροδιαστημική βιομηχανία.

2.2.1 Κράμα αλουμινίου 7075

Τα κράματα αλουμινίου 7075 ανήκουν στη σειρά κραμάτων αλουμινίου 7XXX, τα οποία υφίστανται σκλήρυνση με θερμική κατεργασία. Τα κράματα αλουμινίου 7075 διαθέτουν ικανοποιητικά υψηλή αντοχή, δυσθραυστότητα και αντιδιαβρωτική αντοχή υπό μηχανική καταπόνηση ως προς το βάρος τους, με αποτέλεσμα να χρησιμοποιούνται ευρέως σε πολύπλοκες διατάξεις αεροναυπηγικών και αεροδιαστημικών εφαρμογών [2-5].

Είναι γνωστό ότι η μηχανική αντοχή των κραμάτων αυτών εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από το ποσοστό του Zn και Mg στο στερεό διάλυμα, καθώς από το υπέρκορο στερεό διάλυμα σχηματίζεται ομοιόμορφη και λεπτομερής διασπορά κατακρημνισμάτων της φάσεως $MgZn_2$ κατά τη τεχνητή γήρανση, σύμφωνα με την ακόλουθη διαδικασία:

Υπέρκορο στερεό διάλυμα → **ζώνες Guinier - Preston (GP)** → **η' (μετασταθής φάση)** → **η ($MgZn_2$)** [6-8].

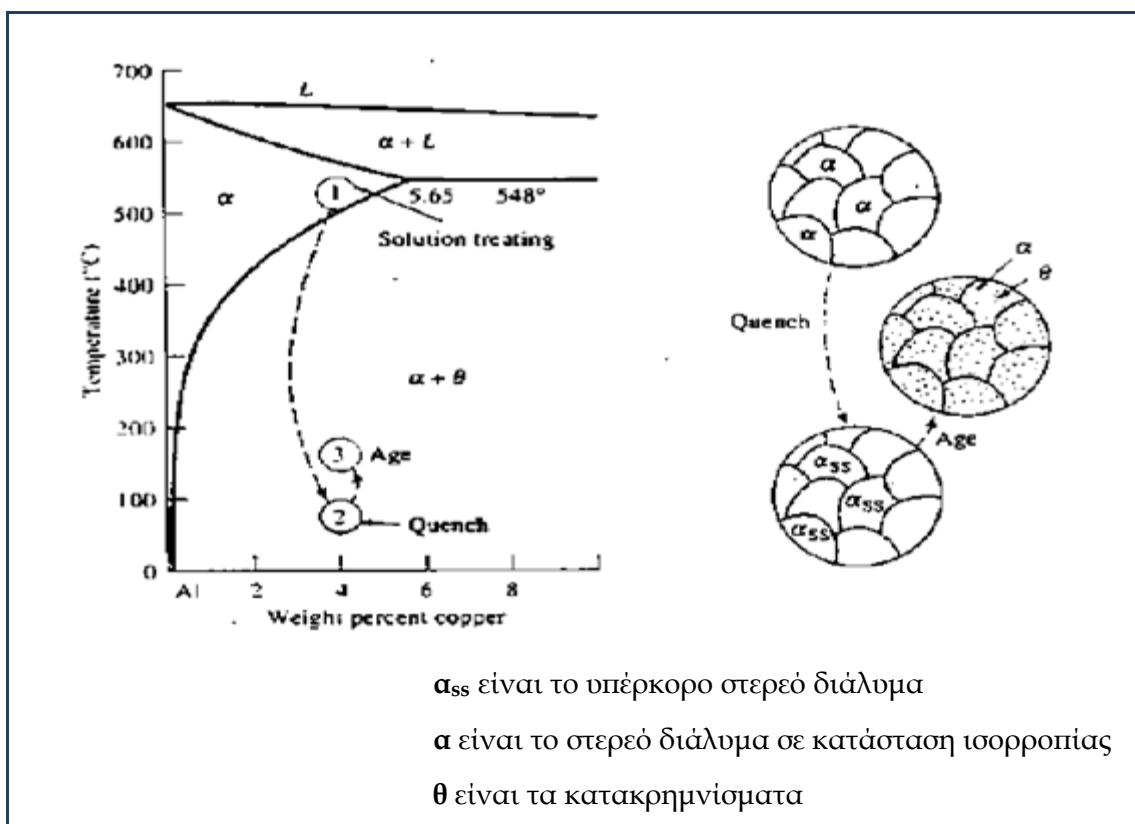
Ο Cu προστίθεται στα κράματα αλουμινίου 7075 προκειμένου να αυξήσει τη διαβρωτική αντοχή υπό μηχανική καταπόνηση [9-10]. Η προσθήκη Cu στα κράματα αυτά έχει ως συνέπεια την κατακρήμνιση χονδρομερών φάσεων όπως Al_2CuMg (S φάση) με τάξη μεγέθους ~3-6μm και σωματίδια Al_7Cu_2Fe συσσωματωμένα σε επιμηκυμένους σχηματισμούς με τάξη μεγέθους ~ 15μm, οι οποίες υποβαθμίζουν τη δυσθραυστότητα και την αποτελεσματική σκλήρυνση λόγω κατακρήμνισης [11-12]. Επίσης, κατά τη τεχνητή γήρανση του κράματος σχηματίζονται ενώσεις του τύπου Al_2Cu και $Mg(ZnCu)_2$ στα όρια των κόκκων του κράματος που επηρεάζουν σημαντικά τις μηχανικές ιδιότητες και τη διαβρωτική συμπεριφορά του κράματος.

Η κατανομή των διαλελυμένων στοιχείων κατά την ομογενοποίηση του κράματος αλουμινίου 7075 οδηγεί σε μικροδιαφορισμό και στο σχηματισμό χονδρομερών ενδομεταλλικών ενώσεων τάξεως μm, οι οποίες επηρεάζουν σημαντικά τις ιδιότητες του κράματος [13]. Οι ενδομεταλλικές ενώσεις μεγέθους μεγαλύτερου του 1 μm είναι αυτές που καθορίζουν ιδιότητες του κράματος όπως δυσθραυστότητα και αντοχή στη κόπωση [14-16].

2.3 Θερμική κατεργασία σκλήρυνσης με κατακρήμνιση

Η σκλήρυνση με κατακρήμνιση είναι μια διαδικασία με την οποία δημιουργούμε μια λεπτομερή διασπορά σωματιδίων δεύτερης φάσης (κατακρημνίσματα), εντός του μητρικού υλικού. Τα κατακρημνίσματα αυτά δρουν ανασταλτικά ως προς την κίνηση των διαταραχών έτσι έχουμε αύξηση της σκληρότητας του υλικού. Πιο συγκεκριμένα οι διαταραχές αναγκάζονται να τμήσουν τα κατακρημνίσματα ή να τα παρακάμψουν όποτε οι κίνηση των διαταραχών μέσα στο υλικό παρεμποδίζεται.

Η σκλήρυνση με κατακρήμνιση πραγματοποιείται σε τρία στάδια, τα οποία είναι: 1.Ομογενοποίηση, 2.Βαφή, 3.Γήρανση. Η διαδικασία αυτή βρίσκεται εφαρμογή στα θερμικά κατεργάσιμα κράματα. Αντίθετα στα μη θερμικά κατεργάσιμα κράματα η θερμική κατεργασία σκλήρυνσης με κατακρήμνιση έχει ελάχιστη έως μηδενική επίδραση στις μηχανικές ιδιότητες.



Σχήμα 2.1: Αναπαράσταση των τριών σταδίων της θερμικής κατεργασίας T6.

Το πρώτο στάδιο είναι η **ομογενοποίηση**. Στην ομογενοποίηση έχουμε θέρμανση του υλικού κοντά στη θερμοκρασία *solidus*. Με την θέρμανση αυτή προσπαθούμε να επιτύχουμε τη διαλυτοποίηση των κραματικών στοιχείων στη μητρική φάση του αλουμινίου. Έτσι δημιουργείται ένα υπέρκορεσμένο, σε κραματικά στοιχεία, στερεό διάλυμα.

Το δεύτερο στάδιο είναι η **βαφή**. Σκοπός της βαφής είναι η διατήρηση του υπέρκορου στερεού διαλύματος σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Αυτό επιτυγχάνεται με ταχεία ψύξη του κράματος σε κάποιο ψυκτικό μέσο. Παραδείγματα ψυκτικών μέσων είναι το νερό, το λάδι, το υγρό άζωτο, η ακόμη και το ρεύμα αέρα. Κάθε ψυκτικό μέσο έχει και διαφορετικό συντελεστή θερμικής αγωγιμότητας οπότε κάθε ψυκτικό μέσο προσφέρει και διαφορετικό ρυθμό ψύξης. Η ψύξη κατά τη βαφή γίνεται με συναγωγή θερμότητας. Ο ρυθμός ψύξης δίνεται από την παρακάτω σχέση η οποία είναι γνωστή και σαν «Νόμος της Ψύξεως του Newton» :

$$q = hA(\bar{T}_w - T_\infty) \quad (2.1)$$

Από τον παραπάνω τύπο φαίνεται ότι στον ρυθμό ψύξης επιδρά ο συντελεστής συναγωγής θερμότητας **h** και η διαφορά θερμοκρασίας μεταξύ του ψυχομένου υλικού και του ψυκτικού μέσου

Έχει παρατηρηθεί ότι όσο μεγαλύτερος είναι ο ρυθμός ψύξης, αυξάνεται το όριο διαρροής σε κράματα τα οποία είναι ευαίσθητα στις αλλαγές του ρυθμού ψύξης. Τέτοια κράματα είναι της σειράς 7xxx. Αντίθετα για κράματα που δεν είναι ευαίσθητα σε αλλαγές του ρυθμού ψύξης, όπως σειρά 2xxx και η σειρά 6xxx, η αύξηση του ρυθμού ψύξης δεν έχει σημαντική επίδραση στο όριο διαρροής. Αυτό επιβεβαιώνεται από το παραπάνω διάγραμμα.

Το τρίτο στάδιο είναι η **γήρανση**. Η γήρανση είναι η διαδικασία με την οποία δημιουργείται μία ομοιόμορφη διασπορά κατακρημνισμάτων από τα από το υπέρκορο στερεό διάλυμα. Επειδή το υπέρκορο στερεό διάλυμα δε βρίσκεται σε ισορροπία, κατά τη διάρκεια της γήρανσης μεταπίπτει σε πιο

σταθερή θερμοδυναμική μορφή με ταυτόχρονο σχηματισμό κατακρημνισμάτων. Πιο συγκεκριμένα στο αρχικό στάδιο της γήρανσης δημιουργούνται οι ζώνες Guinier-Preston (G.P.). Οι ζώνες αυτές αποτελούνται από άτομα διαλυμένων κραματικών στοιχείων (π.χ. Cu, Mg, Zn), που έχουν συσσωματωθεί. Στη συνέχεια οι ζώνες G.P. αυξάνουν σε μέγεθος και δημιουργούν τα κατακρημνίσματα. Η γήρανση είναι δύο ειδών α) **φυσική** και β) **τεχνητή**. Η φυσική γήρανση πραγματοποιείται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος σε αντίθεση με την τεχνητή η οποία πραγματοποιείται σε υψηλότερη θερμοκρασία (120°C- 200°C).

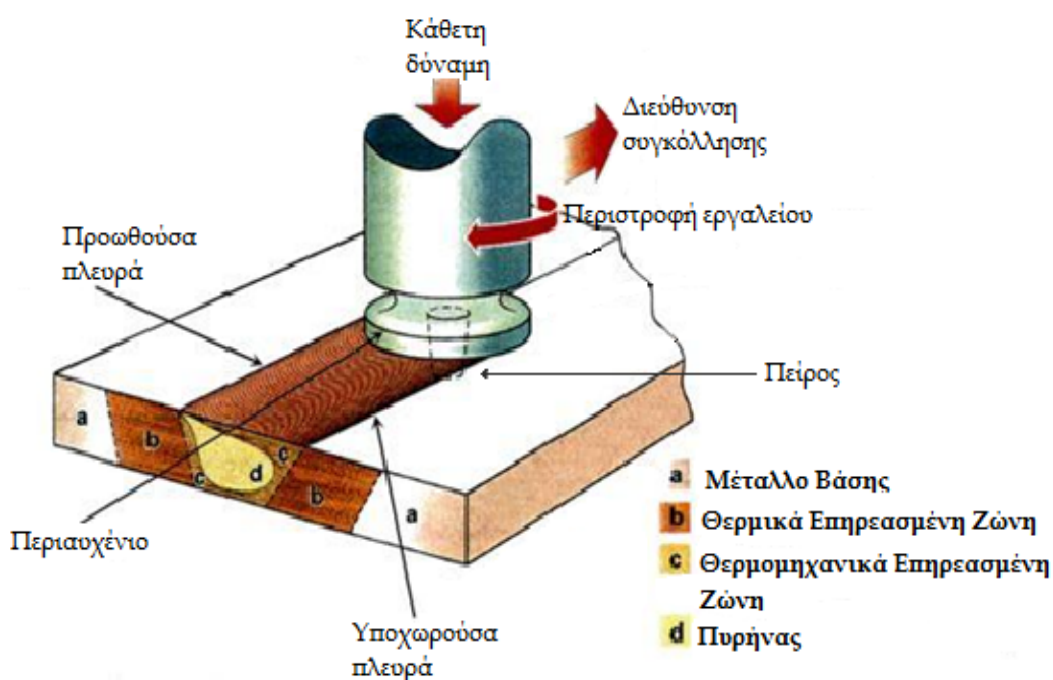
2.4 Συγκόλληση δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Welding - FSW)

Η μέθοδος συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction stir welding) εφαρμόστηκε για πρώτη φορά το έτος 1991 στο Ινστιτούτο Συγκολλήσεων της Αγγλίας (The Welding Institute, TWI) [17]. Είναι μία μέθοδος συγκόλλησης στερεάς κατάστασης όπου μέσω δημιουργίας τριβής στα μέταλλα προς συγκόλληση, παρέχεται επαρκής ποσότητα θερμότητας ώστε τα μέταλλα να χάσουν τοπικά ποσοστό της σκληρότητάς τους και κατά συνέπεια να παραμορφωθούν πλαστικά, χωρίς να φτάσουν το σημείο τήξης τους [18].

Η μέθοδος FSW πραγματοποιείται χωρίς την παρουσία πρόσθετου μετάλλου ή αερίου προστασίας και σε χαμηλότερη θερμοκρασία από τη θερμοκρασία τήξης των μετάλλων, οδηγώντας σε χαμηλότερα επίπεδα παραμόρφωσης της περιοχής συγκόλλησης και παραμενουσών τάσεων. Τα προς συγκόλληση κομμάτια πακτώνονται σε σταθερή θέση και ένα ειδικά σχεδιασμένο κυλινδρικό, μη αναλώσιμο, περιστρεφόμενο εργαλείο προωθείται κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης παράγοντας θερμότητα μέσω τριβής με την εφαρμογή ενός περιαιχενίου στην επιφάνεια των προς συγκόλληση τεμαχίων. Το εργαλείο ταυτόχρονα παραμορφώνει το μέταλλο γύρω από τη γραμμή συγκόλλησης, με τη χρήση ενός πείρου, σπάζοντας τα

επιφανειακά οξειδία μέσω μηχανικής ανάδευσης και παραμορφώνοντας πλαστικά το θερμό και πλαστικό υλικό. Λόγω της πλαστικής παραμόρφωσης, το υλικό των δύο τεμαχίων κοντά στη γραμμή συγκόλλησης αναδεύεται, συγκολλώντας τα δύο τεμάχια. Η προκύπτουσα συγκόλληση παρουσιάζει λεπτόκοκκη δομή σε σχέση με το βασικό μέταλλο [18,19].

Η θερμότητα που αναπτύσσεται στην περιοχή συγκόλλησης μπορεί να φτάσει έως και το 80% της θερμοκρασίας τήξης του μετάλλου [19]. Η θερμότητα αυτή παράγεται με δύο τρόπους: (α) από την τριβή που αναπτύσσεται μεταξύ εργαλείου και μετάλλου, λόγω της κίνησης του εργαλείου και (β) από την πλαστική παραμόρφωση του μετάλλου [20].



Σχήμα 2.2: Σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου FSW

Η μέθοδος αυτή αρχικά εφαρμόστηκε σε λεπτά φύλλα αλουμινίου (πάχους 13 mm) [21]. Ο λόγος που ώθησε στην ανακάλυψη της τεχνικής αυτής ήταν ότι τα κράματα αλουμινίου λόγω των μηχανικών ιδιοτήτων τους θα μπορούσαν να χρησιμοποιηθούν στην αεροναυπηγική, αλλά και σε άλλους τομείς. Όμως οι συγκολλήσεις τους με κοινές μεθόδους συγκόλλησης, κυρίως των σειρών 2xxx και 7xxx, παρουσίαζαν χαμηλή αντοχή, καθώς και χαμηλή

αντίσταση στην κόπωση και θραύση. Τα κράματα αυτά θεωρούνταν «μη συγκολλησίμα» λόγω της δυσκολίας στερεοποίησης της συγκόλλησης και της παρουσίας πορώδους στη ζώνη διάχυσης. Επίσης, παρουσίαζαν απώλεια μηχανικών αντοχών στην περιοχή συγκόλλησης σε σχέση με το μέταλλο βάσης. Μερικά κράματα αλουμινίου μπορούν να συγκολληθούν με συγκόλληση αντίστασης, όμως απαιτείται επιφανειακή επεξεργασία του μετάλλου, η οποία είναι μία αρκετά ακριβή διαδικασία. Η παρουσία του χαρακτηριστικού οξειδίου του αλουμινίου στην επιφάνεια δυσκολεύει την επιφανειακή αυτή επεξεργασία [20].

Σήμερα η τεχνολογία έχει εξελιχθεί και είναι πλέον δυνατόν να συγκολλούνται με αυτή την τεχνική επιφάνειες πάχους 50mm (με ένα πέρασμα). Μέχρι τώρα η μέθοδος αυτή χρησιμοποιήθηκε για τη συγκόλληση αλουμινίου, τιτανίου, χαλκού, ψευδαργύρου, μαγνησίου και σε κάποιους τύπους χάλυβα [21]. Τα πιο συχνά κράματα αλουμινίου στα οποία χρησιμοποιείται η τεχνική αυτή είναι τα εξής:

- Σειρά 2000 (Al-Cu)
- Σειρά 5000 (Al-Mg)
- Σειρά 6000 (Al-Mg-Si)
- Σειρά 7000 (Al-Zn)
- Σειρά 8000 (Al-Li)

Θεωρείται ως η σημαντικότερη εξέλιξη στον τομέα των συγκολλήσεων την τελευταία δεκαετία και αποτελεί «πράσινη» τεχνολογία εξαιτίας της φιλικότητάς της προς το περιβάλλον (όχι προστασία αερίου), της χαμηλής ενέργειας που χρειάζεται και της ευρείας εφαρμογής της. Με τη μέθοδο αυτή μπορούν να συγκολληθούν ακόμη και ανόμοια μέταλλα, ενώ εφαρμόζεται σε διαφορετικούς τύπους συγκολλήσεων [22,23].

Πλεονεκτήματα μεθόδου

Όσον αφορά στους μεταλλουργικούς παράγοντες, η μέθοδος FSW είναι στερεάς κατάστασης, δηλαδή τα μέταλλα δεν φτάνουν το σημείο τήξης τους με αποτέλεσμα να υπόκεινται σε χαμηλότερο βαθμό παραμόρφωσης και να διατηρούν τις αρχικές τους ιδιότητες. Επίσης, η μέθοδος παρουσιάζει καλή σταθερότητα διαστάσεων, καλή επαναληψιμότητα και άριστες μεταλλουργικές ιδιότητες στην περιοχή συγκόλλησης. Τα συγκολλημένα μέταλλα παρουσιάζουν βελτιωμένη εμφάνιση ραφής και βελτιωμένη αντοχή σε εφελκυσμό, κάμψη και κόπωση σε σχέση με τις άλλες μεθόδους συγκόλλησης. Η μικροδομή της περιοχής συγκόλλησης είναι αρκετά λεπτόκοκκη, ενώ παρουσιάζει λιγότερα ελαττώματα σε σχέση με τις συμβατικές μεθόδους συγκόλλησης [20]. Οι συμβατικές μέθοδοι συγκόλλησης με τήξη του μετάλλου εμφανίζουν αυξημένο πορώδες, εγκλεισμό σκουριάς, θερμή ρωγμάτωση κ.α. γύρω και πάνω στην περιοχή συγκόλλησης [24].

Όπως αναφέρθηκε, η μέθοδος αυτή είναι φιλική προς το περιβάλλον διότι δεν χρειάζεται προστασία αερίου και πρόσθετο μέταλλο. Έτσι, συγκολλήσεις μπορεί να γίνουν χωρίς να χρειάζεται μελέτη συμβατότητας σε σχέση με τη σύσταση του πρόσθετου υλικού και των προς συγκόλληση μετάλλων. Επίσης, δεν απαιτείται καθαρισμός της προς συγκόλληση επιφάνειας των μετάλλων κι έτσι μειώνονται τα απόβλητα που μπορεί να προκύψουν από τέτοιου είδους καθαρισμούς με διάφορους διαλύτες, που είναι επιβλαβείς για το περιβάλλον.

Η συγκόλληση δια τριβής μέσω ανάδευσης είναι μία ενεργειακά συμφέρουσα μέθοδος, διότι χρησιμοποιεί μόλις το 2,5% της ενέργειας που απαιτείται για τη μέθοδο συγκόλλησης με δέσμη Laser. Η μέθοδος μπορεί να χρησιμοποιηθεί για συγκόλληση ορισμένων σειρών κραμάτων αλουμινίου, τα οποία δύσκολα συγκολλούνται με συμβατικές μεθόδους, και οι κατασκευές που θα προκύψουν να είναι ελαφριές. Στην περίπτωση πλοίων, αεροσκαφών και αυτοκινήτων, λόγω μείωσης του βάρους τους καταναλώνονται και λιγότερα καύσιμα [20].

Μειονεκτήματα μεθόδου

Στη συγκόλληση αλουμινίου μέσω τήξης, ελαττώματα όπως το πορώδες, εγκλωβισμός σκουριάς, ρωγμές στερεοποίησης κ.α., περιορίζουν την ποιότητα της συγκόλλησης και τις ιδιότητές της. Συνήθως, στη συγκόλληση αλουμινίου με τη μέθοδο δια τριβής μέσω ανάδευσης, δεν παρατηρούνται τα παραπάνω ελαττώματα εφόσον δεν υπάρχει τήξη του υλικού και τα μέταλλα συγκολλούνται σε στερεά κατάσταση με τη βοήθεια της θερμότητας που παράγεται από την τριβή και τη ροή του υλικού λόγω της ανάδευσης. Ωστόσο, οι συγκολλήσεις τέτοιου τύπου εμφανίζουν άλλου είδους ελαττώματα, όπως: οπές (λόγω της διείσδυσης του πείρου), ελάττωμα «τύπου σήραγγας» (tunnel defect), δεσμός «τύπου φιλιού» (kissing bond), ρωγμές κ.α. Επίσης, κάποιες φορές παρατηρείται φτωχή συγκέντρωση υλικού σε ορισμένες περιοχές της συγκόλλησης λόγω της ανομοιόμορφης κατανομής του. Τα ελαττώματα αυτά σχετίζονται με τη ροή υλικού και τη γεωμετρία του εργαλείου. Πολλά από αυτά μπορούν να αποφευχθούν με κατάλληλη ρύθμιση των παραμέτρων συγκόλλησης [24,25].

Εφαρμογές μεθόδου

Τα κράματα αλουμινίου υψηλής αντοχής, όπως αυτά των σειρών 2xxx και 7xxx, χρησιμοποιούνται ευρέως στην αεροναυπηγική στην κατασκευή ατράκτων, πτερυγίων, φτερών κλπ. Δυστυχώς, τέτοιου είδους κράματα δύσκολα συγκολλούνται με τις συμβατικές μεθόδους συγκόλλησης με τήξη λόγω της θερμής ρωγμάτωσης (hot cracking) που προκύπτει κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης. Απαιτείται υψηλό κόστος και πολυπλοκότητα για μια τέτοια συγκόλληση και εδώ βρίσκει εφαρμογές η μέθοδος συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης για την κατασκευή ελαφρύτερων αεροσκαφών. Εφαρμόζεται κυρίως στην κατασκευή σκελετού των αεροσκαφών και ήδη έχουν πραγματοποιηθεί αρκετές συγκολλήσεις τέτοιου τύπου δίχως ελαττώματα. Επίσης, υψηλής αντοχής κράματα αλουμινίου χρησιμοποιούνται ευρέως στη θωράκιση λόγω της υψηλής βαλλιστικής απόδοσης και στατικής αντοχής [20].

2.5 Κατεργασίες δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing - FSP)

Η κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP), πρόσφατα εξελίχτηκε από τον Mishra και τους συνεργάτες του, ως ένα γενικό εργαλείο για τροποποίηση της μικροδομής των υλικών η αρχή της οποίας βασίζεται στη λειτουργία της συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης^[26].

Η κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης οδήγησε πληθώρα ερευνητών σε εφαρμογή της για τροποποίηση της μικροδομής των μεταλλικών υλικών συμπεριλαμβανομένης της βελτίωσης της πλαστικότητας των υλικών, της δημιουργίας επικαλύψεων, σύνθετων υλικών μέσω κραμάτωσης, την ενίσχυση των υλικών με σωματίδια δευτερεύουσας φάσης και γενικά τη βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων κυρίως του αλουμινίου και των κραμάτων αυτού^[27].

Στην περίπτωση της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης, ένα περιστρεφόμενο εργαλείο εισέρχεται όπως και στην περίπτωση της FSW σε μια πλάκα στην οποία προστίθεται η ενίσχυση (σκόνη, σύρμα), προκειμένου να ενισχυθούν οι ιδιότητες του εκάστοτε μητρικού υλικού χωρίς αυτό να φθάνει στο σημείο τήξης τους.

Βάσει αυτού, η τεχνική FSP χρησιμοποιείται για επιφανειακές κατεργασίες. Για παράδειγμα η δημιουργία σύνθετων υλικών στην επιφάνεια αλουμινίου ή την ενίσχυση της ραφής συγκόλλησης με μεταλλική, κεραμική ή μεταλλο - κεραμική πούδρα ^[28].

Λόγω των χαμηλών - σε σχέση με τις συμβατικές μεθόδους - θερμοκρασιών που αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια των κατεργασιών αυτών, οι μηχανικές ιδιότητες των υλικών παραμένουν σχετικά αμετάβλητες. Τα θερμοδυναμικά και ρεολογικά φαινόμενα, καθώς και οι χημικές αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα στην επιφάνεια του μετάλλου, αλλά και σε βάθος που καθορίζεται από την κεφαλή του εργαλείου, οδηγούν σε κραμάτωση.

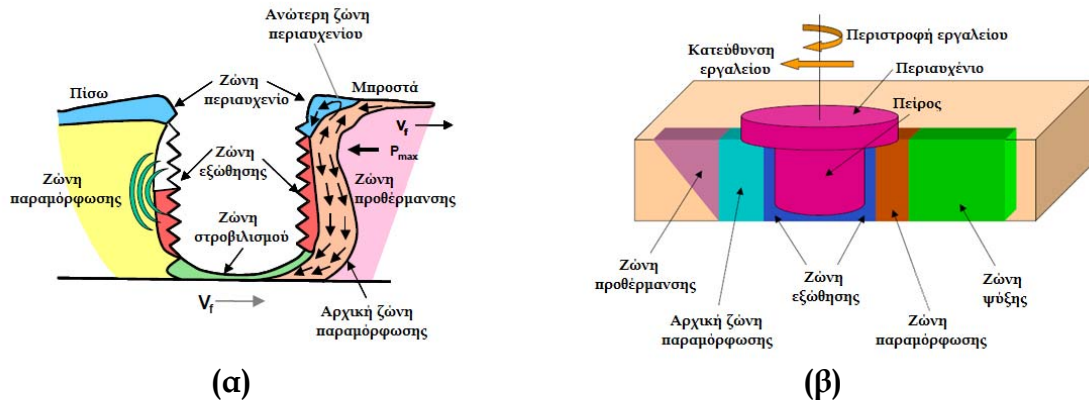
Βασιζόμενοι στην αρχή της τριβής και ανάδευσης πετυχαίνουμε:

- Χαμηλά ποσά παραγόμενης θερμότητας
- Εκτεταμένη πλαστική ροή του υλικού
- Ομοιόμορφη λεπτόκοκκη μικροδομή
- Χαμηλό πορώδες
- Προσανατολισμός των κόκκων στη ζώνη ανάδευσης
- Μηχανική κατεργασία και ανάμειξη των σωματιδίων και του μητρικού υλικού

Για τους παραπάνω λόγους η FSP είναι μια στερεής κατάστασης μέθοδος που χρησιμοποιείται για τοπική τροποποίηση της μικροδομής ενός υλικού.

Στάδια διαδικασίας

Η διαδικασία της κατεργασίας με τη μέθοδο FSP περιλαμβάνει τα εξής στάδια: α) στάδιο προθέρμανσης, β) στάδιο παραμόρφωσης (λόγω ανάδευσης), γ) στάδιο εξώθησης υλικού λόγω κίνησης και δ) στάδιο απόψυξης. Στο πρώτο στάδιο, αναπτύσσονται θερμοκρασίες λόγω τριβής ανάμεσα στο εργαλείο και το υπό εξέταση μέταλλο. Η θερμότητα που αναπτύσσεται στην περιοχή αυτή καθορίζεται από τις ιδιότητες του μετάλλου και από την ταχύτητα (πρόωσης και περιστροφής) του εργαλείου. Καθώς το εργαλείο κινείται κατά μήκος του μετάλλου, δημιουργείται ένα αρχικό στάδιο παραμόρφωσης. Στο στάδιο αυτό το υλικό πιέζεται προς τα πάνω καθώς το εργαλείο εισέρχεται στο δοκίμιο και ταυτόχρονα εξωθείται προς τα έξω. Ένα μέρος του υλικού παραμένει στη ζώνη στροβιλισμού κάτω από την κεφαλή. Στην περιοχή όπου το υλικό εξωθείται λόγω της πίεσης που του ασκείται από το εργαλείο, κινείται από το μπροστινό μέρος της κεφαλής προς το πίσω.



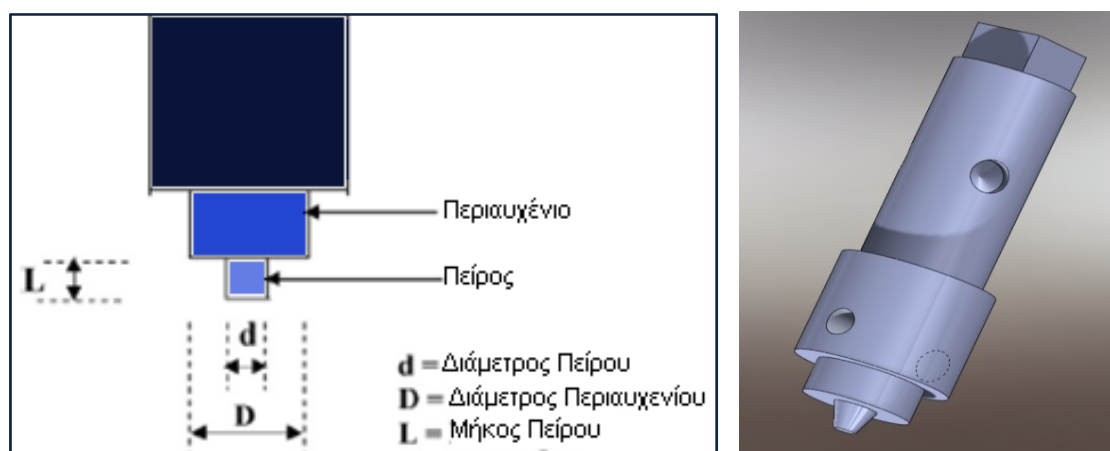
Σχήμα 2.3: Ζώνες που δημιουργούνται κατά την κίνηση του εργαλείου στη μέθοδο FSW.

2.5.1. Παράμετροι μεθόδου

Γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου είναι ο σημαντικότερος παράγοντας επιρροής στην εξέλιξη της διαδικασίας FSP, διότι παίζει βασικό ρόλο στη ροή υλικού. Ένα εργαλείο FSP αποτελείται από ένα περιουχένιο και έναν πείρο, όπως φαίνεται στο σχήμα 2.4. Όπως προαναφέρθηκε, το εργαλείο εκτελεί δύο βασικές λειτουργίες: (α) προσδίδει θερμότητα στο μέταλλο και (β) βοηθά στη ροή υλικού (ανάδευση). Στα πρώτα στάδια της διαδικασίας, όπου ο πείρος εισχωρεί στο υλικό, η θερμότητα προκύπτει ως αποτέλεσμα της τριβής ανάμεσα στον πείρο και το προς κατεργασία υλικό. Επιπρόσθετα, κάποια ποσότητα θερμότητας παράγεται λόγω πλαστικής παραμόρφωσης του υλικού. Ο πείρος εισχωρεί στο υλικό τόσο ώστε το περιουχένιο να ακουμπήσει την επιφάνεια του προς κατεργασία υλικού. Η τριβή που αναπτύσσεται μεταξύ του υλικού και του περιουχενίου προσδίδει το μεγαλύτερο ποσοστό θερμότητας σε σύγκριση με τις παραπάνω περιπτώσεις. Ανάλογα με τη γεωμετρία του πείρου και του περιουχενίου αναπτύσσονται διαφορετικά ποσά θερμότητας, γι' αυτό η γεωμετρία τους παίζει μεγάλο ρόλο. Το περιουχένιο, επίσης, αποτελεί έναν περιορισμό στον όγκο του υλικού που θερμαίνεται.

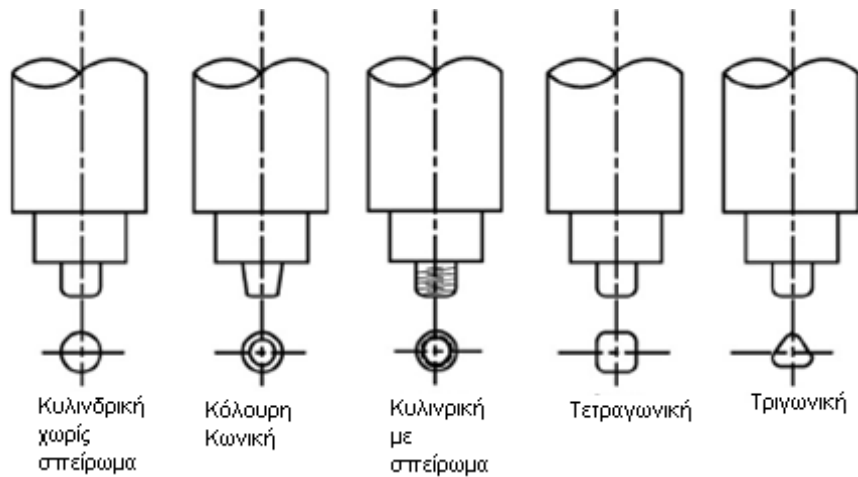
Εκτός από την πρόσδοση θερμότητας, η δεύτερη λειτουργία του εργαλείου είναι η ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Η ομοιομορφία της μικροδομής και οι ιδιότητές της καθώς και τα φορτία που θα δεχθεί το υλικό κατά τη διάρκεια της διαδικασίας, διέπονται από τη γεωμετρία του εργαλείου. Με την πάροδο του χρόνου και μέσα από την εμπειρία η γεωμετρία του εργαλείου αναπτύχθηκε σε πολύπλοκες μορφές, ανάλογα με τις ιδιότητες των προς κατεργασία υλικών, ώστε να επιτρέπουν τη ροή υλικού, την ανάμιξη υλικού και την μείωση των φορτίων που δέχονται εξωτερικά από το εργαλείο τα υλικά [20].



Σχήμα 2.4: (α) Διαστάσεις εργαλείου FSW και (β) Σχηματική αναπαράσταση αυτού.

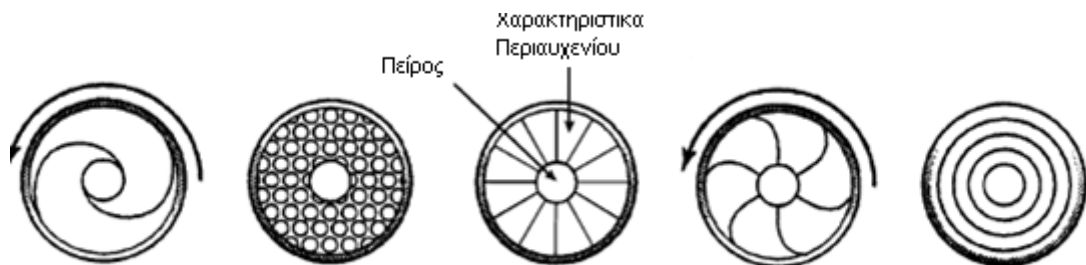
Στην γεωμετρία του εργαλείου σημαντικοί παράγοντες είναι ο σχεδιασμός αυλών (π.χ. αριθμός, βάθος, γωνία κώνου), η διάμετρος και η κωνικότητα του πείρου και το βήμα του σπειρώματος, αν υπάρχει, στον πείρο.

Το σχήμα της κεφαλής του πείρου μπορεί εκτός από κυλινδρικό να έχει και άλλες μορφές. Στο σχήμα 2.5 παρουσιάζονται κάποιες περιπτώσεις όπου η κεφαλή του πείρου μπορεί να είναι κυλινδρική χωρίς σπείρωμα, κολυρη κωνική, κυλινδρική με σπείρωμα, τετραγωνική, τριγωνική [24].



Σχήμα 2.5: Συνήθεις μορφές πείρων του εργαλείου συγκόλλησης: κυλινδρικός, κόλουρος κώνος, κυλινδρικός με σπείρωμα, τετραγωνικός, τριγωνικός.

Εκτός από τη γεωμετρία του πείρου, σημαντικός παράγοντας είναι και η γεωμετρία του περιαιχενίου. Η επιλογή κατάλληλου πείρου και περιαιχενίου εξαρτάται από τις ιδιότητες των υλικών που πρόκειται να κατεργαστούν. Στο σχήμα 2.6 φαίνονται κάποιοι τύποι περιαιχενίου, οι οποίοι βελτιώνουν την πρόσφυση του περιαιχενίου του εργαλείου με τα μέταλλα προς συγκόλληση εγκλωβίζοντας το αναδευμένο υλικό λόγω της ανομοιομόρφης επιφάνειάς τους [20].



Σχήμα 2.6: Συνήθεις γεωμετρίες περιαιχενίων.

Συνθήκες κατεργασίας

Για την συγκεκριμένη μέθοδο, εκτός από την γεωμετρία του εργαλείου, παίζει μεγάλο ρόλο η ταχύτητα περιστροφής του πείρου (ω , rpm), η φορά περιστροφής (δεξιόστροφα ή αριστερόστροφα) και η ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου (v , mm/min). Η περιστροφή του πείρου έχει ως αποτέλεσμα την ανάδευση και ανάμιξη του υλικού που βρίσκεται γύρω από τον

περιστρεφόμενο πείρο, ενώ ταυτόχρονα το υλικό που αναμιγνύεται μεταφέρεται πίσω από τον πείρο, στην αντίθετη κατεύθυνση κίνησής του, κι έτσι έρχεται εις πέρας η διαδικασία της κατεργασίας. Υψηλότερες ταχύτητες εργαλείου οδηγούν στην αύξηση της θερμοκρασίας λόγω παραγωγής περισσότερης θερμότητας δια τριβή και έχουν ως αποτέλεσμα πιο έντονο βαθμό ανάδευσης και ανάμιξης του υλικού. Άλλος ένας σημαντικός παράγοντας είναι η κλίση του πείρου σε σχέση με την επιφάνεια του δοκιμίου, καθώς και το βάθος εισχώρησης [20].

Κάποιες φορές χρειάζεται προθέρμανση ή ψύξη του υλικού. Στην περίπτωση υλικού με υψηλό σημείο τήξης, όπως το τιτάνιο και ο χάλυβας, ή υλικού με υψηλή αγωγιμότητα, όπως ο χαλκός, η θερμότητα που παράγεται από την τριβή και ανάδευση του υλικού μπορεί να μην επαρκεί για να μαλακώσει το υλικό και να επέλθει η πλαστική του παραμόρφωση, οπότε με κάποιο τρόπο πρέπει να προσδοθεί περαιτέρω θερμότητα. Στην περίπτωση υλικών με χαμηλότερο σημείο τήξης, όπως το αλουμίνιο και το μαγνήσιο, μπορεί να εφαρμοστεί ψύξη προκειμένου να μειωθεί η υπερβολική αύξηση των ανακρυσταλλωμένων κόκκων και η διάλυση των κατακρημνισμάτων που προσδίδουν σκληρότητα μέσα και γύρω από τη ζώνη ανάδευσης [20].

2.5.2 Μικροδομή

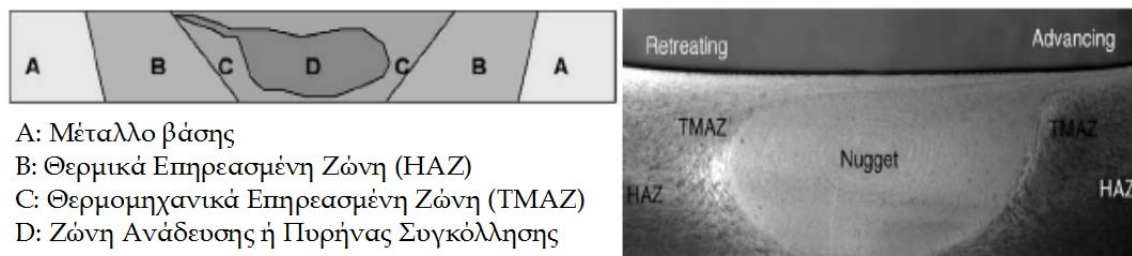
Όπως αναφέρθηκε, η μέθοδος FSP έχει ως αποτέλεσμα την πλαστική παραμόρφωση του υλικού γύρω από το περιστρεφόμενο εργαλείο και την παραγωγή θερμότητας δια τριβής από την σχετική κίνηση εργαλείου-μετάλλων. Οι δύο παραπάνω παράγοντες συνεισφέρουν στην αύξηση της θερμοκρασίας στην περιοχή της κατεργασίας και γύρω από αυτή που με τη σειρά της επηρεάζει τη μικροδομή των υλικών, δηλαδή το μέγεθος κόκκων, τη μορφολογία των ορίων των κόκκων, τη διάλυση των κατακρημνισμάτων και τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού στην περιοχή της κατεργασίας γενικότερα [20].

Η συμβολή υψηλής θερμοκρασίας και έντονης πλαστικής παραμόρφωσης του υλικού στη ζώνη ανάδευσης έχει σαν αποτέλεσμα την ανακρυστάλλωση

των κόκκων στην περιοχή ανάδευσης και τη διάλυση και επανασχηματισμό κατακρημνισμάτων στην περιοχή μέσα και εκατέρωθεν της ζώνης ανάδευσης. Βάσει, λοιπόν, της μικροδομής των κόκκων και των κατακρημνισμάτων διακρίνονται τρεις βασικές ζώνες:

- i. Η Ζώνη Ανάδευσης (Stirred Zone-Weld Nugget)
- ii. Η Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (Thermo-mechanically Affected Zone-TMAZ)
- iii. Η Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (Heat Affected Zone-HAZ)

Οι διαφορετικές δομές στις ζώνες αυτές έχουν επιρροή στις μηχανικές ιδιότητες του υλικού [20].



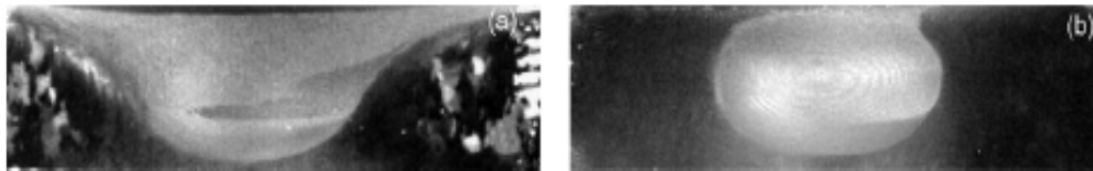
Σχήμα 2.7: Τυπική δομή των ζωνών της κατεργασίας.

Ζώνη ανάδευσης (Stirred Zone - weld nugget)

Η έντονη πλαστική παραμόρφωση και η θερμότητα δια τριβής έχουν σαν αποτέλεσμα τη δημιουργία λεπτόκοκκης δομής στο εσωτερικό της ζώνης ανάδευσης. Η ζώνη αυτή συχνά αναφέρεται και ως «πυρήνας» ή «δυναμικά ανακρυσταλλωμένη ζώνη» (Dynamically Recrystallized Zone, DXZ). Ο πυρήνας συγκόλλησης έχει μέγιστο πλάτος ίσο με τη διάμετρο του περιουχενίου και μέγιστο ύψος περίπου ίσο με το μήκος του πείρου. Όπως φαίνεται και στο σχήμα 2.8(b) στον πυρήνα παρατηρείται σχηματισμός δακτυλίων. Οι Rhodes et al. και Liu et al. υποστηρίζουν ότι στο εσωτερικό των ανακρυσταλλωμένων κόκκων συνήθως υπάρχει μικρή συσσώρευση παραμορφώσεων [29,30]. Από την άλλη, οι Jata et al. υποστηρίζουν ότι στο εσωτερικό αυτών των κόκκων μπορεί να περικλείονται μικρότεροι κόκκοι και ότι υπάρχει συσσώρευση παραμορφώσεων [31].

Ο πυρήνας μπορεί να έχει διάφορους σχηματισμούς ανάλογα με τις παραμέτρους της διαδικασίας, τη γεωμετρία εργαλείου, τη θερμοκρασία και θερμική αγωγιμότητα των μετάλλων. Οι δύο βασικοί τύποι είναι οι εξής:

- a) «Πεπλατυμένο σχήμα» (“Basin shape”) όπου πλαταίνει προς τα πάνω
- b) Ελλειπτικό σχήμα [20]



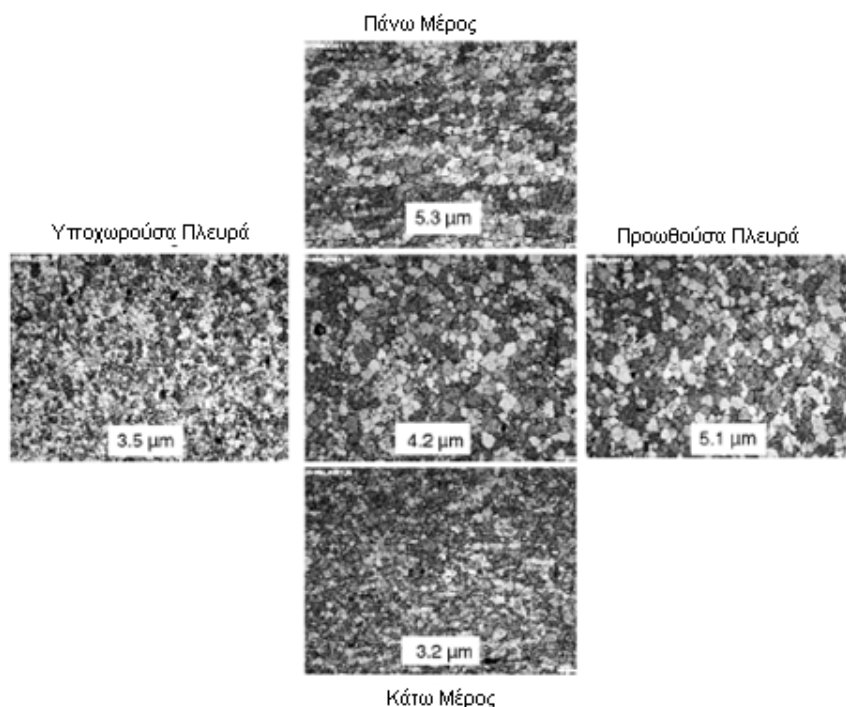
Σχήμα 2.8: (a) Πυρήνας σχήματος «λεκάνης» (300rpm, 51mm/min) και (b) ελλειπτικός πυρήνας (900rpm, 203 mm/min) για το κράμα AA7075-T651 [19].

Οι Sato et al. παρατήρησαν τον σχηματισμό τύπου «λεκάνης» για την περιοχή του πυρήνα σε πλάκες κράματος αλουμινίου AA6063-T5. Υποστήριξαν ότι ο σχηματισμός αυτός προκύπτει λόγω υπερβολικής θερμότητας δια τριβής και πλαστικής παραμόρφωσης που υφίσταται η επιφάνεια αυτή από την σχετική κίνηση του εργαλείου [32]. Από την άλλη, οι Rhodes et al. και Mahoney et al. παρατήρησαν τον σχηματισμό ελλειπτικής δομής πυρήνα στο κράμα αλουμινίου AA7075-T651 [29,33]. Σχετική έρευνα έδειξε ότι για μικρές ταχύτητες περιστροφής πείρου 300-500 rpm έχουν σαν αποτέλεσμα κυρίως σχηματισμό «λεκάνης» στον πυρήνα, ενώ ταχύτητες της τάξης των 700rpm και άνω έχουν σαν αποτέλεσμα τον σχηματισμό ελλειπτικής δομής πυρήνα. Αυτό δείχνει πόσο σημαντικές είναι οι παράμετροι συγκόλλησης για τις ιδιότητες του υλικού [20].

Το μέγεθος των κόκκων έχει να κάνει με τη γεωμετρία του εργαλείου, τη σύσταση και θερμοκρασία των μετάλλων, την κάθετη πίεση και τελικά με την ύπαρξη εξωτερικής πηγής ψύξης. Εξαιρετικά λεπτόκοκκη δομή επιτυγχάνεται μέσα από συγκεκριμένες διαδικασίες και παραμέτρους. Το μέγεθος των κόκκων τείνει να αυξηθεί στην κορυφή της επιφάνειας κατεργασίας, ενώ τείνει να μειωθεί στο κάτω μέρος στην περιοχή του πυρήνα. Αυτό οφείλεται στην κατανομή της θερμοκρασίας κάθετα στην περιοχή του πυρήνα. Ενδεικτικά αναφέρεται, ότι οι Mahoney et al. ανέφεραν μία διαφοροποίηση στο μέγεθος των κόκκων από πάνω προς τα κάτω και από την

προωθούσα προς την υποχωρούσα πλευρά. Στο σχήμα 2.9 παρατηρούνται οι διαφοροποιήσεις αυτές στη μικροδομή της περιοχής του πυρήνα σε κράμα αλουμινίου AA7050. Στο κάτω μέρος της περιοχής του πυρήνα ο μέσος όρος διαμέτρου των κόκκων είναι 3,2 μm , στην κορυφή 5,3 μm , στην υποχωρούσα πλευρά 3,5 μm και στην προωθούσα πλευρά 5,1 μm [29].

Στη ζώνη ανάδευσης αναπτύσσονται θερμοκρασίες της τάξεως 400-550°C. Σε τέτοιες θερμοκρασίες είναι δυνατόν να διαλυθούν πλήρως τα κατακρημνίσματα στα κράματα αλουμινίου και να επανασχηματιστούν ή να σχηματιστούν κατακρημνίσματα διαφορετικής σύστασης [20]. Οι Sato et al. παρατήρησαν ότι στο κράμα αλουμινίου AA6063-T5 δεν υπήρχαν κατακρημνίσματα στην περιοχή του πυρήνα, πράγμα που σημαίνει ολοκληρωτική διάλυσή τους στη μήτρα αλουμινίου [31]. Το ίδιο παρατηρήθηκε και για τα κράματα αλουμινίου AA6013-T4, AA6013-T6 [34] και AA7075-T7451 [29]. Τελικά στον πυρήνα συνολικά μπορεί να συμβαίνει είτε διάλυση των κατακρημνισμάτων είτε διάλυση και ανασχηματισμός αυτών, προσδίδοντας σκληρότητα στα υλικά.



Σχήμα 2.9: Μέγεθος κόκκων στον πυρήνα του κράματος AA7050 [20].

Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (TMAZ)

Ανάμεσα στον πυρήνα και το υπόλοιπο μέταλλο οριοθετείται η Θερμομηχανικά Επηρεασμένη Ζώνη (Thermo-mechanically affected zone, TMAZ). Στην περιοχή αυτή, το υλικό επηρεάζεται από την θερμότητα που αναπτύσσεται στη ζώνη ανάδευσης αλλά και από την παραμόρφωση του και η δομή της χαρακτηρίζεται από μεγάλο βαθμό παραμόρφωσης. Οι κόκκοι του μετάλλου επιμηκώνονται, δηλαδή παραμορφώνονται, ακολουθώντας την ροή υλικού του πυρήνα. Παρόλο όμως που και σε αυτήν την περιοχή συμβαίνει παραμόρφωση, δεν συμβαίνει ανακρυστάλλωση των κόκκων λόγω ελλιπούς τάσης παραμόρφωσης. Ωστόσο παρατηρείται διάλυση ενός μικρού ποσοστού κατακρημνισμάτων, λόγω της έκθεσης της περιοχής στην υψηλή θερμοκρασία που αναπτύσσεται στη ζώνη ανάδευσης [20].

Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (HAZ)

Η Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (Heat-affected zone - HAZ) βρίσκεται μετά από την θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ). Στην περιοχή αυτή λαμβάνουν χώρα θερμικοί κύκλοι, οι οποίοι δεν οδηγούν τελικά σε πλαστική παραμόρφωση. Η ζώνη αυτή εκτίθεται συνήθως σε θερμοκρασίες λίγο πάνω από τους 250°C για τα κράματα αλουμινίου θερμικής επεξεργασίας. Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη παρουσιάζει την ίδια δομή κόκκων με το βασικό μέταλλο, με τη διαφορά ότι λόγω αυξημένης θερμοκρασίας που δέχεται η περιοχή σε σχέση με το υπόλοιπο μέταλλο, επηρεάζεται η δομή των κατακρημνισμάτων [20].

2.6 Σύνθετα υλικά [35]

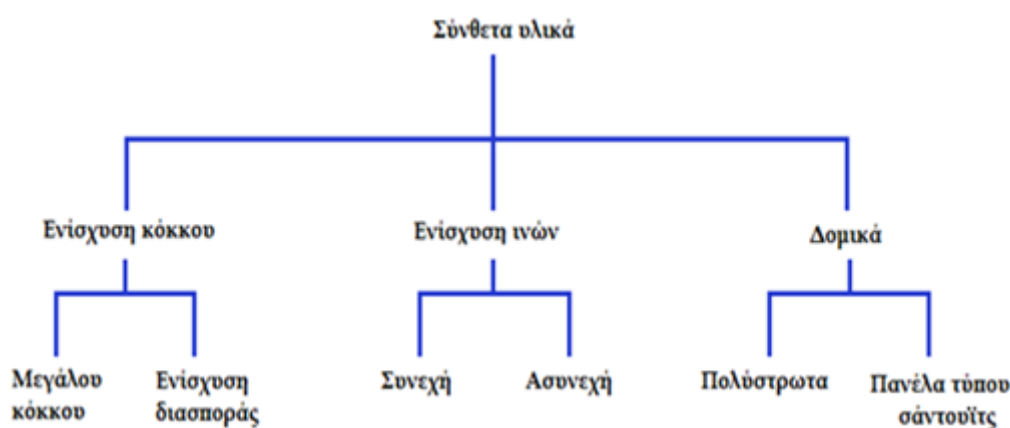
Ένα σύνθετο υλικό στην παρούσα θεώρηση είναι ένα πολυφασικό υλικό το οποίο παρασκευάζεται τεχνητά εν αντιθέσει με εκείνα τα οποία συναντώνται στην φύση ή σχηματίζονται με φυσικό τρόπο. Επιπρόσθετα, η συνιστώσες φάσεις πρέπει να είναι χημικά ανόμοιες και να διαχωρίζονται με διακριτή επιφάνεια. Έτσι πολλά κράματα μετάλλων και πολλά κεραμικά δεν

συγκαταλέγονται σε αυτόν τον ορισμό διότι οι πολλαπλές φάσεις σχηματίζονται ως αποτέλεσμα φυσικών φαινομένων.

Για να σχεδιάσουν σύνθετα υλικά, οι επιστήμονες και οι μηχανικοί έχουν συνδυάσει με ιδιοφυή τρόπο διάφορα μέταλλα, κεραμικά και πολυμερή για να παράγουν μια νέα γενεά υλικών. Τα περισσότερα σύνθετα υλικά έχουν δημιουργηθεί για να βελτιωθούν οι συνδυασμοί των μηχανικών χαρακτηριστικών των υλικών όπως η δυσκαμψία, η δυσθραυστότητα αλλά και η αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες αλλά και σε θερμοκρασίες περιβάλλοντος.

Πολλά σύνθετα υλικά αποτελούνται από δύο φάσεις. Η μια από αυτές ονομάζεται μήτρα η οποία είναι συνεχής και περιβάλλει την άλλη φάση η οποία ονομάζεται διασπαρμένη φάση. Οι ιδιότητες των σύνθετων υλικών είναι συνάρτηση των ιδιοτήτων των συνιστωσών τους φάσεων, των σχετικών ποσών και της γεωμετρίας της διασπαρμένης φάσης. η γεωμετρία της διασπαρμένης φάσης σε αυτό το πλαίσιο σημαίνει το σχήμα των κόκκων και το μέγεθος των κόκκων, την κατανομή και τον προσανατολισμό τους.

Ένας απλός τρόπος για την ταξινόμηση των σύνθετων υλικών φαίνεται στο σχήμα 2.10 και αποτελείται από τρεις κατηγορίες: ενίσχυση κόκκων, ενίσχυση ινών και δομικά σύνθετα υλικά.



Σχήμα 2.10: Σχηματική ταξινόμηση των διαφόρων ειδών των σύνθετων υλικών

2.6.1 Σύνθετα υλικά με ενίσχυση σωματιδίων

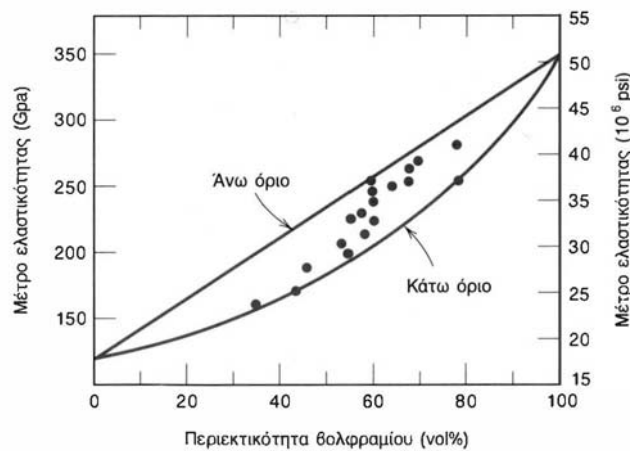
Όπως φαίνεται στο σχήμα 2.10, τα σύνθετα υλικά ενίσχυσης μεγάλων κόκκων και εκείνα της ενίσχυσης με διασποράς είναι δύο υποδιαιρέσεις των κοκκωδών σύνθετων υλικών. Η διάκριση μεταξύ αυτών γίνεται με βάση το ενισχυτικό υλικό ή το μηχανισμό ενίσχυσης. Ο όρος «μεγάλος» χρησιμοποιείται για να υποδείξει ότι οι αλληλεπιδράσεις μεταξύ κόκκου και μήτρας δεν μπορούν να αναλυθούν σε ατομικό ή μοριακό επίπεδο και χρησιμοποιείται κατά προτίμηση η μηχανική του συνεχούς μέσου. Για τα περισσότερα από αυτά τα σύνθετα υλικά, η κοκκώδης φάση είναι σκληρότερη και δυσκαμπότερη από τη μήτρα. Οι κόκκοι ενίσχυσης τείνουν να εμποδίσουν την κίνηση της μητρικής φάσης στη γειτνίαση του καθενός κόκκου. Στην ουσία, η μήτρα μεταφέρει μέρος της τάσης που εξασκείται στους κόκκους οι οποίοι με τη σειρά τους φέρουν ένα μέρος από το φορτίο. Ο βαθμός ενίσχυσης ή η βελτίωση της μηχανικής συμπεριφοράς εξαρτάται από την ισχύ του δεσμού στη διεπιφάνεια μεταξύ μήτρας και κόκκου.

Για ενίσχυση με διασπορά, οι κόκκοι είναι συνήθως πολύ μικρότεροι και έχουν διαμέτρους μεταξύ 0,01 και 0,1 μm (10 και 100nm). Οι αλληλεπιδράσεις μεταξύ κόκκου και μήτρας οι οποίες επιφέρουν ενίσχυση λαμβάνουν χώρα στο ατομικό ή στο μοριακό επίπεδο. Ο μηχανισμός ενίσχυσης είναι παρόμοιος με εκείνον της σκλήρυνσης με κατακρήμνιση. Ενώ η μήτρα φέρει το μεγαλύτερο μέρος του εφαρμοζόμενου φορτίου, οι διεσπαρμένοι κόκκοι εμποδίζουν ή παρακωλύουν την κίνηση των εξαναγκασμών. Έτσι, η πλαστική παραμόρφωση εμποδίζεται ούτως ώστε η αντοχή σε διαρροή και σε εφελκυσμό όπως επίσης και η σκληρότητα, να βελτιώνονται.

Σύνθετα υλικά με ενίσχυση μεγάλων σωματιδίων

Τα σωματίδια μπορούν να έχουν μία μεγάλη ποικιλία σχημάτων αλλά θα πρέπει να έχουν περίπου το ίδιο μέγεθος σε όλες τις διευθύνσεις (ισοαξονική). Για μία αποτελεσματική ενίσχυση οι κόκκοι θα πρέπει να είναι μικροί, και να κατανέμονται ομοιογενώς σε όλη την έκταση της μήτρας. Επιπρόσθετα, το κλάσμα όγκου των δύο φάσεων επηρεάζει τη συμπεριφορά του συνθέτου. Οι μηχανικές ιδιότητες ενισχύονται με την αύξηση της περιεκτικότητας των σωματιδίων. Δύο μαθηματικές εκφράσεις έχουν διατυπωθεί για την εξάρτηση του μέτρου ελαστικότητας από το κλάσμα όγκου των αποτελούμενων φάσεων για διφασικά σύνθετα υλικά. Αυτές οι εξισώσεις του κανόνα των μιγμάτων προβλέπουν ότι το μέτρο ελαστικότητας πρέπει να βρίσκεται μεταξύ ενός άνω ορίου που περιγράφεται από τη σχέση:

$$E_c(u) = E_m V_m + E_p V_p \quad (2.2)$$



Σχήμα 2.11: Το μέτρο ελαστικότητας συναρτήσει του % ποσοστού κατ' όγκο σε βορφαμίο για ένα σύνθετο υλικό από σωματίδια βορφαμιού διεσπαρμένα σε μήτρα χαλκού. Τα άνω και κάτω όρια είναι σύμφωνα με τις Εξισώσεις 2.1 και 2.2. Περιλαμβάνονται τα σημεία των δεδομένων.

και ενός κάτω ορίου που περιγράφεται από:

$$E_c(l) = \frac{E_m E_p}{V_m E_p + V_p E_m} \quad (2.3)$$

Σε αυτές τις εκφράσεις E και V δηλώνουν το μέτρο ελαστικότητας και το κλάσμα όγκου αντίστοιχα ενώ οι δείκτες c , m και p αναφέρονται στο σύνθετο υλικό, στη μήτρα και στις κοκκώδεις φάσεις. Στο σχήμα 2.11 διαφαίνεται το άνω και κάτω όριο E_c συναρτήσει του V_p για ένα σύνθετο υλικό χαλκού - βολφραμίου στο οποίο το βολφράμιο είναι η κοκκώδης φάση. Τα πειραματικά αποτελέσματα βρίσκονται μεταξύ των δύο καμπυλών.

Σύνθετα υλικά με ενίσχυση διασποράς

Τα μέταλλα και τα κράματα μετάλλων μπορούν να ενισχυθούν και να σκληρυνθούν με την ομοιόμορφη διασπορά λεπτόκοκκων σωματιδίων ενός πολύ σκληρού και αδρανούς υλικού περιεκτικότητας μερικών εκατοστών κατ' όγκο. Η διεσπαρμένη φάση μπορεί να είναι μεταλλική ή μη μεταλλική: συνήθως χρησιμοποιούνται οξειδία υλικών. Ο μηχανισμός ενίσχυσης έχει να κάνει πάλι με την αλληλεπίδραση μεταξύ των σωματιδίων και των διαταραχών εντός της μήτρας, όπως στην περίπτωση της σκλήρυνσης με κατακρήμνιση. Το φαινόμενο ενίσχυσης με διασπορά δεν είναι τόσο ισχυρό όπως είναι η σκλήρυνση με κατακρήμνιση. Ωστόσο η ενίσχυση διατηρείται ακόμη και σε υψηλές θερμοκρασίες και για μεγάλες χρονικές περιόδους διότι τα διεσπαρμένα σωματίδια έχουν έτσι, επιλεχθεί ώστε να μην αντιδρούν με τη μητρική φάση. Στα κράματα τα οποία έχουν σκληρυνθεί με κατακρήμνιση η αύξηση της αντοχής μπορεί να εκλείψει κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας λόγω ανάπτυξης ή διάλυσης της φάσης κατακρήμνισης.

2.6.2 Σύνθετα υλικά μεταλλικής μήτρας

Ένας άλλος τρόπος για την ταξινόμηση των σύνθετων υλικών είναι με βάση τη μητρική φάση και αποτελείται από τρεις κατηγορίες: σύνθετα υλικά μεταλλικής μήτρας (ΣΥΜΜ), σύνθετα υλικά κεραμικής μήτρας (ΣΥΚΜ) και σύνθετα υλικά πολυμερούς μήτρας (ΣΥΠΜ).

Πιο συγκεκριμένα, στα σύνθετα υλικά μεταλλικής μήτρας (Metal Matrix Composites, MMC's), όπως φαίνεται και από το όνομα, η μήτρα είναι ένα όλκιμο μέταλλο. Αυτά τα υλικά μπορούν να χρησιμοποιηθούν σε

υψηλότερες θερμοκρασίες χρήσης από τα αντίστοιχα μέταλλα από τα οποία αποτελούνται. Επιπλέον, η φάση ενίσχυσης μπορεί να βελτιώσει την ειδική ακαμψία, την ειδική αντοχή, την αντίσταση στην εκτριβή, την αντίσταση στον ερπυσμό, τη θερμική αγωγιμότητα και την διαστατική σταθερότητα. Μερικά από τα πλεονεκτήματα αυτών των υλικών σε σύγκριση με τα σύνθετα υλικά πολυμερούς μήτρας είναι οι υψηλότερες θερμοκρασίες χρήσης, η μη ευφλεκτότητα και η μεγαλύτερη αντίσταση στην υποβάθμιση από οργανικά ρευστά.

Τα υπερκράματα όπως επίσης τα κράματα του αλουμινίου, μαγνησίου, τιτανίου και χαλκού χρησιμοποιούνται ως μητρικά υλικά. Η ενισχυτική φάση μπορεί να είναι σε μορφή κόκκων, συνεχών και ασυνεχών ινών και βελόνων. Οι συγκεντρώσεις συνήθως ποικίλουν μεταξύ 10 και 60% ανά όγκο.

Συνήθως η διαδικασία παραγωγής των σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας περιέχει δύο τουλάχιστον στάδια: ενσωμάτωση ή σύνθεση (π.χ. εισαγωγή του ενισχυτικού μέσου στη μήτρα), η οποία ακολουθείται από μια διαδικασία μορφοποίησης.

Πρόσφατα, μερικοί από τους παραγωγούς αυτοκινήτων έχουν εισάγει εξαρτήματα μηχανών τα οποία αποτελούνται από μια μήτρα κράματος αλουμινίου ενισχυμένου με ίνες οξειδίου του αλουμινίου και άνθρακα. Αυτό το σύνθετο είναι ελαφρύ στο βάρος και αντιστέκεται στη φθορά και στις θερμικές στρεβλώσεις. Δομικού χαρακτήρα αεροναυπηγικές εφαρμογές εμπεριέχουν προηγμένα σύνθετα υλικά τα οποία αποτελούνται από μεταλλική μήτρα κράματος αλουμινίου.

2.7 Μηχανισμοί ισχυροποίησης ^[36]

Οι διαταραχές κάτω από την επίδραση εξωτερικής διατμητικής τάσης ολισθαίνουν επάνω σε συγκεκριμένα κρυσταλλικά επίπεδα, τα οποία ονομάζονται επίπεδα ολίσθησης, με αποτέλεσμα την παραγωγή πλαστικής παραμόρφωσης στο υλικό. Η κρίσιμη τιμή της διατμητικής τάσης στην οποία ξεκινάει η ολίσθηση των διαταραχών είναι το όριο διαρροής μονοκρυστάλλου

σε διάτμηση, τ_o , το οποίο σχετίζεται άμεσα με το όριο διαρροής πολυκρυσταλλικού υλικού σε εφελκυσμό, σ_o , μέγεθος που καθορίζεται εύκολα πειραματικά μέσω της δοκιμής εφελκυσμού.

Η αντοχή των μεταλλικών υλικών, δηλαδή η αντίσταση που προβάλλουν στην πλαστική παραμόρφωση, μπορεί να αυξηθεί με την παρεμπόδιση της ολίσθησης των διαταραχών στους κρυστάλλους. Παρεμπόδιση στην ολίσθηση διαταραχών μπορούν να προβάλλουν διάφορα στοιχεία της μικροδομής του υλικού, όπως το κρυσταλλικό πλέγμα (πλεγματική αντίσταση), άλλες διαταραχές (κινητές ή ακίνητες), άτομα κραματικών στοιχείων (αντικατάστασης ή παρεμβολής), τα σύνορα κόκκων, καθώς και σωματίδια δευτερευουσών φάσεων. Καθένα από τα παραπάνω στοιχεία προβάλλει μία συγκεκριμένη ειδική αντίσταση στην ολίσθηση των διαταραχών και συνιστά έναν ξεχωριστό μηχανισμό ισχυροποίησης των μεταλλικών υλικών.

Οι βασικότεροι μηχανισμοί ισχυροποίησης των μεταλλικών υλικών είναι οι παρακάτω:

- i. Η πλεγματική αντίσταση, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλλει το ίδιο το κρυσταλλικό πλέγμα στην ολίσθηση διαταραχών μέσα σε αυτό. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από την πυκνότητα του επιπέδου και της διεύθυνσης ολίσθησης.
- ii. Η εργοσκήρυνση, που οφείλεται στη ραγδαία αύξηση της πυκνότητας των διαταραχών και στην αλληλεπίδραση μεταξύ τους με την αύξηση της πλαστικής παραμόρφωσης. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το ποσοστό πλαστικής παραμόρφωσης που έχει υποστεί το υλικό.
- iii. Η ισχυροποίηση λόγω δημιουργίας στερεού διαλύματος ή κραμάτωσης, που οφείλεται στην αλληλεπίδραση των διαταραχών με άτομα παρεμβολής ή αντικατάστασης. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από την περιεκτικότητα του κράματος στα διάφορα κραματικά στοιχεία.

- iv. Η ισχυροποίηση από σύνορα κόκκων, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλλουν τα σύνορα των κόκκων στην ολίσθηση των διαταραχών. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το μέγεθος των κόκκων.
- v. Ισχυροποίηση από κατακρήμνιση λόγω γήρανσης και διασπορά δευτερευουσών φάσεων, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλλουν σωματίδια άλλων φάσεων. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το κλάσμα όγκου και το μέσο μέγεθος των σωματιδίων των δευτερευουσών φάσεων.

Σε οποιοδήποτε κραματικό σύστημα είναι δυνατόν να λειτουργεί ένας ή περισσότεροι από τους παραπάνω μηχανισμούς ισχυροποίησης. Η σύγχρονη φιλοσοφία στο σχεδιασμό κραμάτων (alloy design) είναι η ταυτόχρονη χρήση διαφόρων μηχανισμών ισχυροποίησης για τη διαμόρφωση της συνολικής αντοχής του κράματος.

2.7.1 Εργοσκλήρυνση

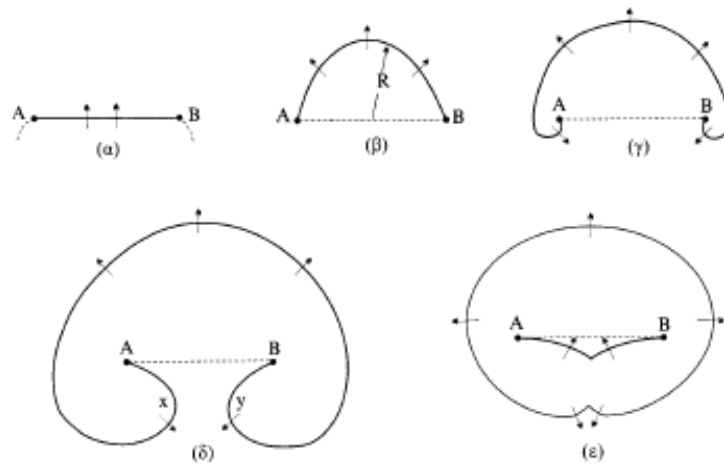
Όταν ένα μέταλλο υφίσταται πλαστική παραμόρφωση η αντίσταση που προβάλλει σε περαιτέρω πλαστική παραμόρφωση αυξάνεται. Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται εργοσκλήρυνση (work-hardening ή strain-hardening). Κατά τη διάρκεια της πλαστικής παραμόρφωσης μεταβάλλεται τόσο η πυκνότητα όσο και η κατανομή των κινητών διαταραχών. Η πυκνότητα των διαταραχών αυξάνεται μέσω της ενεργοποίησης μηχανισμών πολλαπλασιασμού των διαταραχών, οι οποίες ονομάζονται πηγές διαταραχών. Η αλληλεπίδραση και οι αντιδράσεις μεταξύ διαταραχών οδηγούν σε μείωση της πυκνότητας των κινητών διαταραχών, δηλαδή αυτών που συνεισφέρουν στην συνολική πλαστική παραμόρφωση του μετάλλου. Για να συνεχιστεί η πλαστική παραμόρφωση απαιτείται μεγαλύτερη τάση και έτσι προκύπτει η εργοσκλήρυνση. Η πυκνότητα και η κατανομή των διαταραχών εξαρτώνται από πολλούς παράγοντες, όπως το είδος της κρυσταλλικής δομής, η θερμοκρασία και η ταχύτητα παραμόρφωσης. Το φαινόμενο της

εργοσκληρυνσης είναι σύνθετο και δεν έχει αναπτυχθεί ακόμη μια ενιαία θεωρία που να το περιγράφει επακριβώς.

2.7.2 Πολλαπλασιασμός διαταραχών

Η πυκνότητα διαταραχών σε έναν μεταλλικό κρύσταλλο που έχει ανοιπηθεί για επαρκή χρόνο είναι της τάξεως των 10^6 mm/mm³. Παραμορφώνοντας πλαστικά τον κρύσταλλο η τιμή αυτή αυξάνεται σημαντικά και μπορεί να φτάσει μέχρι και 10^9 mm/mm³. Αυτό σημαίνει ότι κατά τη διάρκεια της πλαστικής παραμόρφωσης οι διαταραχές πολλαπλασιάζονται με κάποιο τρόπο, δημιουργούνται δηλαδή συνεχώς νέες διαταραχές.

Ο πιο γνωστός μηχανισμός πολλαπλασιασμού διαταραχών είναι η πηγή Frank - Reed (Σχ. 2.12). Σύμφωνα με το μηχανισμό αυτό, ένα τμήμα διαταραχής AB μήκους L καμπυλώνεται με την εφαρμογή μιας διατμητικής τάσεως τ . Καθώς η ακτίνα καμπυλότητας R μειώνεται, η απαιτούμενη τάση για περαιτέρω καμπύλωση αυξάνεται. Η τάση που απαιτείται για να αποκτήσει η διαταραχή ημικυκλικό σχήμα με $R = L/2$, είναι η μέγιστη τάση $\tau = (G \cdot b)/L$, όπου G το μέτρο διάτμησης του υλικού και b το διάνυσμα Burgers της διαταραχής. Με περαιτέρω εφαρμογή της διατμητικής τάσης η διαταραχή καμπυλώνεται με μεγαλύτερο R και σχηματίζει βρόγχο, αφού τα τμήματα x και y αλληλοεξουδετερώνονται όταν συναντηθούν επειδή κινούνται σε αντίθετες διευθύνσεις έχοντας το ίδιο διάνυσμα Burgers. Το αποτέλεσμα είναι ο σχηματισμός ενός βρόγχου διαταραχών (dislocation loop), ο οποίος συνεχίζει να διευρύνεται με την εφαρμογή της διατμητικής τάσης, ενώ απομένει ένα νέο τμήμα διαταραχής AB, το οποίο επαναλαμβάνει τη διαδικασία από την αρχή. Έτσι, η πηγή Frank - Reed εκπέμπει ουσιαστικά βρόγχους διαταραχών όταν ενεργοποιηθεί με διατμητική τάση $\tau = (G \cdot b)/L$. Τα σταθερά σημεία A και B είναι σημεία πάνω στα οποία η διαταραχή έχει ακινητοποιηθεί για κάποιο λόγο (π.χ. σκληρά σωματίδια ή άλλες διαταραχές).



Σχήμα 2.12: Πηγή πολλαπλασιασμού των διαταραχών σύμφωνα με το μοντέλο Frank - Reed.

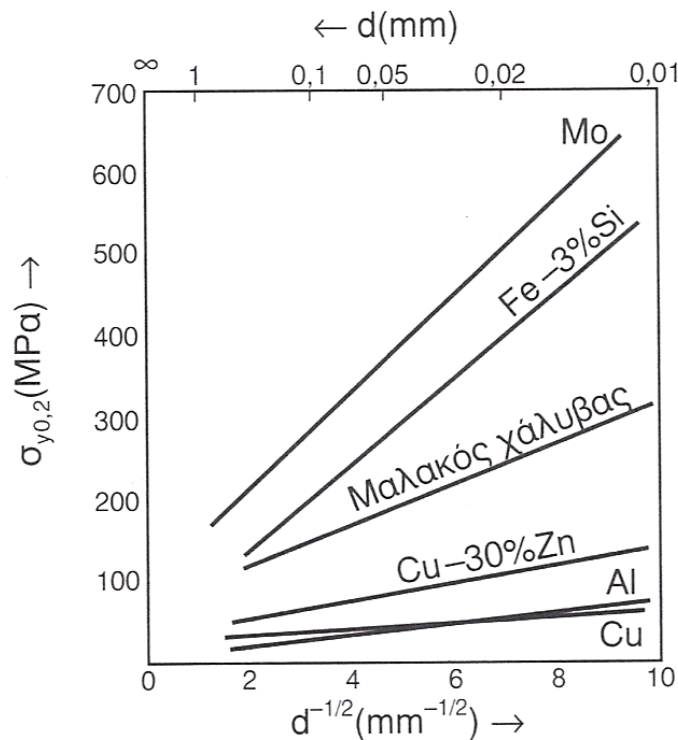
2.7.3 Ισχυροποίηση από σύνορα κόκκων

Τα σύνορα κόκκων παρεμποδίζουν την ολίσθηση των διαταραχών, αφού κατά μήκος των συνόρων αλλάζει ο προσανατολισμός των κρυσταλλικών επιπέδων από τον ένα κόκκο στον επόμενο. Το γεγονός αυτό οδηγεί σε εξάρτηση του (μακροσκοπικού) ορίου διαρροής σ_y από το μέγεθος των κόκκων, αφού ένα λεπτόκοκκο υλικό (δηλαδή με πολλούς και μικρούς σε μέγεθος κόκκους) περιέχει περισσότερα σύνορα.

Η σχέση μεταξύ ορίου διαρροής και μεγέθους κόκκων, γνωστή ως σχέση Hall - Petch, έχει ως εξής:

$$\sigma_y = \sigma_o + k_o \cdot \frac{1}{\sqrt{d}} \quad (2.4)$$

όπου d η μέση διάμετρος (μέγεθος) των κόκκων, k_o παράμετρος, η τιμή της οποίας εξαρτάται από το υλικό και σ_o η πλεγματική αντίσταση ή το όριο διαρροής μονοκρυστάλλου. Η σχέση Hall - Petch ακολουθείται από πολλά μέταλλα, όπως φαίνεται στο διάγραμμα του σχήματος 2.4.



Σχήμα 2.13: Μεταβολή του ορίου διαρροής σ_y διαφόρων μετάλλων και κραμάτων, σε συνάρτηση με τη μέση διάμετρο των κόκκων d , σύμφωνα με τη σχέση Hall-Petch [2].

Έχουν προταθεί διάφορες θεωρίες για την ερμηνεία της σχέσης Hall - Petch. Εδώ θα αναφερθούμε στην πιο αντιπροσωπευτική και θα θεωρήσουμε ότι μια πηγή Frank-Reed στον κόκκο 1 του σχήματος 2.14α εκπέμπει βρόγχους διαταραχών, οι οποίοι συσσωρεύονται σχηματίζοντας μία συστοιχία. Η πιο προωθημένη διαταραχή της συστοιχίας ακινητοποιείται μόλις φτάσει στο σύνορο του κόκκου 1. Η αλληλεπίδραση των τασικών πεδίων των διαταραχών της συστοιχίας οδηγεί σε συγκέντρωση τάσεως τ_s μπροστά από τη συστοιχία, (σχήμα 2.14β). Η τάση αυτή ισούται με:

$$\sigma_s = n \cdot \sigma_a \quad (2.5)$$

όπου n ο αριθμός διαταραχών της συστοιχίας και τ_a η ανηγμένη διατμητική τάση στο ενεργό επίπεδο ολίσθησης. Ο αριθμός διαταραχών της συστοιχίας είναι ανάλογος της εφαρμοζόμενης τάσης και του μήκους $L = d/2$:

$$n = \frac{L \cdot \tau_a}{G \cdot b} \pi(1 - \nu) \quad (2.6)$$

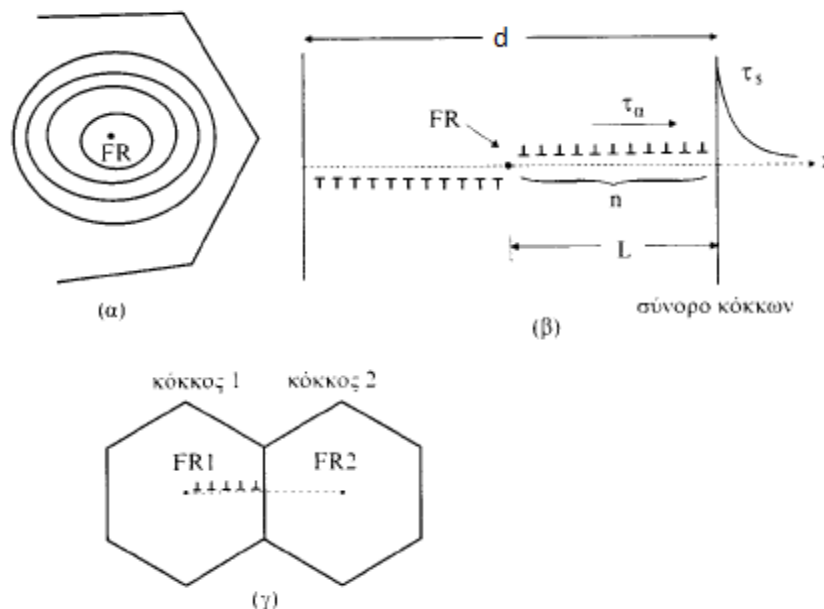
Από τις Εξισώσεις (2.5) και (2.6) προκύπτει ότι:

$$\tau_{\alpha} = \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_s}{\pi \cdot (1 - \nu)} \right]^{1/2} \cdot d^{-1/2} \quad (2.7)$$

Θεωρώντας ότι η πλαστική ροή μεταδίδεται από τον κόκκο 1 στον κόκκο 2 με την ενεργοποίηση μιας πηγής Frank-Reed στον κόκκο 2 (FR₂ στο σχήμα 2.14γ) από την τ_s θέτουμε σ_y = M τ_α, όπου M ο παράγοντας Taylor. Αν συμπεριλάβουμε και το όριο διαρροής του μονοκρυστάλλου σε διάτμηση ή την πλεγματική αντίσταση, τότε η εξίσωση (2.7) γίνεται:

$$\sigma_y = \sigma_o + M \cdot \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_s}{\pi \cdot (1 - \nu)} \right]^{1/2} \cdot d^{-1/2} \quad (2.8)$$

Θέτοντας ως k_o = M · [G·b·τ_s / π·(1-ν)]^{1/2} η εξίσωση (2.8) παίρνει την τελική μορφή της σχέσης Hall - Petch που είδαμε στην εξίσωση (2.4). Το k_o εξαρτάται από τη θερμοκρασία, λόγω της θερμοκρασιακής εξάρτησης του μέτρου διάτμησης G.



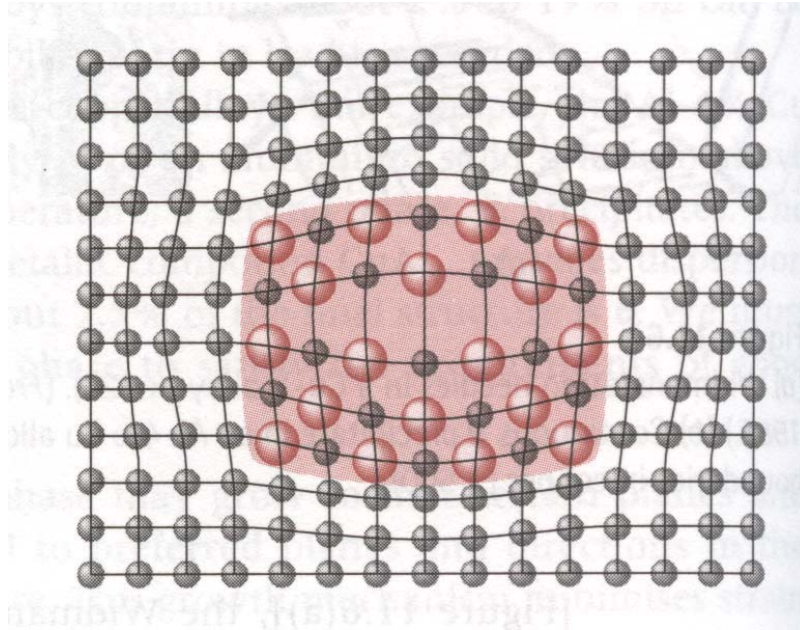
Σχήμα 2.14: Σχηματική αναπαράσταση ερμηνείας της σχέσης Hall - Petch [1].

2.7.4 Ισχυροποίηση από κατακρήμνιση λόγω γήρανσης και διασπορά δευτερευουσών φάσεων

Η κατακρήμνιση (precipitation) μιας δεύτερης φάσης από ένα υπέρκορο στερεό διάλυμα αποτελεί μια από τις πιο σημαντικές μεθόδους ισχυροποίησης των κραμάτων. Το κατακρήμνισμα της δεύτερης φάσεως, υπό τη μορφή διασποράς λεπτών σωματιδίων, παρεμποδίζει την ολίσθηση των διαταραχών και αυξάνει την αντοχή του κράματος. Η κατακρήμνιση είναι ένας διαχυτικός μετασχηματισμός φάσεων και πραγματοποιείται με διεργασίες πυρηνοποίησης και ανάπτυξης κόκκων, γνωστές από τη φυσική μεταλλουργία.

Ας υποθέσουμε ότι έχουμε ένα κράμα, η μικροδομή του οποίου αποτελείται από κόκκους της πρωτεύουσας φάσης (μήτρα), στο εσωτερικό των οποίων έχουμε δημιουργήσει τεχνητά (π.χ. με τη θερμική κατεργασία της γήρανσης) διασπορά σωματιδίων μίας δευτερεύουσας φάσης. Αν τα σωματίδια της δευτερεύουσας φάσης έχουν πλήρη συνοχή (coherency) με τη μήτρα, εάν δηλαδή τα κρυσταλλικά τους πλέγματα ταιριάζουν απόλυτα, τότε μία διαταραχή που ολισθαίνει σε ένα κρυσταλλικό επίπεδο της μήτρας μπορεί να διεισδύσει και να συνεχίσει την ολίσθησή της μέσα σε ένα σωματίδιο. Τα σωματίδια αυτά ονομάζονται διαπερατά (penetratable) ή διατμήσιμα (shearable). Αντίθετα, υπάρχουν δευτερεύουσες φάσεις τα σωματίδια των οποίων δεν παρουσιάζουν πλήρη συνοχή με τη μήτρα, με αποτέλεσμα οι διαταραχές να μην μπορούν να διεισδύσουν σε αυτά. Τα σωματίδια αυτά ονομάζονται μη διαπερατά (impenetratable) ή μη διατμήσιμα (non shearable).

Με βάση τα παραπάνω, είναι λογικό ότι ο μηχανισμός ισχυροποίησης εξαρτάται από το είδος των σωματιδίων. Λόγω των παραμορφώσεων συνοχής (coherency strains), τα διαπερατά σωματίδια αναπτύσσουν γύρω τους τασικά πεδία (Σχ. 2.15), τα οποία αλληλεπιδρούν με τα αντίστοιχα τασικά πεδία των διαταραχών και έτσι παρεμποδίζουν την ολίσθησή τους.



Σχήμα 2.15: Παραμόρφωση κρυσταλλικού πλέγματος που προκαλείται από σωματίδιο δευτερεύουσας φάσης σε πλήρη συνοχή με τη μήτρα.

Η ισχυροποίηση που προκύπτει με τον τρόπο αυτό ονομάζεται ισχυροποίηση συνοχής (coherency strengthening). Η αύξηση της μηχανικής αντοχής του κράματος που προκύπτει σε μια τέτοια περίπτωση ισούται με:

$$\Delta\tau = k_1 \cdot \sqrt{f \cdot r} \quad (2.9)$$

όπου, $\Delta\tau$ η αύξηση της ανηγμένης διατμητικής τάσης στο ενεργό επίπεδο ολίσθησης, που απαιτείται για να ολισθήσει η διαταραχή μέσα από το σωματίδιο και να συνεχίσει την πορεία της μέσα στη μήτρα, k_1 μία σταθερά, f το κλάσμα όγκου της δευτερεύουσας φάσης στη μικροδομή (δηλαδή ο όγκος των σωματιδίων δια τον συνολικό όγκο του κράματος) και r το μέσο μέγεθος (δηλαδή η ακτίνα, αν είναι σφαιρικά) των σωματιδίων.

Στην περίπτωση των μη διαπερατών σωματιδίων, η γραμμοαταξία “αγκιστρώνεται” επάνω στα σωματίδια και αρχίζει να καμπυλώνεται ανάμεσα από αυτά. Έτσι, ένα ζεύγος σωματιδίων λειτουργεί σαν μια πηγή Frank-Reed. Η μέγιστη διατμητική τάση που απαιτείται για να διαφύγει η γραμμοαταξία ανάμεσα από τα σωματίδια και να συνεχίσει να ολισθαίνει ισούται με:

$$T_{max} = \frac{G * b}{L} \quad (2.10)$$

όπου, L: η απόσταση ανάμεσα στα σωματίδια (Σχ. 2.16).

Η εξίσωση 2.10 δείχνει ότι, όσο μικρότερη είναι η απόσταση μεταξύ των σωματιδίων, δηλαδή όσο μικρότερο είναι το L, τόσο μεγαλύτερη διατμητική τάση απαιτείται για να συνεχιστεί η ολίσθηση της διαταραχής.

Καθώς η διαταραχή ολισθαίνει και συναντά μία σειρά σωματιδίων, αρχίζει να καμπυλώνεται σημαντικά με αποτέλεσμα στα σημεία A και B του σχήματος 2.16 τα τμήματα της διαταραχής να αλληλοεξουδετερώνονται επειδή έχουν αντίθετο πρόσημο. Με τον τρόπο αυτό σχηματίζονται βρόγχοι διαταραχών γύρω από τα μη διαπερατά σωματίδια. Ο συγκεκριμένος μηχανισμός υπέρβασης των μη διαπερατών σωματιδίων ονομάζεται μηχανισμός Orowan. Η δημιουργία των βρόγχων μειώνει την “ελεύθερη” απόσταση μεταξύ των σωματιδίων και έτσι η απαιτούμενη διατμητική τάση της εξίσωσης 2.10 συνεχώς αυξάνεται, γεγονός που οδηγεί σε εργοσκλήρυνση. Η αύξηση της αντοχής που προκύπτει από τον μηχανισμό Orowan ισούται με:

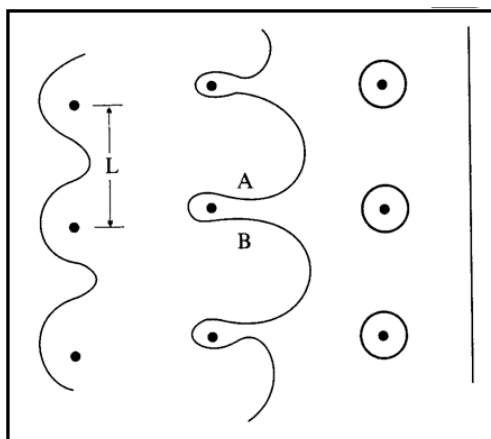
$$\Delta\tau = k_3 \frac{\sqrt{f}}{r} \quad (2.11)$$

όπου, k_3 : μία σταθερά

f: το κλάσμα όγκου και

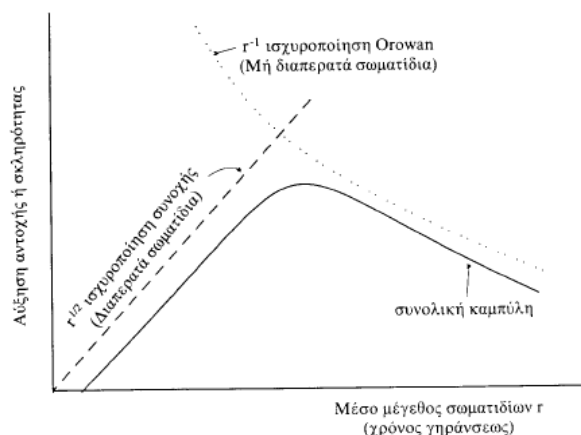
r: το μέσο μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης

Η εξίσωση 2.11 δείχνει ότι η αύξηση της αντοχής είναι μεγαλύτερη, όσο πιο μικρά είναι τα σωματίδια ενίσχυσης (δηλ. μικρό r), για ένα δεδομένο f. Η παρατήρηση αυτή, σε συνδυασμό με την Εξ. 2.10, δείχνει ότι για να επιτύχουμε όσο το δυνατόν μεγαλύτερη ισχυροποίηση του κράματος, θα πρέπει να δημιουργήσουμε μία διασπορά μικρών (λεπτών) σωματιδίων σε μικρή απόσταση μεταξύ τους.



Σχήμα 2.16: Σχηματική απεικόνιση του μηχανισμού Orowan

Με βάση τις παραπάνω παρατηρήσεις διαπιστώνουμε ότι όταν έχουμε μη διαπερατά σωματίδια, η αύξηση της αντοχής του κράματος αυξάνεται με μείωση του μεγέθους των σωματιδίων. Αντίθετα, όταν έχουμε διαπερατά σωματίδια, η αύξηση της αντοχής μειώνεται με μείωση του μεγέθους των σωματιδίων. Το διάγραμμα του σχήματος 2.17 δείχνει την αύξηση της αντοχής ενός κράματος που περιέχει τόσο διαπερατά, όσο και μη διαπερατά σωματίδια, σαν συνάρτηση του μεγέθους των σωματιδίων αυτών. Όπως φαίνεται, υπάρχει μία τιμή μεγέθους σωματιδίων στην οποία η συνολική καμπύλη αύξησης της αντοχής παρουσιάζει ένα μέγιστο. Συνήθως, στις θερμικές κατεργασίες γήρανσης προσπαθούμε να επιτύχουμε το βέλτιστο μέγεθος σωματιδίων, που αντιστοιχεί στην μέγιστη αύξηση αντοχής, επιλέγοντας κατάλληλα τη χρονική διάρκεια της θερμικής κατεργασίας.



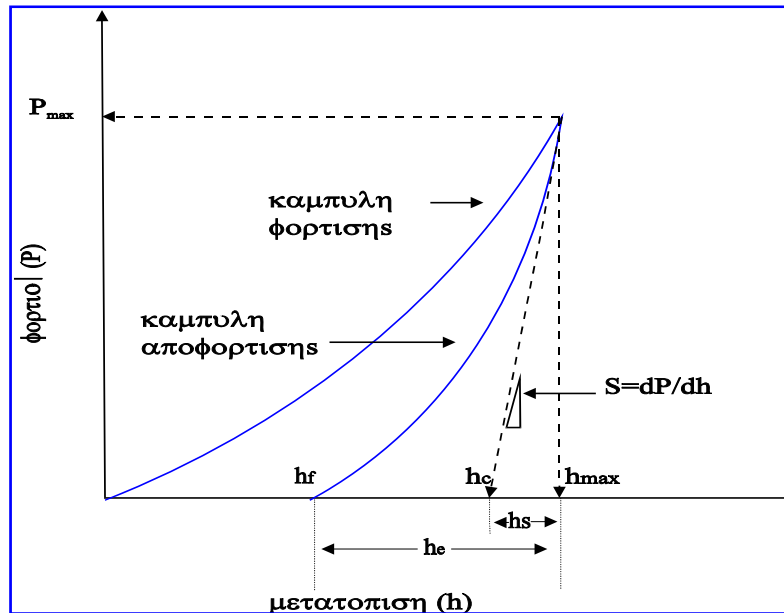
Σχήμα 2.17: Διάγραμμα στο οποίο απεικονίζεται η αύξηση της αντοχής ενός κράματος που περιέχει τόσο διαπερατά, όσο και μη διαπερατά σωματίδια, σαν συνάρτηση του μεγέθους των σωματιδίων αυτών.

2.8 Νανομηχανικές ιδιότητες ^[37,38]

2.8.1 Νανοσκληρότητα

Οι διάφορες τεχνικές μέτρησης σκληρότητας βασίζονται σε συγκεκριμένους κανόνες διεξαγωγής μετρήσεων (όπως Vickers, Κνοορ, Brinell και Rockwell). Εκτός από την τελευταία όλες οι υπόλοιπες ορίζουν τη σκληρότητα ως το λόγο φορτίου F που εφαρμόζεται προς την επιφάνεια του αποτυπώματος A . Η επιφάνεια του αποτυπώματος συνήθως υπολογίζεται μέσω οπτικής μικροσκοπίας ενώ η τιμή της σκληρότητας που προκύπτει βασίζεται στο αποτύπωμα που δημιουργείται. Το μειονέκτημα που προκύπτει έγκειται στο ποσοστό ακριβούς μέτρησης της επιφάνειας του αποτυπώματος [39].

Μία νέα τεχνική βασισμένη στην ανίχνευση του βάθους διείδυσης του εντυπωτή (Nanoindentation) αναπτύχθηκε προκειμένου να υπολογίζονται με μεγαλύτερη ακρίβεια οι τιμές σκληρότητας και οι μηχανικές ιδιότητες υλικών, όπως τα λεπτά υμένια, όπου ο υπολογισμός επιφάνειας αποτυπώματος είναι δύσκολος. Η βασική αρχή της τεχνικής αυτής είναι η εφαρμογή φορτίου στο δείγμα (μέσω ενός εντυπωτή) και παράλληλη καταγραφή της μετατόπισης που προκαλείται σε αυτό. Το αποτέλεσμα αποτυπώνεται σε καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης, από τις οποίες προκύπτουν πληροφορίες για τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού που εξετάζεται, όπως το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα. Τα φορτία που επιτυγχάνονται πλέον είναι της τάξεως των nN. Σύμφωνα με την τεχνική αυτή, το βάθος και η δύναμη καταγράφονται ταυτόχρονα σε έναν κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης. Η επιφάνεια που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της σκληρότητας υπολογίζεται από το βάθος επαφής ^[40,41,42].



Σχήμα 2.18: Καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης σε συμβατικό πείραμα νανοσκληρομέτρησης.

Στις καμπύλες φόρτισης - αποφόρτισης διακρίνουμε τα ακόλουθα κρίσιμα μεγέθη:

h_{max} : Μέγιστο βάθος διείσδυσης της ακίδας του εντυπωτή

P_{max} : Μέγιστο εφαρμοζόμενο φορτίο

h_f : Τελικό παραμένον βάθος διείσδυσης στο υλικό μετά την αποφόρτιση

h_c : Βάθος επαφής υλικού και ακίδας διείσδυσης μετά την αποφόρτιση

h_e : Ελαστική μετατόπιση της επιφάνειας του δείγματος κατά την αποφόρτιση

h_s : Ελαστική μετατόπιση της επιφάνειας του δείγματος δίχως επαφή με την ακίδα

Αρχικά υπολογίζεται η ποσότητα S [Stiffness (ακαμψία)] από την γραμμική περιοχή της καμπύλης αποφόρτισης, όπως φαίνεται στο σχήμα 2.18, σύμφωνα με την εξίσωση 2.12.

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (2.12)$$

και είναι η κλίση του γραμμικού τμήματος της καμπύλης αποφόρτισης.

Η σκληρότητα υπολογίζεται από την σχέση:

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (2.13)$$

όπου A : η επιφάνεια επαφής.

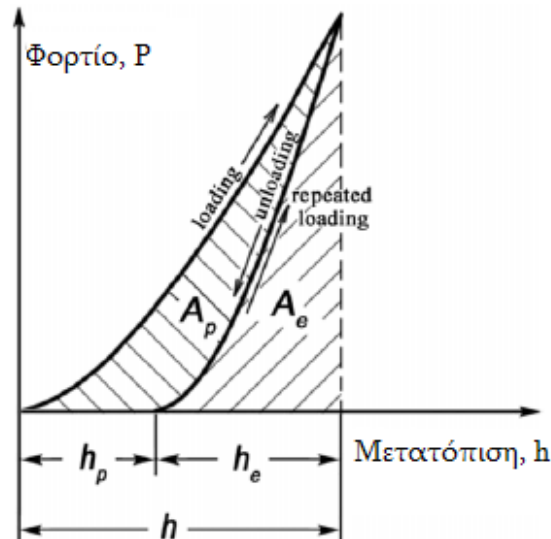
Η επιφάνεια επαφής A είναι μια συνάρτηση της μορφής: $A = f(h_c)$.

Σύμφωνα με την παραπάνω τεχνική, η επιφάνεια αποτυπώματος του εντυπωτή υπολογίζεται μέσω της γεωμετρίας του εντυπωτή, αν θεωρηθεί ότι αυτή είναι ιδανική. Στην πραγματικότητα όμως, οι αποκλίσεις της ακίδας από την ιδανική γεωμετρία είναι σημαντικές και γίνονται σημαντικότερες με τη μείωση του βάθους διείσδυσης. Επίσης, στην ανάλυση των δεδομένων πρέπει να ληφθούν υπόψη τόσο οι πλαστικές όσο και οι ελαστικές ιδιότητες του υλικού και της ακίδας. Η πλαστικότητα εκφράζεται από το εμβαδό που περικλείει η καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης και είναι το ποσό της ενέργειας που παραμένει στο προς μέτρηση υλικό μετά τη διαδικασία της νανοδιείσδυσης-νανοσκληρομέτρησης.

Με άλλα λόγια η πλαστικότητα σχετίζεται με το έργο που δαπανάται για την πλαστική παραμόρφωση σε σχέση με το συνολικό έργο που δαπανάται σε έναν κύκλο φόρτισης - αποφόρτισης (βλ. σχήμα 2.19) [43]:

$$\delta_A = \frac{A_p}{A_t} = 1 - \frac{A_e}{A_t} \quad (2.14)$$

Η εξίσωση 2.14 υποθέτει ότι η ενέργεια καταναλώνεται μόνο για την παραμόρφωση του δείγματος, ενώ στην πραγματικότητα παραμορφώνεται και ο εντυπωτής.

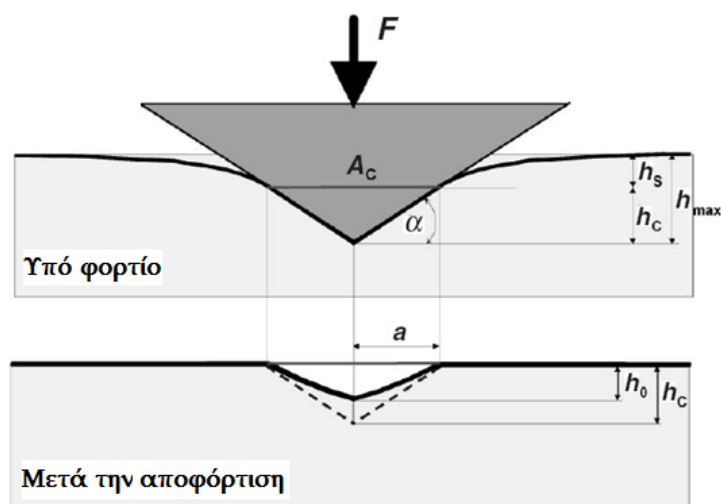


Σχήμα 2.19: Υπολογισμός του έργου ελαστικής και πλαστικής παραμόρφωσης.

Πλέον ευρέως χρησιμοποιείται η μέθοδος Oliver-Pharr για τον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας, η οποία έχει καθιερωθεί από το 1992 και ενσωματώθηκε στο πρότυπο ISO 14577:2002 για τις νανοσκληρομετρήσεις [37,38,40].

2.8.2 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές αξονικής συμμετρίας

Πλήρως ελαστική θεώρηση



Σχήμα 2.20: Μέγιστη φόρτιση (πάνω) και αποφόρτιση (κάτω) κατά την διείδουση με κωνικό ή πυραμιδικό εντυπωτή (μοντέλο Oliver-Pharr).

Μέσω της μετατόπισης της επιφάνειας του δείγματος κατά την διείσδυση, h , μετράται η παραμόρφωση (deformation) που προκύπτει στο δείγμα. Προκειμένου να υπολογιστεί η μέγιστη μετατόπιση, h_{\max} , πρέπει να συνυπολογιστεί και η παραμόρφωση του εντυπωτή. Θεωρώντας άκαμπτο εντυπωτή (rigid indenter), η μέγιστη μετατόπιση προκύπτει ως άθροισμα τη ελαστικής και πλαστικής μετατόπισης. Προκειμένου να επανακτηθεί η συμβατότητα της παραδοσιακής σκληρότητας με αυτή που μετρήθηκε από το πείραμα νανοδιείσδυσης, χρειάζεται να προσδιοριστεί η επιφάνεια του αποτυπώματος μετά την αποφόρτιση. Για το λόγο αυτό γίνονται οι εξής παραδοχές [37,38,41]:

- Η επιφάνεια επαφής υπό μέγιστη φόρτιση και η επιφάνεια αποτυπώματος μετά την αποφόρτιση είναι ίσες, δηλαδή δεν υπάρχει ελαστική αποκατάσταση στο επίπεδο επαφής ($h_c = h_0$, σχήμα 2.18) και η διάμετρος του αποτυπώματος δεν αλλάζει με την αφαίρεση του φορτίου.
- Οι πλαστικές και ελαστικές παραμορφώσεις δεν επηρεάζονται μεταξύ τους. Η ελαστική παραμόρφωση πάνω από την περιοχή επαφής είναι η ίδια ανεξάρτητα από την πλαστική παραμόρφωση. Επίσης, το μέτρο Young είναι το ίδιο τόσο για τις παραμορφωμένες όσο και για τις μη παραμορφωμένες περιοχές του υλικού.
- Η τραχύτητα της επιφάνειας, τα φαινόμενα συσσώρευσης (pile-up effects) και μη αναστρέψιμης (πλαστικής) βύθισης (sink-in effects) θεωρούνται αμελητέα.
- Ο εντυπωτής είναι άκαμπος.

Σύμφωνα με την πρώτη παραδοχή, αν είναι γνωστό το σχήμα του εντυπωτή, η παραμένουσα επιφάνεια του αποτυπώματος μπορεί να υπολογιστεί από το βάθος διείσδυσης του εντυπωτή υπό μέγιστο φορτίο, h_c (με την προϋπόθεση ότι μπορούμε να υπολογίσουμε την παραμόρφωση πάνω από την περιοχή επαφής (ελαστική), h_s) [38,44,45].

Ο Sheddon στηριζόμενος σε μοντέλα των Hertz [46] και Boussinesq [47], προσπάθησε να εξάγει μία σχέση μεταξύ φορτίου P και μετατόπισης h για άκαμπτο εντυπωτή με αξονική συμμετρία που ωθείται σε ένα ελαστικό υλικό, προκειμένου να προσδιορίσει το ποσοστό ελαστικής παραμόρφωσης του υλικού. Ο μόνος περιορισμός που έθεσε ήταν ο εντυπωτής να περιγράφεται ως στερεό εκ περιστροφής μιας ομαλής συνάρτησης. Βασική παραδοχή στη θεώρηση του Sheddon αποτελεί η εξής: η περιοχή επαφής είναι αρκετά μικρή σε σχέση με τις διαστάσεις των υλικών, ώστε οι τάσεις που αναπτύσσονται στην περιοχή αυτή δεν είναι ισχυρά εξαρτώμενες από το ακριβές σχήμα των σωμάτων ή τον τρόπο που υποστηρίζονται (elastic half-spaces).

Σύμφωνα με τα παραπάνω, προκύπτουν οι γενικευμένες σχέσεις του Sheddon για κύλινδρο ακτίνας a και κώνο γωνίας ϕ αντίστοιχα:

$$P = \frac{4\mu\alpha}{1-\nu} h \quad (2.15)$$

$$P = \frac{4\mu \cot \phi}{\pi(1-\nu)} h^2 \quad (2.16)$$

όπου, μ : το μέτρο διάτμησης (shear modulus) και ν : ο λόγος του Poisson

Προκειμένου να προσδιοριστεί ο λόγος της ελαστικής παραμόρφωσης (πάνω από την περιοχή επαφής) προς την συνολική ελαστική παραμόρφωση, χρησιμοποιούμε τις αντίστοιχες αναλυτικές σχέσεις του Sheddon. Για κώνο [37,45]:

$$w(r) = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{\alpha} \right) \alpha \tan a, r \leq a \quad (2.17a)$$

$$w(x) = \frac{-2h}{\pi\alpha} \left(\alpha \sin^{-1} \left(\frac{a}{\rho} \right) - r + \sqrt{r^2 - \alpha^2} \right), r > a \quad (2.17\beta)$$

Όπου, r : η αξονική θέση ($r=0$ στο κέντρο της επαφής) και a : η ακτίνα της επαφής

Από τις παραπάνω εξισώσεις προκύπτει τελικά ότι :

$$h_s / h_{\max,e} = 1 - 2\pi \quad (2.18)$$

Από την παραπάνω σχέση προκύπτει, ότι για ένα στερεό εκ περιστροφής για το οποίο είναι γνωστές οι αναλυτικές σχέσεις από τη θεωρία ελαστικής επαφής και άρα ο λόγος $h_s / h_{\max,e}$, το βάθος επαφής μπορεί να υπολογιστεί από την παρακάτω σχέση, λαμβάνοντας υπόψη ότι $h_{\max} = h_{\max,e} + h_0$:

$$h_c = h_{\max} (1 - X) + Xh_0 \quad (2.19)$$

Με προσαρμογή των δεδομένων της καμπύλης αποφόρτισης μπορεί να προσδιοριστεί η ακαμψία, S (stiffness). Η πρώτη παράγωγος dP/dh στο h_{\max} καλείται ακαμψία της επαφής (contact stiffness, S). Οι Oliver και Pharr έδειξαν ότι διαφορίζοντας τις αναλυτικές σχέσεις φορτίου- μετατόπισης του Sneddon για εντυπωτές με σχήμα στερεού εκ περιστροφής μπορεί να προσδιοριστεί το μέτρο ελαστικότητας, εάν είναι γνωστή η επιφάνεια επαφής, μέσω της σχέσης [48]:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} \frac{E}{(1-\nu^2)} \quad (2.20)$$

Η παραπάνω σχέση προέκυψε σύμφωνα με την παραδοχή ότι ο εντυπωτής είναι άκαμπος. Στην πραγματικότητα, ο εντυπωτής παραμορφώνεται ελαστικά. Η ενσωμάτωση της παραμόρφωσης του εντυπωτή στο μοντέλο γίνεται με βάση τη γενική σχέση από τη θεωρία ελαστικότητας που δίνει το λόγο των παραμορφώσεων στην διεύθυνση εφαρμογής της δύναμης δύο σωμάτων αυθαίρετου σχήματος των οποίων η επιφάνεια επαφής είναι κάθετη στη διεύθυνση της δύναμης [37]:

$$\frac{w_i}{w_s} = \frac{(1 - \nu_i^2)E_s}{(1 - \nu_s^2)E_i} \quad (2.21)$$

όπου ν : ο λόγος Poisson

E : το μέτρο Young

i, s : δείκτες για τον εντυπωτή και το δείγμα αντίστοιχα

Με βάση αυτή τη σχέση ορίζεται το σύνθετο μέτρο ελαστικότητας E_r (reduced modulus) [39,42]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} + \frac{(1 - \nu_s^2)}{E_s} \quad (2.22)$$

και η εξίσωση 2.20 τροποποιείται αντίστοιχα [38,40,41]:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} E_r \quad (2.23)$$

Οι Oliver και Pharr πρότειναν τη χρησιμοποίηση του παράγοντα ϵ για τον προσδιορισμό του βάθους διείδυσης. Συγκεκριμένα, παρατήρησαν ότι για εντυπωτές με σχέση φορτίου - μετατόπισης του τύπου $P = ah^m$, όπως κωνικοί ή κυλινδρικοί ισχύει [45]:

$$\frac{P}{S} = \frac{P}{(dP/dh)} = \frac{ah^m}{amh^{m-1}} = \frac{h}{m} \quad (2.24)$$

Η σχέση (12) αφορά μόνο τις ελαστικές παραμορφώσεις άρα:

$$\frac{P_{\max}}{S_{\max}} = \frac{h_{\max,e}}{m} \quad (2.25)$$

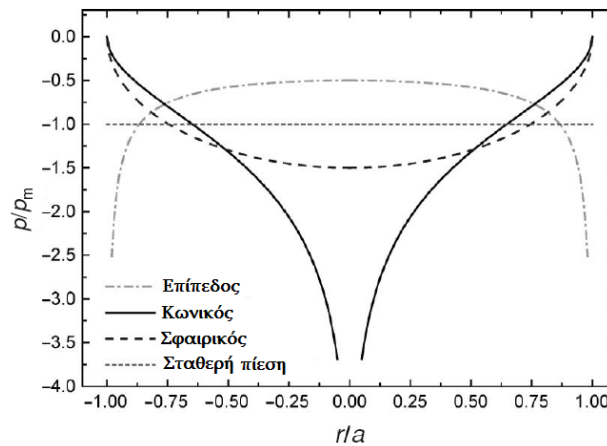
Ορίζοντας τον παράγοντα ε ως [45]:

$$\varepsilon = m \cdot \left(\frac{h_s}{h_{\max,e}} \right) \quad (2.26)$$

προκύπτει η σχέση:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S_{\max}} \quad (2.27)$$

Ελαστοπλαστική θεώρηση



Σχήμα 2.21: Κατανομή της πίεσης (p_m) στην περιοχή της επαφής ακτίνας a για πλήρως ελαστική επαφή.

Παρατηρώντας το σχήμα 2.21, προκύπτει ότι για κωνικό εντυπωτή η πίεση στο κέντρο της επαφής γίνεται άπειρη. Το ίδιο ισχύει στα άκρα για εντυπωτή επίπεδο. Σε τόσο υψηλές πιέσεις όλα τα υλικά υπόκεινται σε πλαστική παραμόρφωση και επομένως σημαντική μείωση της πίεσης. Οι Oliver και Pharr έχουν δείξει ότι η καμπύλη αποφόρτισης για ελαστοπλαστικές διεισδύσεις μπορεί να περιγραφεί από μια συνάρτηση της μορφής [37, 44, 49]:

$$P = K(h - h_0)^m \quad (2.28)$$

Για εντοπωτές γεωμετρίας Berkovich οι πειραματικές τιμές που βρέθηκαν για τον εκθέτη m είναι 1,2-1,6, ενώ η καλύτερη τιμή για τον παράγοντα ε ήταν 0,75 ο οποίος προκύπτει για $m=1,5$. Ο εκθέτης m αντιστοιχεί σε σφαιρικό εντοπωτή και όχι σε πυραμιδικό ($m=2$). Ο λόγος που συμβαίνει έγκειται στην αλλαγή κατανομής πίεσης λόγω πλαστικής παραμόρφωσης. Παρότι χρησιμοποιήθηκε πυραμιδικός εντοπωτής, η κατανομή της πίεσης προσεγγίζει αυτή ενός σφαιρικού εντοπωτή. Συνεπώς, η ελαστοπλαστική θεώρηση απαιτεί τροποποίηση του παράγοντα ε για τον υπολογισμό του πραγματικού βάρους επαφής από την εξίσωση 2.27. Το πρότυπο ISO 14577 προτείνει τιμή 0.75 για διεισδύσεις με Vickers και Berkovich, όμως αυτή είναι μια προσέγγιση και, ανάλογα με το υλικό, οι αποκλίσεις μπορεί να είναι σημαντικές [38,40]. Οι Woïrgard et al. πρότειναν μία συνάρτηση υπολογισμού του ε που εξαρτάται μόνο από τον εκθέτη της σχέσης (2.29) [50,51]:

$$\varepsilon(m) = m \left[1 - \frac{2(m-1)\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{1}{2(m-1)}\right)} \right] \quad (2.29)$$

2.8.3 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντοπωτές μη αξονικής συμμετρίας

Στα περισσότερα πειράματα νανοσκληρομέτρησης χρησιμοποιούνται εντοπωτές μη αξονικής συμμετρίας. Ενώ αρχικά χρησιμοποιήθηκε πολύ ο εντοπωτής τύπου Vickers (πυραμίδα με τέσσερα επίπεδα που δεν συγκλίνουν σε ένα σημείο), πλέον επικρατεί η χρήση εντοπωτή τύπου Berkovich (τριγωνική πυραμίδα), όπου η αιχμηρή ακίδα κατασκευάζεται πιο εύκολα (μικρότερη καμπυλότητα). Επίσης, η Berkovich έχει τον ίδιο λόγο επιφάνειας προς βάθος διείσδυσης με τη Vickers, καθιστώντας έτσι τα αποτελέσματα, στο μέτρο του δυνατού, συγκρίσιμα με αυτά της Vickers [37, 38, 40, 42].

Η ισχύς της μεθόδου Oliver-Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας δεν έχει αποδειχθεί μαθηματικά. Ωστόσο, έχουν γίνει πολλές προσπάθειες προσαρμογής της μέσω κλασσικών μεθόδων αριθμητικής ανάλυσης και, πιο πρόσφατα, πεπερασμένων στοιχείων (FEM), για πλήρως ελαστική επαφή. Από τις πρώτες και πιο γνωστές μελέτες, ήταν αυτή του King [52], ο οποίος κατέληξε μέσω αριθμητικής ανάλυσης στην προσαρμογή της σχέσης (2.23) μέσω μιας σταθεράς β εξαρτώμενης από τη γεωμετρία του εντυπωτή:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \sqrt{A_c} E_r \quad (2.30)$$

Όπου, $\beta = 1.000$ για κυκλική επιφάνεια επαφής

$\beta = 1.034$ για τριγωνική επιφάνεια επαφής

$\beta = 1.012$ για τετραγωνική επιφάνεια επαφής

Με μια παρόμοια ανάλυση, ο Bilodaev βρήκε μια προσεγγιστική λύση για πυραμιδικούς εντυπωτές [53]. Οι Vlassak και Nix ακολουθώντας μια παρόμοια μέθοδο με αυτήν του King, αλλά με ανισοτροπική θεώρηση του δείγματος, βρήκαν ότι το μέτρο ελαστικότητας που υπολογίζεται με τριγωνικό εντυπωτή είναι 5-6% υψηλότερο από το αντίστοιχο για εντυπωτές με αξονική συμμετρία και μεταβάλλεται ελάχιστα με τον προσανατολισμό του εγχάρκτη στο επίπεδο διεύθυνσης [54]. Οι Giannakopoulos et al. σύγκριναν τα αποτελέσματα για την ακαμψία μέσω μιας πολύ ακριβούς FE ανάλυσης για Berkovich με αυτά της εξίσωσης 2.29 του King και βρήκαν ότι η απόκλιση κυμαίνεται μέχρι 5% [55]. Οι Gao και Wu απέδειξαν ότι η ακαμψία επαφής ενός στρωματικού υλικού δεν εξαρτάται ισχυρά από το σχήμα της κάθετης τομής του εντυπωτή, εάν αυτό δεν αποκλίνει πολύ από κύκλο [56]. Ο Hendrix έχει προσδιορίσει την τιμή του β θεωρώντας σταθερό προφίλ πίεσης επαφής για τριγωνική και τετραγωνική επαφή [57].

Πίνακας 2.4: Τιμές του διορθωτικού παράγοντα μη αξονικής συμμετρίας για τριγωνικό σχήμα κάθετης τομής εντοπωτή.

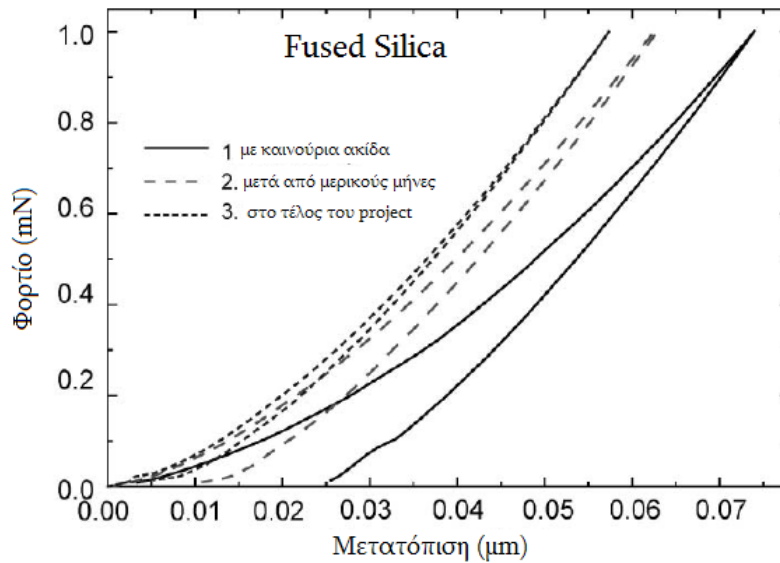
Μέθοδος	Τιμή β	Εντοπωτές	Αναφορά
Αναλυτικά, Ελαστική θεώρηση	1.034	Flat Punch (επίπεδος)	56
FEM, Ελαστοπλαστική θεώρηση	1.055	Πυραμιδικός (Berkovich)	62
FEM, Ελαστοπλαστική θεώρηση	1.136	Πυραμιδικός (Berkovich)	60
Αναλυτικά, Ελαστική θεώρηση	1.141	Πυραμιδικός	58
Αναλυτικά, Ελαστική Ανισοτροπική θεώρηση	1.058	Flat Punch (επίπεδος)	59
Σταθερή πίεση στην περιοχή επαφής	1.0226	-	61

Όπως φαίνεται από τον πίνακα 2.4, η μικρότερη διόρθωση προκύπτει από τη θεώρηση σταθερής πίεσης του Hendrix. Όπως, όμως, προαναφέρθηκε, οι άπειρες πιέσεις στην ακίδα θα μειωθούν από την πλαστική παραμόρφωση, άρα αυτή είναι η πιθανότερη κατανομή της πίεσης. Για αυτό το λόγο, στο πρότυπο ISO 14577 προτείνεται να μη χρησιμοποιείται διόρθωση για Berkovich εντοπωτές ($\beta=1$). Στην πραγματικότητα, είναι πιθανές αποκλίσεις από την τιμή 1 για υλικά υψηλής ελαστικότητας, με μικρή πλαστική ζώνη, όμως το σφάλμα που υπεισέρχεται είναι μικρότερο του 5%.

2.8.4 Διορθώσεις - Βελτιώσεις της μεθόδου Oliver-Pharr

Επιφάνεια Επαφής - καμπυλότητας ακίδας

Για τον υπολογισμό τιμών των νανομηχανικών ιδιοτήτων με το μοντέλο Oliver-Pharr είναι σημαντικός ο υπολογισμός της ακριβούς τιμής της επιφάνειας επαφής της ακίδας με το προς εξέταση υλικό. Ιδανικά η επιφάνεια αυτή προσδιορίζεται μέσω γεωμετρικών σχέσεων σχετικών με τη γεωμετρία του εντοπωτή. Στην πραγματικότητα, κανένας εντοπωτής δεν είναι ιδανικός, δηλαδή δεν έχει ιδανικά αιχμηρό άκρο. Οι περισσότεροι εντοπωτές έχουν καμπυλότητα ακίδας 50 nm έως και μερικά εκατοντάδες nm. Το πρότυπο ISO 14577 θέτει τα 200 nm ως άνω όριο για μετρήσεις στη νανοκλίμακα. Το βασικό πρόβλημα που προκύπτει είναι ότι με τη χρήση του εντοπωτή λόγω φθοράς η καμπυλότητα δεν είναι σταθερή αλλά αυξάνεται. Για τον υπολογισμό της καμπυλότητας υπάρχουν δύο μέθοδοι: α) άμεση μέτρηση μέσω AFM και β) έμμεση μέτρηση υπολογίζοντας τη συνάρτηση $A_c = f(h_c)$ μέσω διεισόδσεων σε ισοτροπικό υλικό γνωστού μέτρου ελαστικότητας. Στην παρούσα διπλωματική εργασία εφαρμόστηκε η δεύτερη μέθοδος (και συγκεκριμένα αυτή των Oliver-Pharr) ^[38,45]. Πρόσφατα, προτάθηκε από τον Oliver ^[58] και βελτιώθηκε από τους Troyon et al. ^[59], μια εναλλακτική μέθοδος υπολογισμού του μέτρου ελαστικότητας που δεν απαιτεί τον υπολογισμό της επιφάνειας επαφής. Η μέθοδος αυτή βασίζεται στην ακαμψία τόσο από την καμπύλη φόρτισης όσο και από την καμπύλη αποφόρτισης (two-slope method).

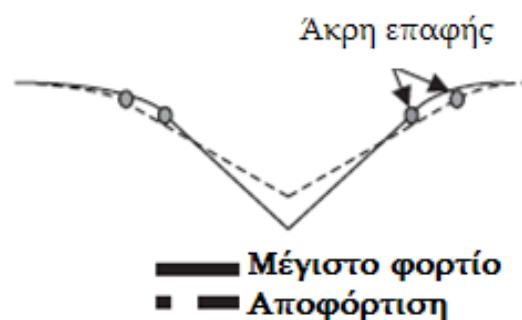


Σχήμα 2.22: Επίδραση της φθοράς (αύξηση της καμπυλότητας) της ακίδας του εντοπωτή.

Η καμπυλότητα της ακίδας έχει συσχετιστεί με τη μετάβαση από την πλήρως ελαστική στην ελαστοπλαστική συμπεριφορά. Όσο πιο αιχμηρή είναι άκρη της ακίδας τόσο πιο γρήγορα (σε μικρότερα φορτία) θα εμφανιστεί η μετάβαση. Το φαινόμενο αποδίδεται στη μεγαλύτερη συγκέντρωση τάσεων, η οποία ευνοεί την έναρξη της πλαστικής ροής [40,60].

Ακτινική παραμόρφωση

Η διάμετρος επαφής θεωρείται προσεγγιστικά ότι δεν αλλάζει μετά την αποφόρτιση. Αυτή η παραδοχή ισχύει με ικανοποιητική ακρίβεια για μαλακά υλικά. Για υλικά με μεγάλο μέτρο ελαστικότητας η ελαστική επαναφορά μπορεί να συνοδεύεται από σημαντική αλλαγή στην ακτίνα επαφής (Σχ. 2.23).



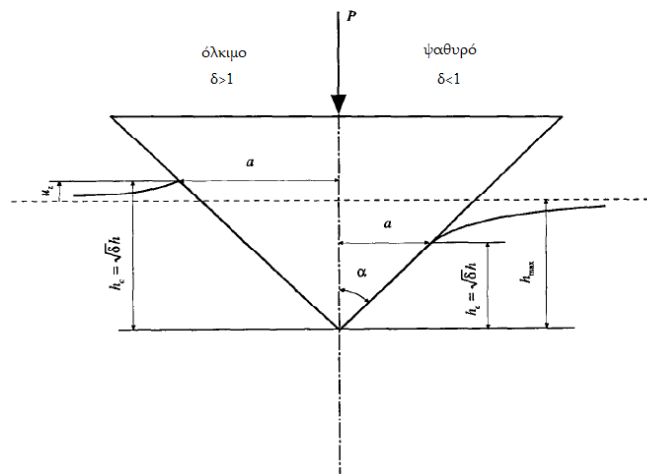
Σχήμα 2.23: Μεταβολή της επιφάνειας επαφής μετά την αποφόρτιση.

Για εντυπωτές αξονικής συμμετρίας η ακτινική παραμόρφωση υπολογίζεται αναλυτικά βάσει των σχέσεων από τη θεωρία της ελαστικότητας [37]. Οι Bolshakov et al. [61] έδειξαν ότι χρειάζεται μια διόρθωση στην εξίσωση (2.24), καθώς το σχήμα της επιφάνειας επαφής σε κάθετη τομή ως προς την επιφάνεια του δείγματος δεν είναι γραμμικό, αλλά τοξοειδές. Το φαινόμενο αυτό είναι πιο έντονο για αιχμηρούς εντυπωτές και εξαρτάται από τον λόγο Poisson του υλικού. Οι Hay et al. [62] πρότειναν έναν διορθωτικό παράγοντα γ για την εξίσωση 2.23 που είναι συνάρτηση της γωνίας κεντρικού άξονα του εντυπωτή και του λόγου Poisson του υλικού. Στις περισσότερες περιπτώσεις ναοσκληρομετρήσεων, ο λόγος Poisson δεν είναι γνωστός ή αν είναι, η ακρίβειά του είναι αμφίβολη. Για να ισχύει η διόρθωση αυτή, ο παράγοντας γ θα πρέπει να ληφθεί υπόψη κατά τον προσδιορισμό της συνάρτησης $A_c = f(h_c)$ (area function method). Σε περίπτωση που δεν εφαρμόζεται η διόρθωση, το μέγεθος του σφάλματος θα εξαρτάται από τη διαφορά του λόγου Poisson του μετρούμενου δείγματος και του πρότυπου υλικού που χρησιμοποιείται για τον υπολογισμό της συνάρτησης επιφάνειας επαφής [38].

Φαινόμενο Συσσώρευσης (Pile-up Effects)

Στη μέθοδο Oliver-Pharr για τον προσδιορισμό του βάθους επαφής συνυπολογίζεται η ελαστική βύθιση της επιφάνειας γύρω από την περιοχή επαφής (sink-in) αλλά δεν λαμβάνεται υπόψη το αντίθετο φαινόμενο, δηλαδή η συσσώρευση υλικού (pile-up). Από το σχήμα 2.24 φαίνεται ότι το βάθος επαφής είναι μεγαλύτερο από το μέγιστο βάθος που μετράται, οδηγώντας σε σφάλματα στον υπολογισμό των μηχανικών ιδιοτήτων. Οι Marx και Balke περιέγραψαν το φαινόμενο φορμαλιστικά με τον παράγοντα δ [63]:

$$h_c = \sqrt{\delta} h_{\max}, \quad \delta < 1: \text{sink-in}, \quad \delta > 1: \text{pile-up} \quad (2.32)$$



Σχήμα 2.24: Επίδραση των φαινομένων βύθισης και συσσώρευσης στο βάθος επαφής.

Το φαινόμενο της συσσώρευσης αναμένεται να είναι σημαντικό σε μαλακά, όλκιμα υλικά. Σε σκληρά, ψαθυρά υλικά η βύθιση είναι η επικρατούσα συμπεριφορά. Οι Oliver και Pharr μελέτησαν πρόσφατα την αξιοπιστία της μεθόδου τους σε σχέση με τα φαινόμενα συσσώρευσης, χρησιμοποιώντας ως κριτήριο το λόγο h_f/h_{max} . Βρήκαν ότι η μέθοδος προβλέπει με πολύ ακρίβεια τις ιδιότητες για υλικά με $h_f/h_{max} < 0.7$ και για υλικά που ενδοτραχύνονται μετά την διεισδύση [61]. Για μεγαλύτερες τιμές του λόγου, τα φαινόμενα συσσώρευσης γίνονται σημαντικά και η ακρίβεια μειώνεται. Ειδικά για διεισδύσεις με ακίδες Berkovich, ο Larsson μέσω υπολογισμών FE (πεπερασμένων στοιχείων) βρήκε ότι η παραμόρφωση που προκαλείται τείνει να δίνει συσσωρεύσεις στα μέσα των πλευρών και βυθίσεις στις γωνίες, οπότε αλληλοαναιρούνται συνολικά.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3

ΣΚΟΠΟΣ ΠΑΡΟΥΣΗΣ ΜΕΛΕΤΗΣ

3. ΣΚΟΠΟΣ ΠΑΡΟΥΣΗΣ ΜΕΛΕΤΗΣ

Κατά την τελευταία πενήνταετία, έχει παρουσιαστεί τόσο στον επιστημονικό όσο και στο βιομηχανικό χώρο, ένα ιδιαίτερα αυξημένο ενδιαφέρον για τη βελτίωση των τεχνολογικών χαρακτηριστικών των μετάλλων και των κραμάτων τους. Η αναζήτηση αυτή οδήγησε στην παραγωγή διαφόρων σύνθετων επιφανειακά υλικών, τα οποία συνήθως εμφανίζουν σημαντικά βελτιωμένες ιδιότητες σε σχέση με το μέταλλο βάσης.

Οι υπάρχουσες τεχνικές για το σχηματισμό επιφανειακών συνθέτων, βασίζονται κυρίως σε κατεργασίες υγρής φάσης σε υψηλές θερμοκρασίες. Σε αυτήν την περίπτωση, καθίσταται δύσκολη η αποφυγή της διεπιφανειακής αντίδρασης, μεταξύ της φάσης ενίσχυσης και της μεταλλικής μήτρας, καθώς και του σχηματισμού μη επιθυμητών φάσεων, με κίνδυνο να υποβαθμιστούν οι τελικές ιδιότητες του συνθέτου.

Τα επιφανειακά σύνθετα στρώματα, που παράγονται με τη μέθοδο της κατεργασίας δια τριβής μέσω ανάδευσης, αποτελούν μία κατηγορία υλικών που έχει προκαλέσει το ενδιαφέρον της επιστημονικής κοινότητας παγκοσμίως, λόγω του ότι είναι μια τεχνική δημιουργίας σύνθετου υλικού στερεής φάσης.

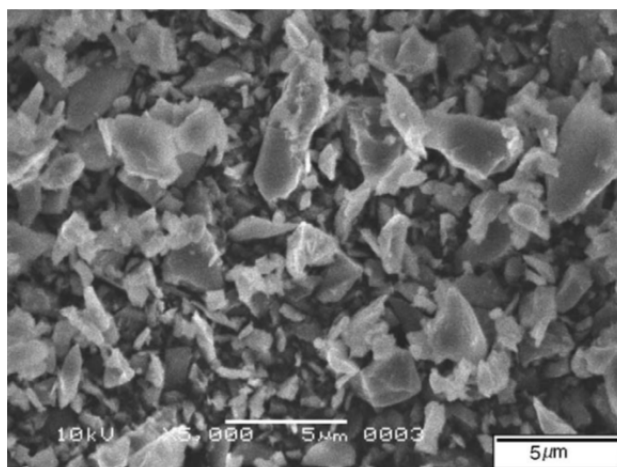
Σκοπός, λοιπόν, της παρούσας εργασίας είναι η δημιουργία και ο χαρακτηρισμός επιφανειακά σύνθετου υλικού με διασπορά σωματιδίων αλούμινας (Al_2O_3) σε μήτρα κράματος αλουμινίου AA7075-T651, με την χρήση της κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευση (Friction Stir Processing, FSP).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4

ΠΡΟΗΓΟΥΜΕΝΕΣ ΣΥΝΑΦΕΙΣ ΜΕΛΕΤΕΣ

4. ΠΡΟΗΓΟΥΜΕΝΕΣ ΣΥΝΑΦΕΙΣ ΜΕΛΕΤΕΣ

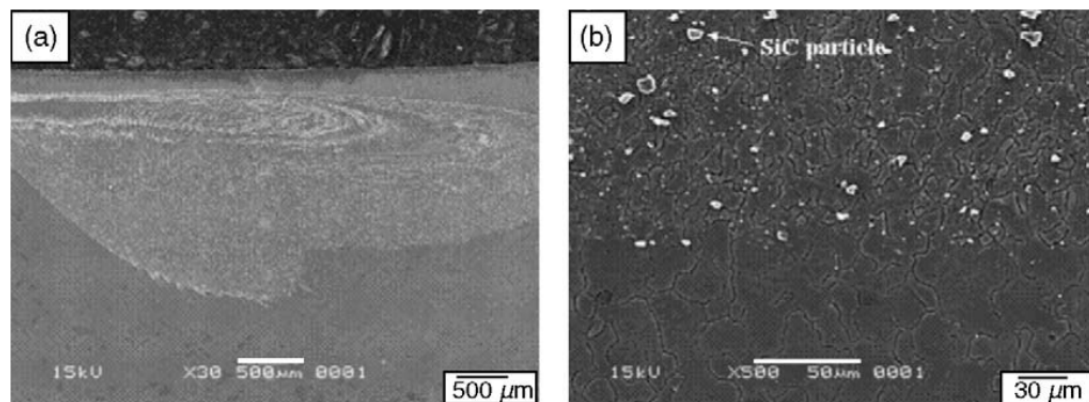
Οι Y. Morisada et al. ^[68] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα μαγνησίου AZ31, ενσωματώνοντας κεραμική σκόνη SiC με μέγεθος κόκκων 1 μ m (Εικ. 4.1). Στην εν λόγω μελέτη, τα σωματίδια SiC ήταν ομοιόμορφα διεσπαρμένα προκειμένου να αποκαλύψουν την επίδραση της κατεργασίας τριβής μέσω ανάδευσης σε συνδυασμό με την επίδραση των σωματιδίων ενίσχυσης σχετικά με την μικροδομή και τη σκληρότητα του κράματος μαγνησίου. Το “rinning effect” το οποίο προκαλείται από τα σωματίδια SiC, και επιδρά στην ανάπτυξη των κόκκων στο σύνθετο επιφανειακό στρώμα, αξιολογήθηκε επίσης μελετώντας την αλλαγή του μεγέθους των κόκκων μετά από θερμική επεξεργασία.



Εικόνα 4.1: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM) των σωματιδίων SiC, που χρησιμοποιήθηκαν ως μέσο ενίσχυσης ^[68].

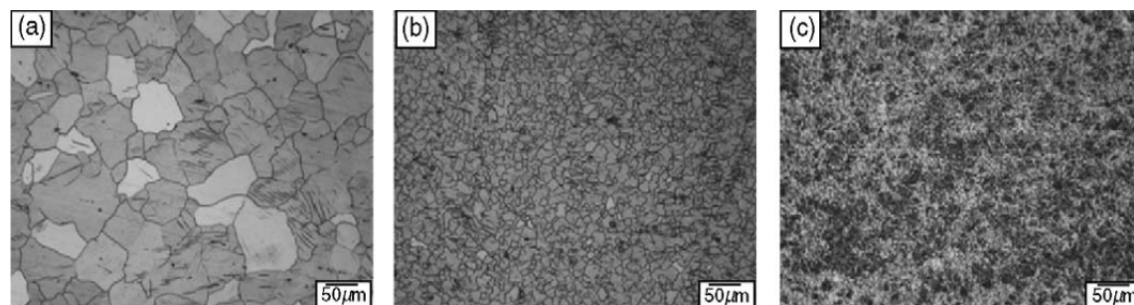
Τα σωματίδια SiC τοποθετήθηκαν σε μια εγκοπή (1 mm x 2 mm) που είχε δημιουργηθεί πάνω στην πλάκα AZ31 πριν πραγματοποιηθεί η κατεργασία τριβής με ανάδευση FSP. Το εργαλείο της FSP αποτελείτο από περιαιχένιο διαμέτρου 12mm και κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 4mm και ύψους 1,8 mm. Ο πείρος τοποθετήθηκε πάνω από την εγκοπή. Επιλέχθηκε η ταχύτητα περιστροφής του συγκεκριμένου εργαλείου να είναι σταθερή στις 1500 rpm και η ταχύτητα πρόωσης σταθερή στα 50mm/min. Η γωνία κλίσης του εργαλείου που χρησιμοποιήθηκε ήταν 3°.

Τα σωματίδια SiC ήταν διασπαρμένα καλά στη ζώνη ανάδευσης, όπως φαίνεται στην εικόνα 4.2. Στην συγκεκριμένη περιοχή δεν παρατηρήθηκαν ελαττώματα και πόροι.



Εικόνα 4.2: Εικόνες SEM (a) της ζώνης ανάδευσης με την ύπαρξη σωματιδίων ενίσχυσης και (b) της διεπιφάνειας μεταξύ της σύνθετης ζώνης και του κράματος μαγνησίου [68].

Η εικόνα 3.3 δείχνει αντιπροσωπευτικές μικροφωτογραφίες κάθε δείγματος. Η μέση τιμή του μεγέθους των κόκκων ήταν 79.1, 12,9 και 6.0 μm για το χωρίς κατεργασία AZ31, το AZ31 με κατεργασία FSP και το κατεργασμένο δοκίμιο AZ31 με ενίσχυση σωματιδίων SiC, αντίστοιχα.



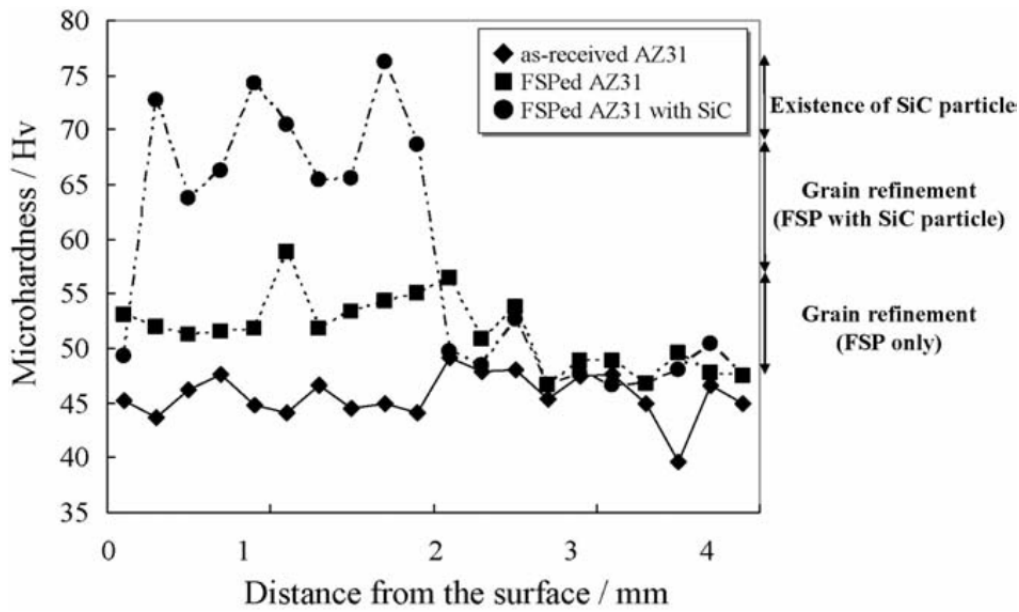
Εικόνα 4.3: Αντιπροσωπευτικές εικόνες μικροδομής για (a) το ανεπηρέαστο κράμα μαγνησίου AZ31, (b) το κατεργασμένο AZ31 με FSP και (c) το κατεργασμένο AZ31 με ενίσχυση σωματιδίων SiC [68].

Η μικροσκληρότητα των δοκιμίων θα μπορούσε να εκτιμηθεί, σύμφωνα με τους Y. Morisada et al. [68], χρησιμοποιώντας την ακόλουθη εξίσωση (4.1):

$$H_v = 40 + 72d^{-1/2} \quad (4.1)$$

όπου, d είναι η μέση τιμή του μεγέθους των κόκκων του AZ31.

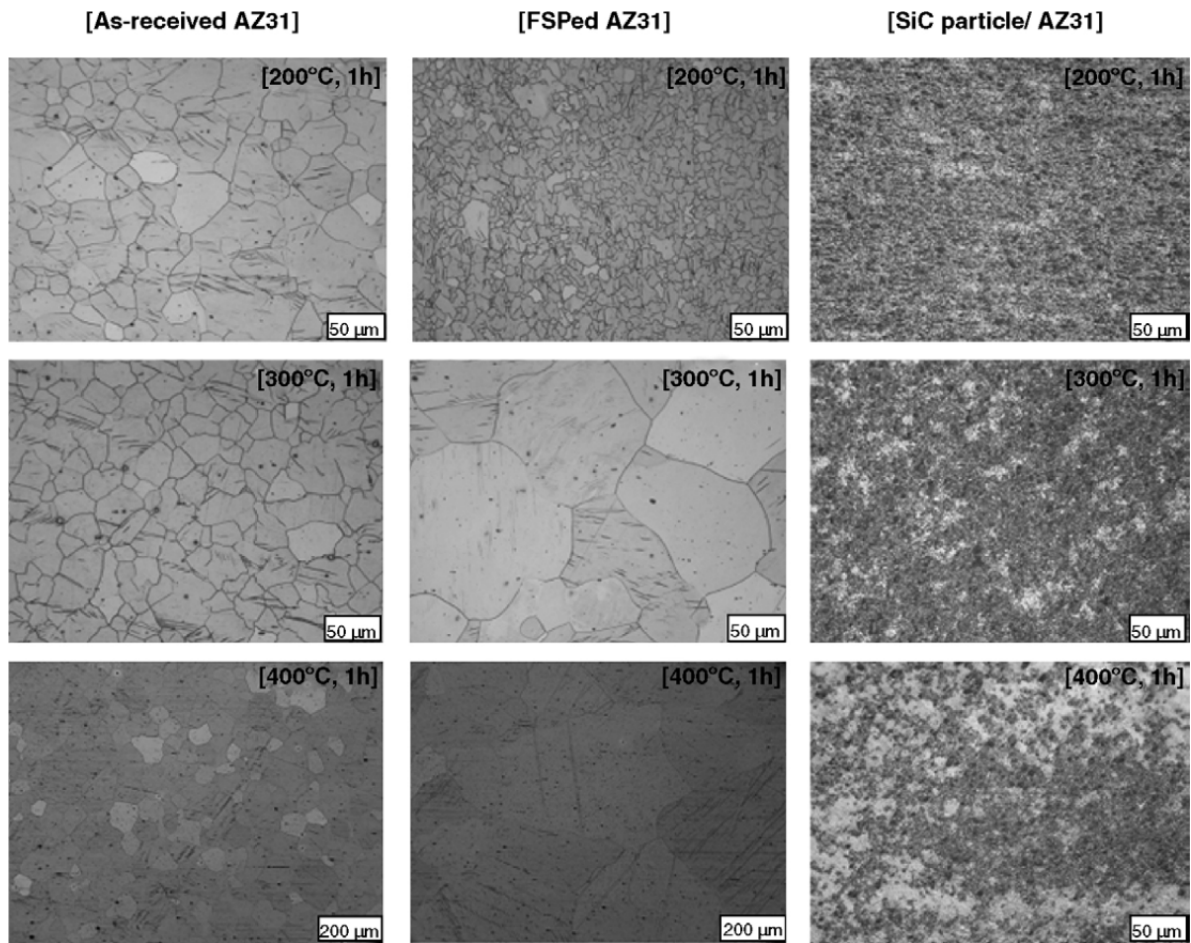
Με βάση την εξίσωση 4.1, η μικροσκληρότητα υπολογίστηκε στα 48,1, 60,0 και 69,3 Hv για το χωρίς κατεργασία AZ31, το κατεργασμένο AZ31 με FSP και το κατεργασμένο δοκίμιο AZ31 με ενίσχυση σωματιδίων SiC, αντίστοιχα. Οι τιμές αυτές είναι σε αντιστοιχία με τα πειραματικά αποτελέσματα, όπως φαίνεται στο σχήμα 4.1.



Σχήμα 4.1: Προφίλ σκληρότητας στην εγκάρσια διατομή για το ανεπηρέαστο AZ31, το κατεργασμένο AZ31 με FSP και το κατεργασμένο AZ31 με ενίσχυση σωματιδίων SiC [68].

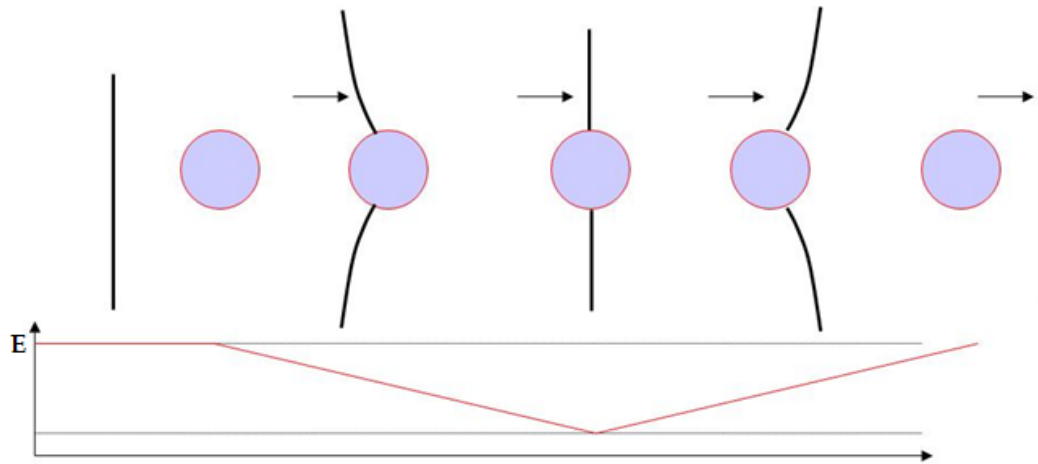
Ωστόσο, η μέγιστη μικροσκληρότητα της περιοχής σωματιδίων SiC/AZ31 ήταν 76,2 Hv. Θεωρείται ότι αυτή η αύξηση της σκληρότητας από την υπολογιζόμενη, αποδίδεται στην υψηλή σκληρότητα των σωματιδίων SiC, παράμετρος που δεν υπολογίζεται στην εξίσωση (4.1).

Στην εικόνα 4.4 παρουσιάζεται η αλλαγή του μεγέθους των κόκκων που προκύπτει από την θερμική επεξεργασία. Η μη φυσιολογική ανάπτυξη των κόκκων για τα κατεργασμένα δείγματα χωρίς την προσθήκη σωματιδίων SiC, επιβεβαιώθηκε για θερμοκρασίες πάνω από 300°C. Αντίθετα, το μέγεθος των κόκκων ήταν σχεδόν το ίδιο για τα κατεργασμένα δείγματα που περιείχαν σωματίδια SiC ακόμη και μετά τη θερμική κατεργασία στους 400°C.



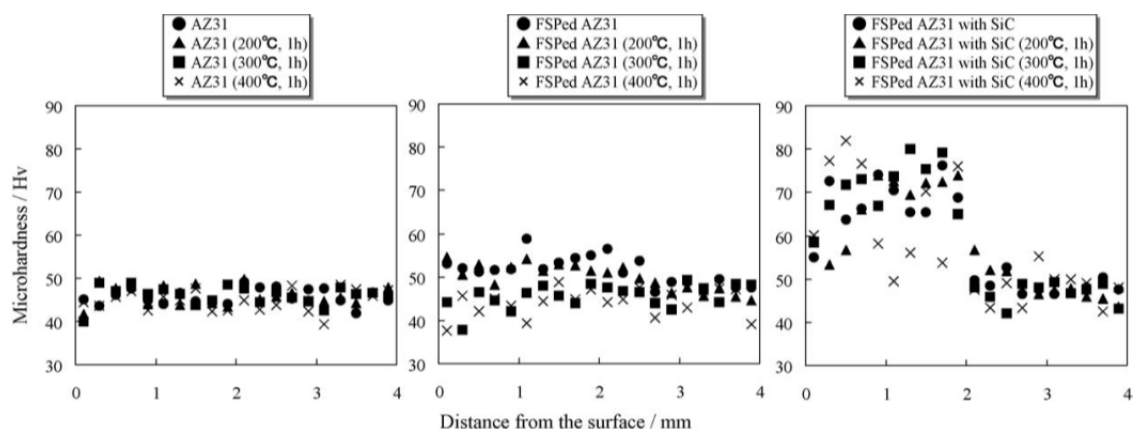
Εικόνα 4.4: Αντιπροσωπευτική εικόνα συνόλου κόκκων της ζώνης ανάδευσης μετά από την θερμική κατεργασία [68].

Η διαπίστωση αυτή ερμηνεύεται με το φαινόμενο "pinning effect" (Σχ. 4.2), σύμφωνα με το οποίο τα σωματίδια ενίσχυσης επιδρούν στην ανάπτυξη των κόκκων, περιορίζοντας την. Όπως παρατηρούμε (Σχ. 4.2) όταν το όριο του κόκκου συναντήσει ένα σωματίδιο, ένα μέρος της περιοχής του ορίου αφαιρείται από το σύστημα. Το όριο για να προσπεράσει το σωματίδιο και άρα να μετακινηθεί, πρέπει "η χαμένη περιοχή" του ορίου να δημιουργηθεί εκ νέου. Αυτή η αποκατάσταση της περιοχής του ορίου απαιτεί αύξηση της ενέργειας [68].



Σχήμα 4.2: Σχηματική αναπαράσταση του φαινομένου "pinning effect".

Ως συνέπεια από τις διαφορές στο μέγεθος κόκκου, ήταν να αλλάξει η μικροσκληρότητα (Σχ. 4.3). Η μικροσκληρότητα της ζώνης ανάδευσης, για τα κατεργασμένα δείγματα χωρίς την παρουσία σωματιδίων SiC, μειώθηκε περίπου στα ~40 HV μετά τη θερμική κατεργασία σε θερμοκρασία πάνω από 300°C. Αυτή η μικροσκληρότητα ήταν χαμηλότερη από εκείνη του μητρικού υλικού. Για τα κατεργασμένα δείγματα που περιείχαν σωματίδια SiC, δεν παρουσιάστηκε μείωση της σκληρότητας μέχρι τη θερμοκρασία των 300°C. Στη θερμοκρασία των 400°C παρατηρήθηκαν κάποιες διακυμάνσεις στις τιμές της σκληρότητας, στην περιοχή της ζώνης ανάδευσης, που ενδεχομένως να οφείλονται σε μικρότερο ποσοστό σωματιδίων SiC.

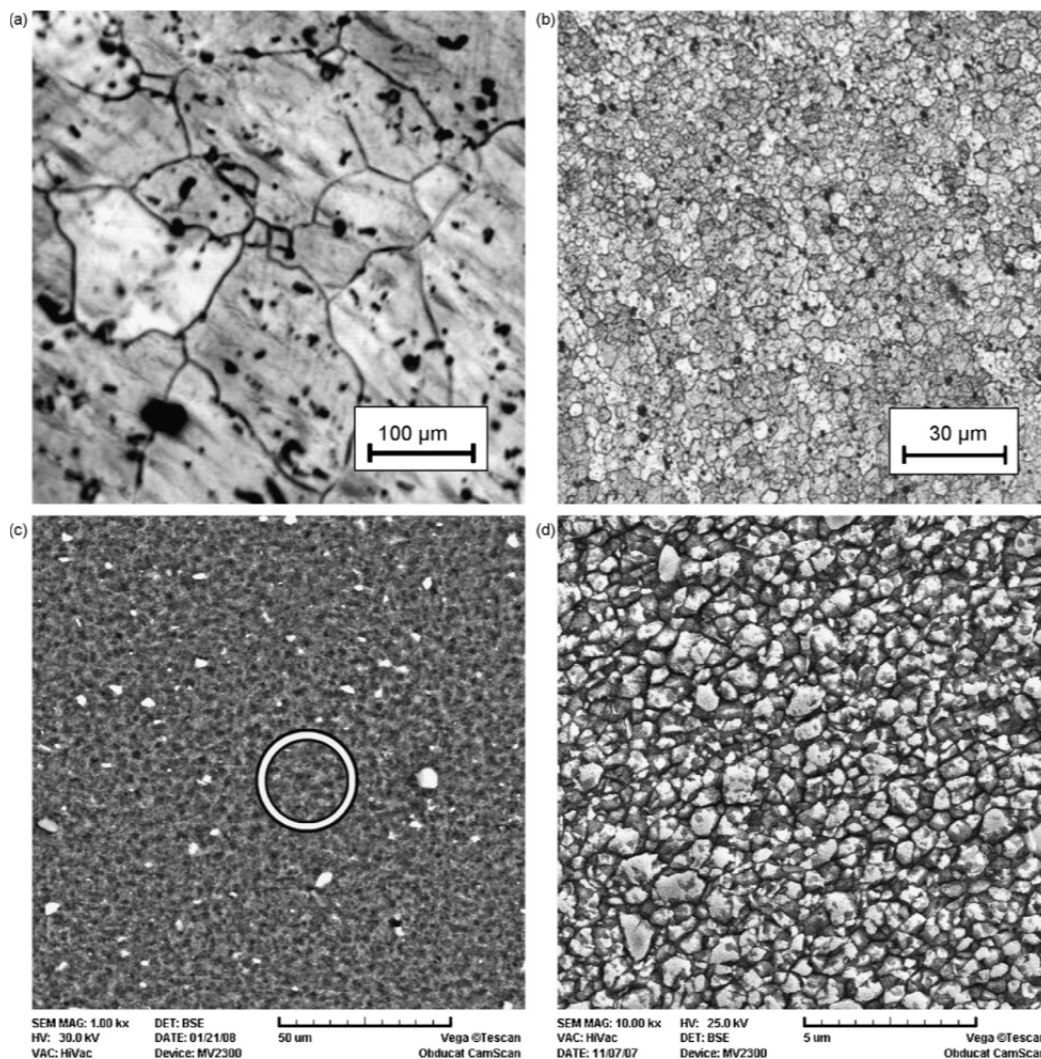


Σχήμα 4.3: Προφίλ σκληρότητας στην εγκάρσια διατομή για το ανεπηρέαστο AZ31, το κατεργασμένο AZ31 με FSP και το κατεργασμένο AZ31 με ενίσχυση σωματιδίων SiC πριν και μετά την θερμική κατεργασία [68].

Οι Shafiei-Zarghani et al. [69] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα αλουμινίου AA6082, ενσωματώνοντας κεραμική σκόνη Al_2O_3 με μέγεθος κόκκων 50nm. Τα σωματίδια Al_2O_3 τοποθετήθηκαν σε μια εγκοπή (4mm x 1mm) που είχε δημιουργηθεί πάνω στην πλάκα AA6082 πριν πραγματοποιηθεί η κατεργασία τριβής με ανάδευση FSP. Το εργαλείο της FSP αποτελείτο από περιαυχένιο διαμέτρου 16mm και κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 5mm και ύψους 4mm ενώ ένα εργαλείο που αποτελείτο μόνο από περιαυχένιο χρησιμοποιήθηκε πρώτα για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλακίων, που περιείχαν την σκόνη αλούμινας, με σκοπό την αποφυγή της εκτίναξης της λόγω της ανάδευση που προκαλεί ο πείρος. Έπειτα ο πείρος τοποθετήθηκε πάνω από την κεντρική γραμμή του αυλακίου. Επιλέχθηκε η ταχύτητα περιστροφής και η ταχύτητα πρόωσης του συγκεκριμένου εργαλείου να είναι σταθερές στις 1000 rpm και στα 135mm/min, αντίστοιχα. Η γωνία κλίσης του εργαλείου που χρησιμοποιήθηκε ήταν 3° ενώ το κλάσμα όγκου της σκόνης Al_2O_3 ήταν 15%.

Στην παρούσα μελέτη έμφαση δόθηκε στην επίδραση των πολλαπλών περασμάτων κατά την FSP. Ο αριθμός των περασμάτων κυμάνθηκε από ένα έως τέσσερα. Τα περάσματα ήταν ομόρροπα ενώ το κάθε πέραςμα πραγματοποιείτο έπειτα από ψύξη του τεμαχίου στον ατμοσφαιρικό αέρα

Στην εικόνα 4.5 παρουσιάζεται η εκλέπτυνση των κόκκων που προκύπτει μετά από τέσσερα περάσματα. Όπως μπορούμε να παρατηρήσουμε στην εικόνα 4.5(d), στο σύνθετο επιφανειακό στρώμα υπάρχουν κόκκοι που φτάνουν μέχρι και τα 300nm μετά από τέσσερα περάσματα.



Εικόνα 4.5: Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου οι οποίες απεικονίζουν το μέγεθος των κόκκων (a) του ακατέργαστου AA6082 και (b) του AA6082 μετά από 4 περάσματα FSP. Εικόνες SEM (c) και (d) οι οποίες απεικονίζουν τη μικροδομή του επιφανειακού στρώματος Al/Al₂O₃ το οποίο παρήχθη μετά από 4 περάσματα FSP, με την (d) να αποτελεί μεγέθυνση εντός του κύκλου που απεικονίζεται στην (c) [69].

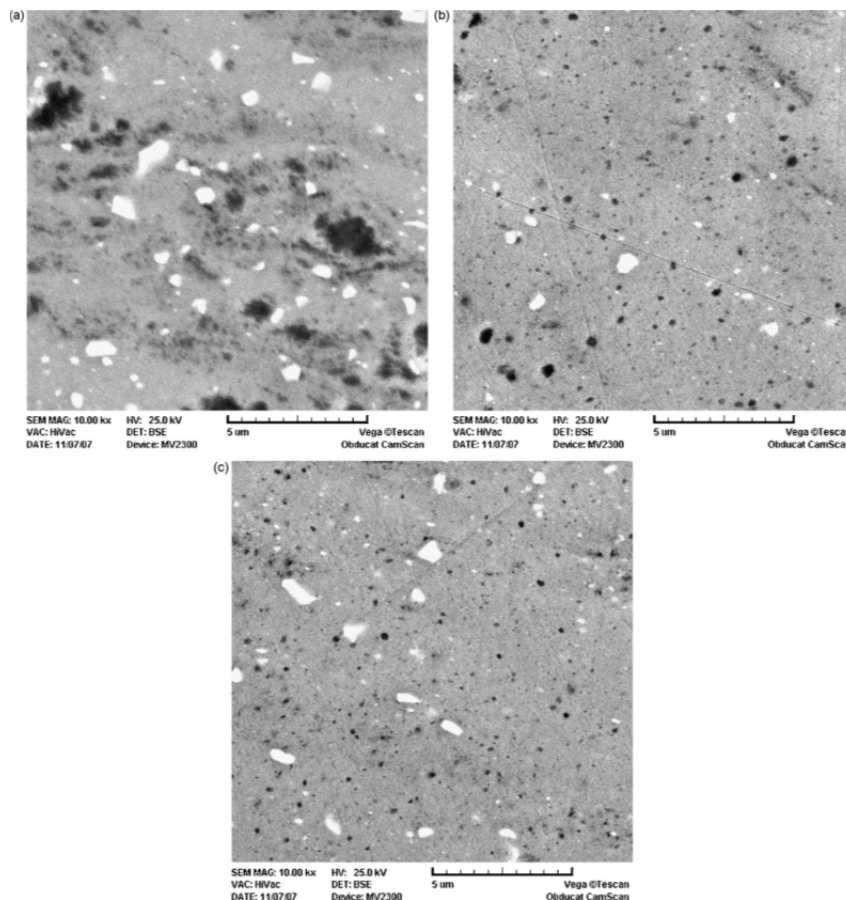
Παρατηρώντας τον πίνακα 4.1 διαπιστώνουμε ότι το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την FSP με τέσσερα περάσματα είναι 0,66μm, η παρατήρηση αυτή μας οδηγεί στο συμπέρασμα ότι υπάρχει σημαντική εκλέπτυνση της μικροδομής σε σχέση με το υλικό πριν την FSP όπως επίσης και σε σχέση με το υλικό μετά την FSP με τις ίδιες συνθήκες χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, τα οποία είχαν μέγεθος κόκκων 120μm και 2μm, αντίστοιχα. Η διαπίστωση αυτή ερμηνεύεται, όπως προαναφέραμε, με την επίδραση των κεραμικών σωματιδίων ενίσχυσης στην ανάπτυξη των κόκκων, την οποία και περιορίζουν ("pinning effect").

Πίνακας 4.1: Συγκεντρωτικά αποτελέσματα του μέσου μεγέθους συσσωματωμένων σωματιδίων Al_2O_3 , του μέσου μεγέθους κόκκων της μήτρας Al και της μικροσκληρότητας των επιφανειακά σύνθετων στρωμάτων που παράχθηκαν με διάφορους αριθμούς περασμάτων [69].

Number of FSP passes	Average Al_2O_3 cluster size (nm)	Al grain size (μm)	Zener limiting grain size (μm)	Microhardnes (Hv)
1	550	4.84	2.44	165
2	290	2.53	1.29	196
3	145	0.89	0.64	253
4	90	0.66	0.40	295

The individual Al_2O_3 size is 50 nm and the initial 6082 Al extruded bar grain size is 120 μm .

Από τις οπτικές μικροσκοπίες, που παρατίθενται στην εικόνα 4.6 καθώς και σε συνδυασμό με τον πίνακα 4.1 εξάγονται αποτελέσματα για την επίδραση των πολλαπλών περασμάτων της FSP. Κατά τους Shafiei-Zarghani et al. [69] αυτά συντελούν στη μείωση του μεγέθους των συσσωματωμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης.



Εικόνα 4.6: Εικόνες SEM των επιφανειακών σύνθετων Al/ Al_2O_3 τα οποία παρήχθησαν μετά από (a) ένα, (b) τρία, και (c) τέσσερα περάσματα FSP [69].

Η ομοιόμορφη διασπορά καθώς και η μείωση του μεγέθους των συσσωματωμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης που παρατηρήθηκε συμβάλει στη βελτίωση των ιδιοτήτων με τους εξής τρόπους:

- i. Η μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης επιφέρει και μείωση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων του μητρικού υλικού σύμφωνα με τη σχέση Zener (d_z):

$$d_z = \frac{4r}{3V_f} \quad (4.2)$$

Όπου, r και V_f είναι η ακτίνα και το κλάσμα όγκου των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης, αντίστοιχα.

Η μείωση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων του μητρικού υλικού, σύμφωνα με τον νόμο του Hall-Petch [36], θα επιφέρει και αύξηση το όριου διαροής και κατά συνέπεια της σκληρότητας. Αξίζει να σημειωθεί ότι η σχέση (4.2) αποτελεί μία επέκταση του pinning effect με την προσθήκη αυτή τη φορά και παραμέτρων ελέγχου του, όπως είναι η ακτίνα και το κλάσμα όγκου των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης.

- ii. Η μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης επιφέρει και μείωση της απόστασης ανάμεσα στα σωματίδια σύμφωνα με τους A.J.Ardell et al. [70] με βάση την ακόλουθη σχέση:

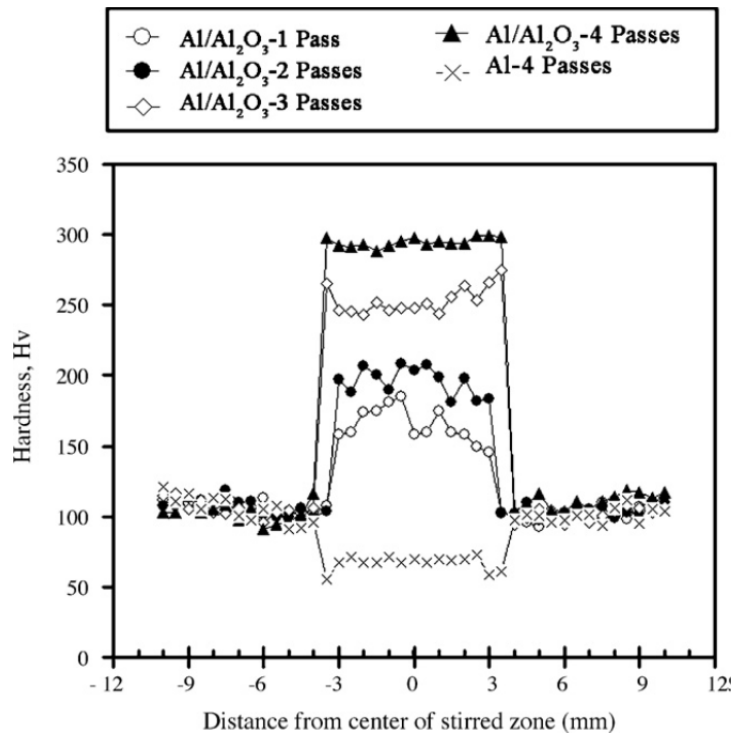
$$L = \frac{d}{2} * \sqrt{\frac{2\pi}{3V_f}} \quad (4.3)$$

Όπου, d και V_f είναι η διάμετρος και το κλάσμα όγκου των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης, αντίστοιχα.

Η μείωση αυτή της απόστασης ανάμεσα στα σωματίδια σε συνδυασμό με τη μείωση του μεγέθους αυτών, σύμφωνα με το μηχανισμό ενίσχυσης Orowan για μη διαπερατά σωματίδια, επιφέρει αύξηση της αντοχής καθώς η μέγιστη διατμητική τάση που

απαιτείται για να διαφύγει η γραμμοσταξία ανάμεσα από τα σωματίδια και να συνεχίσει να ολισθαίνει αυξάνει (βλ. Κεφ. 2.7.4).

Σε συμφωνία με τα παραπάνω έρχεται και το διάγραμμα σκληρότητας (Σχ. 4.4). που παρουσιάζουν οι Shafiei-Zarghani et al. [69]. Στο σχήμα 4.4 παρατηρείται αύξηση της σκληρότητας από τα 110 HV, που αντιστοιχούν στο μητρικό υλικό πριν την FSP, στα 165, 196, 253 και 295 HV για ένα, δύο, τρία και τέσσερα περάσματα, αντίστοιχα. Επίσης, στο προαναφερθέν σχήμα, παρατηρείται ότι καθώς αυξάνουν τα περάσματα FSP, στις περιπτώσεις με την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, η ζώνη ανάδευσης παρουσιάζει μείωση των διακυμάνσεων των τιμών μικροσκληρότητας γεγονός που αποδίδεται στην αύξηση της ομοιογένειας της συγκεκριμένης ζώνης.

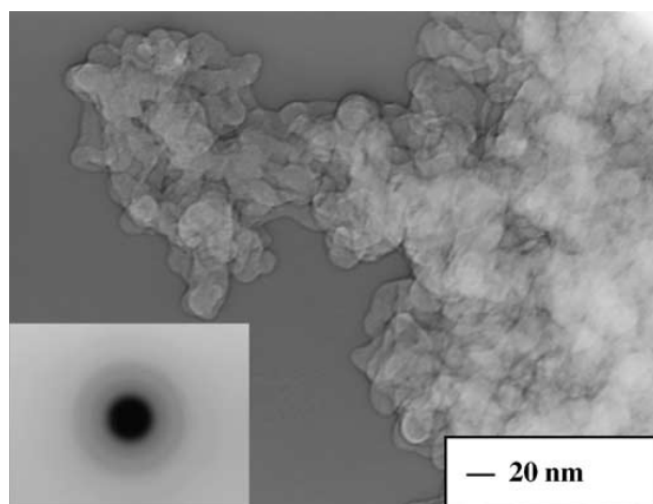


Σχήμα 4.4: Προφίλ μικροσκληρότητας HV του κράματος AA6082 (χωρίς προσθήκη Al_2O_3) έπειτα από 4 περάσματα FSP και των σύνθετων επιφανειακών στρωμάτων για 1,2,3 και 4 περάσματα FSP [69].

Ένα ακόμα μείζονος σημασίας συμπέρασμα εξάγεται από το σχήμα 4.4 για το κατεργασμένο δοκίμιο χωρίς την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης για τέσσερα περάσματα FSP. Πιο συγκεκριμένα, παρατηρείται μείωση της σκληρότητας από τα 110 HV, για το ακατέργαστο AA6082, στα 67 HV παρά τη μείωση του μεγέθους των κόκκων. Γεγονός που υποδηλώνει ότι ο κυρίαρχος μηχανισμός ενίσχυσης για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου δεν

είναι η μείωση του μεγέθους των κόκκων. Ως εκ τούτου, άλλοι παράγοντες είναι εκείνοι που διέπουν τις μηχανικές ιδιότητες της ζώνη ανάδευσης, όπως η πυκνότητα των κατακρημνισμάτων και των διαταραχών. Όπως αναφέρεται και σε παρόμοιες μελέτες [71], φαίνεται ότι η μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης είναι αποτέλεσμα της μεγέθυνσης και διάλυσης των κατακρημνισμάτων, που λαμβάνει χώρα σε αυτή, κατά τη διάρκεια της FSP, γεγονός που ισχύει για όλα τα κράματα αλουμινίου που υφίστανται σκλήρυνση δομής με θερμική κατεργασία.

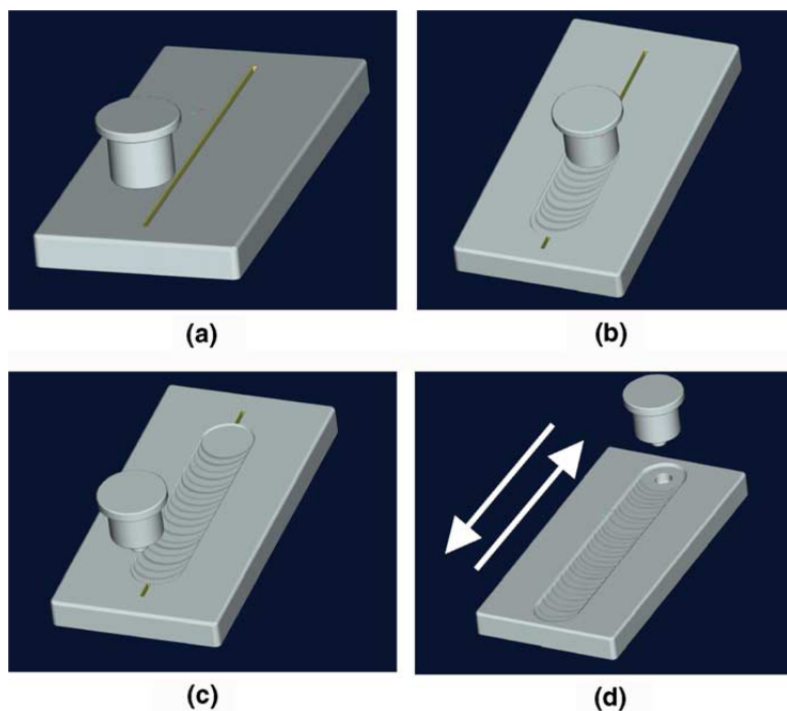
Οι Lee et al. [72] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα μαγνησίου AZ61A, ενσωματώνοντας κεραμικά σωματίδια άμορφου SiO_2 (Εικόνα 4.7) με μέση διάμετρο κόκκων 20nm, καθαρότητα ~99.9% και πυκνότητα 2,65 g/cm³.



Εικόνα 4.7: Εικόνα TEM των σωματιδίων SiO_2 , που χρησιμοποιήθηκαν ως μέσο ενίσχυσης [72].

Τα σωματίδια SiO_2 τοποθετήθηκαν σε αυλάκι ορθογωνικής γεωμετρίας (1,25mm x 6mm) που είχε δημιουργηθεί πάνω στην πλάκα AZ61A πριν πραγματοποιηθεί η κατεργασία τριβής με ανάδευση FSP. Το εργαλείο της FSP αποτελείτο από περιαιχένιο διαμέτρου 18mm και κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα, διαμέτρου 6mm, ύψους 6mm και βήματος 1mm, ενώ ένα εργαλείο που αποτελούταν μόνο από περιαιχένιο χρησιμοποιήθηκε πρώτα για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλακίων, που περιείχαν την σκόνη SiO_2 , με σκοπό την αποφυγή της εκτίναξης της λόγω της ανάδευσης που προκαλεί ο πείρος. Επιλέχθηκε η ταχύτητα περιστροφής και η ταχύτητα πρόωσης του

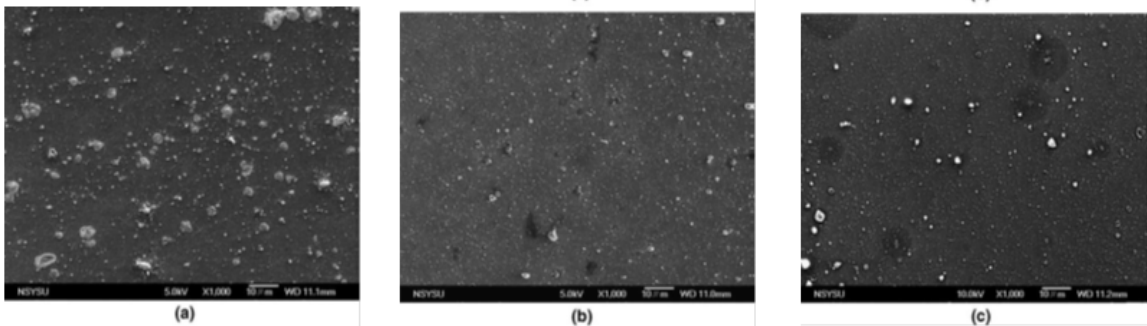
συγκεκριμένου εργαλείου να είναι σταθερές στις 800 rpm και στα 45mm/min, αντίστοιχα. Η γωνία κλίσης του εργαλείου που χρησιμοποιήθηκε ήταν 2° ενώ ο αριθμός των περασμάτων κυμάνθηκε από ένα έως τέσσερα. Τα περάσματα ήταν αντίρροπα ενώ το κάθε πέρασμα πραγματοποιείται έπειτα από ψύξη του τεμαχίου σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.



Σχήμα 4.5: Σχηματική αναπαράσταση της κατεργασίας. (a) Εισαγωγή των σωματιδίων SiO₂ στο δημιουργηθέν αυλάκι, (b) χρησιμοποίηση εργαλείου που αποτελούταν μόνο από περιαιχένιο για κλείσιμο της επιφάνειας του αυλακίου, (c) Εφαρμογή εργαλείου με πείρο για πραγματοποίηση της κατεργασίας FSP και (d) διεξαγωγή πολλαπλών περασμάτων [72].

Στην παρούσα μελέτη έμφαση δόθηκε και στην επίδραση του κλάσματος όγκου. Για τον σκοπό αυτό μελετήθηκαν οι περιπτώσεις ενός και δύο αυλακίων (ίδιας γεωμετρίας και διαστάσεων) για την εισαγωγή της σκόνης, που αντιστοιχεί σε κλάσμα όγκου 5% και 10%. Για την περίπτωση του ενός αυλακίου ο πείρος τοποθετήθηκε στην κεντρική γραμμή του αυλακίου ενώ για την περίπτωση των δύο αυλακίων ο πείρος τοποθετήθηκε στο μέσο της μεταξύ τους απόστασης.

Όπως φαίνεται στην εικόνα 4.8a για το δείγμα με μία εγκοπή (1D), μετά το πρώτο πέρασμα (1P) FSP, η διασπορά των σωματιδίων στη ζώνη ανάδευσης είναι ομοιόμορφη, ωστόσο, το μέγεθος των συσσωματωμένων σωματιδίων SiO₂ που παρατηρούνται είναι περίπου 0,6μm (πίνακας 4.2), πολύ μεγαλύτερο από το μέγεθος των μεμονωμένων σωματιδίων SiO₂ (20nm). Μετά από τέσσερα όμως περάσματα (4P) παρατηρείται σημαντική μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων SiO₂, όπως φαίνεται στην εικόνα 4.8b και 4.8c για τα δείγματα με κλάσμα όγκου 5% (1D4P) και 10% (2D4P), αντίστοιχα.



Εικόνα 4.8: Εικόνες SEM της ζώνης ανάδευσης για τα δοκίμια (a) με κλάσμα όγκου 5% και ένα πέρασμα(1D1P), (b) με κλάσμα όγκου 5% και τέσσερα περάσματα (1D4P) και (c) με κλάσμα όγκου 10% και τέσσερα περάσματα (2D4P) [72].

Παρατηρώντας τον πίνακα 4.2 διαπιστώνουμε ότι το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την FSP με τέσσερα περάσματα και για κλάσμα όγκου 5% είναι 1,8μm ενώ για κλάσμα όγκου 10% είναι 0,8μm. Η παρατήρηση αυτή μας οδηγεί στο συμπέρασμα ότι υπάρχει σημαντική εκλέπτυνση της μικροδομής σε σχέση με το υλικό πριν την FSP όπως επίσης και σε σχέση με το υλικό μετά την FSP με τις ίδιες συνθήκες χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, τα οποία είχαν μέγεθος κόκκων 75μm και 7μm, αντίστοιχα καθώς και στο συμπέρασμα ότι η αύξηση του κλάσματος όγκου συντελεί στην περαιτέρω εκλέπτυνση της μικροδομής.

Πίνακας 4.2: Συγκεντρωτικά αποτελέσματα του μέσου μεγέθους συσσωματωμένων σωματιδίων SiO₂ και του μέσου μεγέθους κόκκων της μήτρας μαγνησίου των επιφανειακά σύνθετων στρωμάτων που παράχθηκαν για δύο κλάσματα όγκου και με διάφορους αριθμούς περασμάτων [72].

Table 1
Summary of the average SiO₂ cluster size and the average AZ61 matrix grain size in the 1D (with $V_f \sim 5\%$) and 2D (with $V_f \sim 10\%$) FSP specimens

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

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

Σύμφωνα με τον πίνακα 4.3, η μείωση του μεγέθους των κόκκων, που προαναφέρθηκε, έχει ως συνέπεια την αύξηση της σκληρότητας και γενικότερα τη βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων, τόσο για το κατεργασμένο δείγμα AZ61A με τις ίδιες συνθήκες χωρίς όμως την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης όσο και για τα κατεργασμένα δείγματα με προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, σε σχέση με το ακατέργαστο AZ61A.

Πίνακας 4.3: Συγκεντρωτικά αποτελέσματα των μηχανικών ιδιοτήτων του ακατέργαστου κράματος AZ61, του κατεργασμένου AZ61 και των επιφανειακών συνθέτων [72].

Comparison of the mechanical properties of the AZ61 alloy and composites

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

YS: yield strength; UTS: ultimate tensile strength.

Πιο συγκεκριμένα, παρατηρείται αύξηση της σκληρότητας και της μέγιστης αντοχής σε εφελκυσμό (UTS) από τα 60HV και 190MPa, αντίστοιχα, που αντιστοιχούν στο μητρικό υλικό πριν την FSP, στα 72HV και 242 MPa για την περίπτωση της FSP με τις ίδιες συνθήκες χωρίς όμως την προσθήκη των

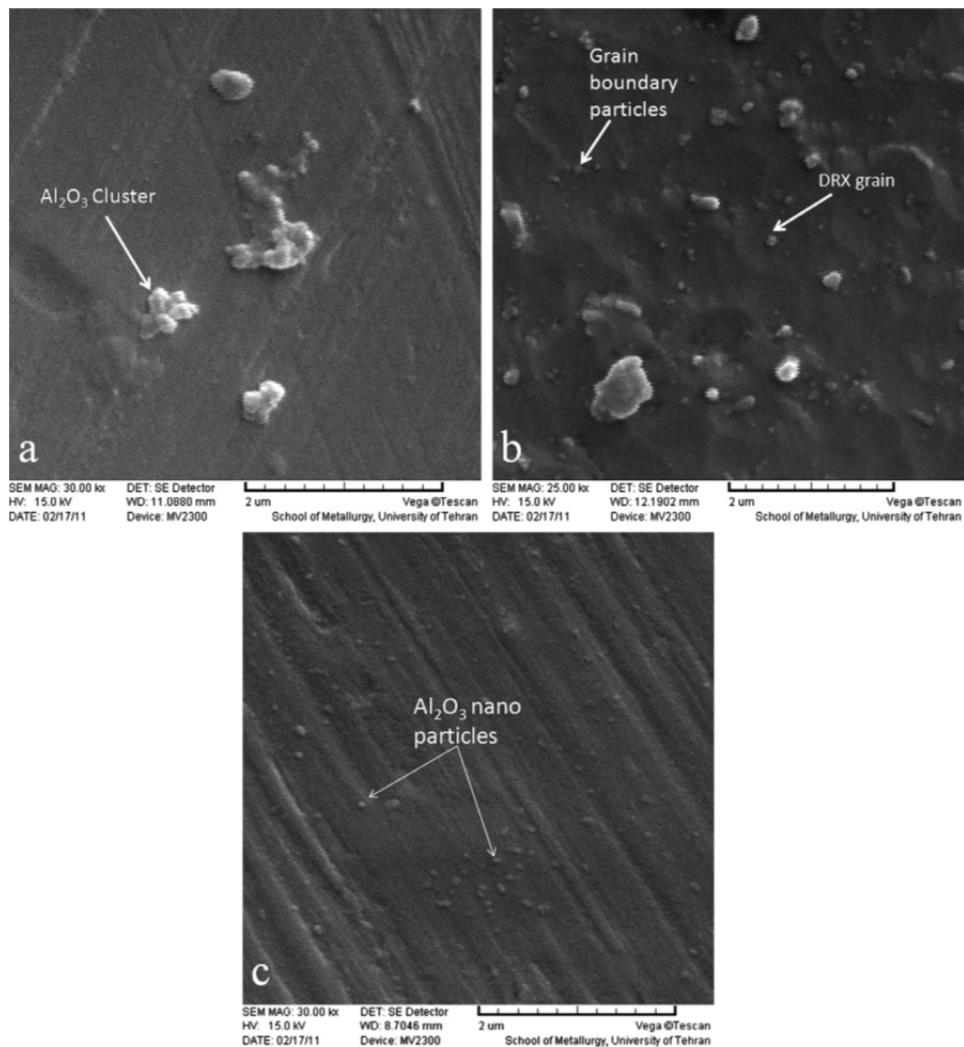
σωματιδίων ενίσχυσης. Περαιτέρω αύξηση παρατηρείται για κατεργασμένα δοκίμια με προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, κλάσματος όγκου 5%, στα 97HV και 233MPa και για κλάσμα όγκου 10% στα 105HV και 251 MPa. Τέλος, το σημείο διαρροής των δοκιμίων μετά την κατεργασία τριβής μέσω ανάδευσης FSP επίσης βελτιώθηκε στα 214 MPa για κλάσματος όγκου 5% και στα 225 MPa για κλάσματος όγκου 10%, σε σύγκριση με τα 140 MPa από το ακατέργαστο AZ61 και τα 147 MPa μετά από την κατεργασία τριβής μέσω ανάδευσης στο κράμα AZ61 χωρίς την τοποθέτηση του SiO₂.

Οι Sharifitabar et al. [73] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα αλουμινίου AA5052-H32, ενσωματώνοντας κεραμική σκόνη Al₂O₃ με μέγεθος κόκκων 50nm. Τα σωματίδια Al₂O₃ τοποθετήθηκαν σε αυλάκι ορθογωνικής γεωμετρίας (1mm x 2mm) που είχε δημιουργηθεί πάνω στην πλάκα AA5052 πριν πραγματοποιηθεί η κατεργασία τριβής με ανάδευση FSP. Το εργαλείο της FSP αποτελούταν από περιαυχένιο διαμέτρου 13,6mm και κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 5mm και ύψους 3,7mm ενώ ένα εργαλείο που αποτελούταν μόνο από περιαυχένιο χρησιμοποιήθηκε πρώτα για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλακίων, που περιείχαν την σκόνη αλούμινας, με σκοπό την αποφυγή της εκτίναξης της λόγω της ανάδευσης που προκαλεί ο πείρος. Έπειτα ο πείρος τοποθετήθηκε πάνω από την κεντρική γραμμή του αυλακίου. Μετά από μελέτη των παραμέτρων, επιλέχθηκε η ταχύτητα περιστροφής και η ταχύτητα πρόωσης του συγκεκριμένου εργαλείου να είναι στις 1600 rpm και στα 16mm/min, αντίστοιχα. Η γωνία κλίσης του εργαλείου που χρησιμοποιήθηκε ήταν 5° ενώ το κλάσμα όγκου της σκόνης Al₂O₃ ήταν 11%.

Στην παρούσα μελέτη έμφαση δόθηκε στην επίδραση των πολλαπλών περασμάτων κατά την FSP. Ο αριθμός των περασμάτων κυμάνθηκε από ένα έως τέσσερα. Τα περάσματα ήταν ομόρροπα και πραγματοποιούνταν συνεχόμενα πριν το τεμάχιο ψυχθεί σε θερμοκρασία δωματίου.

Όπως φαίνεται στην εικόνα 4.9a για το σύνθετο επιφανειακό στρώμα που παράχθηκε με ένα πέραςμα FSP, το μέσο μέγεθος των συσσωματωμένων

σωματιδίων Al_2O_3 που παρατηρούνται είναι περίπου 650nm, πολύ μεγαλύτερο από το μέγεθος των μεμονωμένων σωματιδίων Al_2O_3 (50nm). Το μέγεθος των συσσωματωμένων σωματιδίων παρουσιάζει μείωση μετά από δύο περάσματα φτάνοντας στα 320nm (Εικ. 4.9b). Συγκρίνοντας το επιφανειακό σύνθετο στρώμα που παράχθηκε με τέσσερα περάσματα, με αυτό που παράχθηκε με ένα πέρασμα FSP, το πρώτο έδειξε βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων Al_2O_3 , τα οποία χωρίζονται μεταξύ τους και το μέσο μέγεθος των συσσωματωμάτων φτάνει τα 70nm (Εικ. 4.9c). Σύμφωνα με τα παραπάνω, η διασπορά των σωματιδίων Al_2O_3 στη μήτρα αλουμινίου φαίνεται να είναι άμεσα συνδεδεμένη με τον αριθμό των περασμάτων FSP.

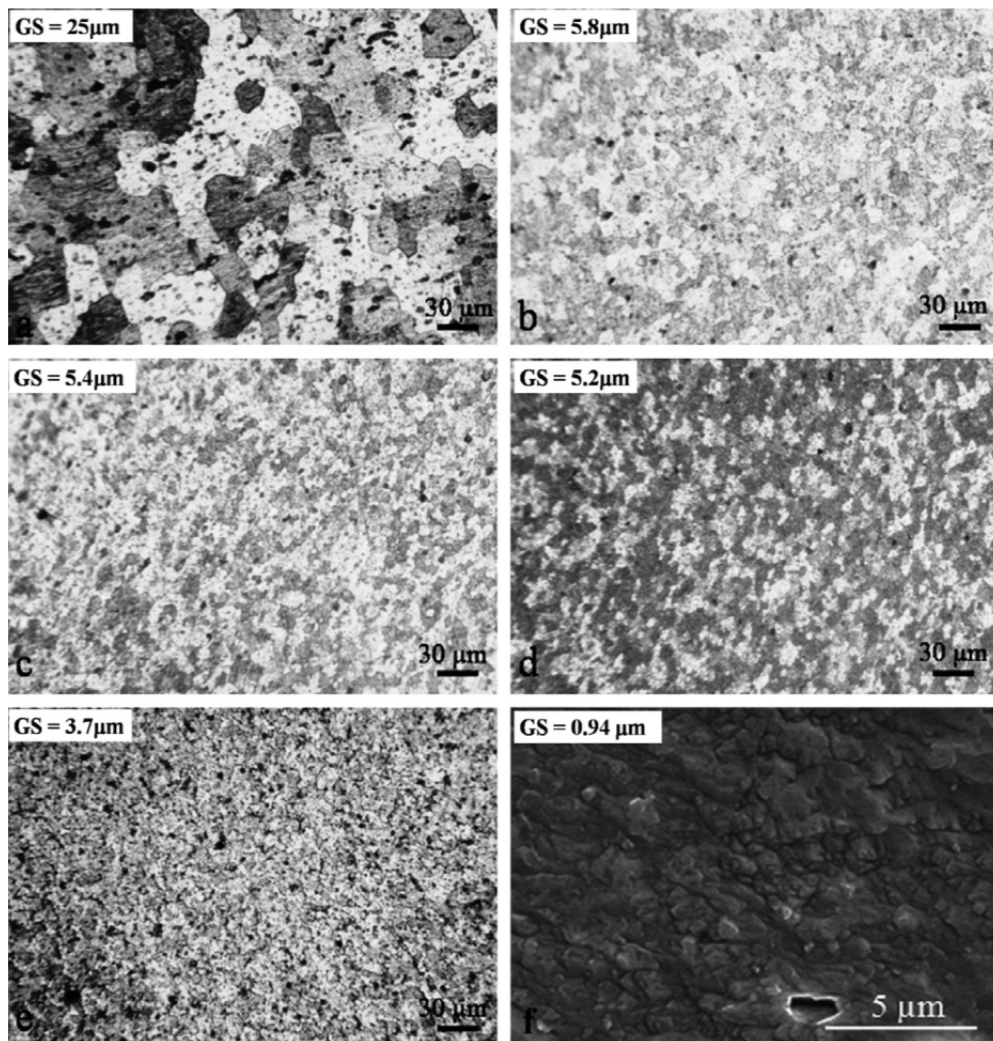


Εικόνα 4.9: Εικόνες SEM των σύνθετων ζωνών ανάδεδσης κατασκευασμένες με (a) ένα, (b) δύο και (c) τέσσερα περάσματα [73].

Κατά τους Sharifitabar et al. [73] τα κράματα αλουμινίου που έχουν υποστεί, κατά την κατασκευή τους, κατεργασία έλασης χαρακτηρίζονται από υψηλές τιμές παραμενουσών τάσεων, γεγονός το οποίο καθιστά δύσκολη την παραμόρφωση και ροή του υλικού κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος FSP. Για τον λόγο αυτό η επίδραση των πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων είναι σημαντική. Αναλυτικότερα, ο υψηλός λόγος ταχύτητας περιστροφής προς ταχύτητα πρόωσης (ω/u) προκαλεί υψηλή θερμική παροχή στο μέταλλο βάσης κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος. Στο δεύτερο πέραςμα, η θερμότητα που παράχθηκε από το πρώτο πέραςμα λειτουργεί ως προθέρμανση και οδηγεί στη μειωμένη αντοχή του μετάλλου βάσης, κατά τη διάρκεια της FSP, οδηγώντας σε εντονότερη ανάδευση σε σύγκριση με το πρώτο πέραςμα. Παρόμοιες συνθήκες ισχύουν και κατά τη διάρκεια του τρίτου και τέταρτου περάσματος. Με αποτέλεσμα η έντονη πλαστική παραμόρφωση, που προκαλείται κατά τη διάρκεια των πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων, να συντελεί στη μείωση του μεγέθους των σωματιδίων των σωματιδίων ενίσχυσης καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης.

Στην εικόνα 4.10 παρουσιάζετε η εκλέπτυνση των κόκκων που προκύπτει μετά από τέσσερα περάσματα FSP χωρίς την ύπαρξη σωματιδίων ενίσχυσης σε σύγκριση με το σύνθετο επιφανειακό στρώμα μετά από τέσσερα περάσματα FSP.

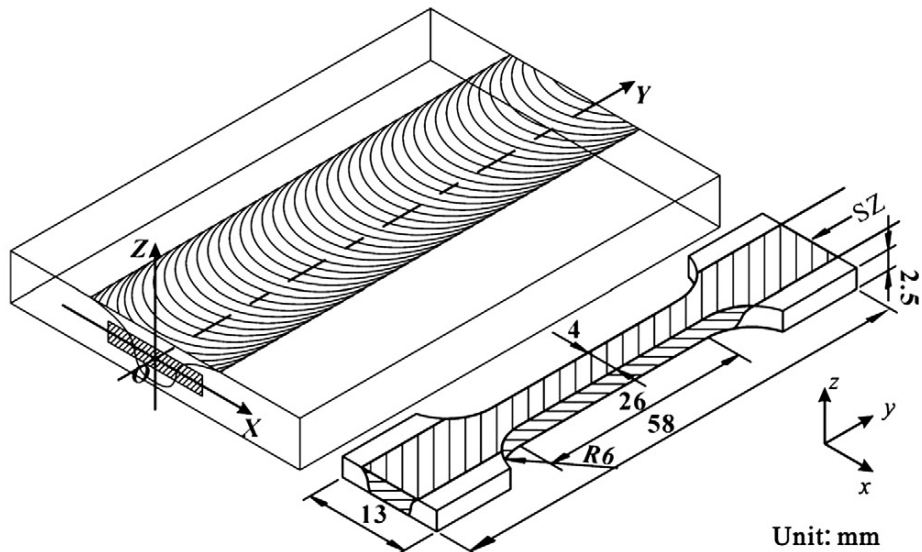
Όπως μπορούμε να παρατηρήσουμε στην εικόνα 4.10f το μέσο μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την FSP με τέσσερα περάσματα είναι $0,94\mu\text{m}$, η παρατήρηση αυτή μας οδηγεί στο συμπέρασμα ότι υπάρχει σημαντική εκλέπτυνση της μικροδομής σε σχέση με το υλικό πριν την FSP όπως επίσης και σε σχέση με το υλικό μετά την FSP με τις ίδιες συνθήκες χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, τα οποία είχαν μέγεθος κόκκων $25\mu\text{m}$ και $3,7\mu\text{m}$, αντίστοιχα.



Εικόνα 4.10: (a) Εικόνα οπτικού μικροσκοπίου για το μέταλλο βάσης; (b)-(e) εικόνες οπτικού μικροσκοπίου για τις ζώνες ανάδευσης οι οποίες παρήχθησαν χωρίς σκόνη με ένα έως τέσσερα περάσματα αντίστοιχα και (f) εικόνα SEM της μικροδομής της σύνθετης ζώνης ανάδευσης η οποία κατασκευάστηκε με τέσσερα περάσματα [73].

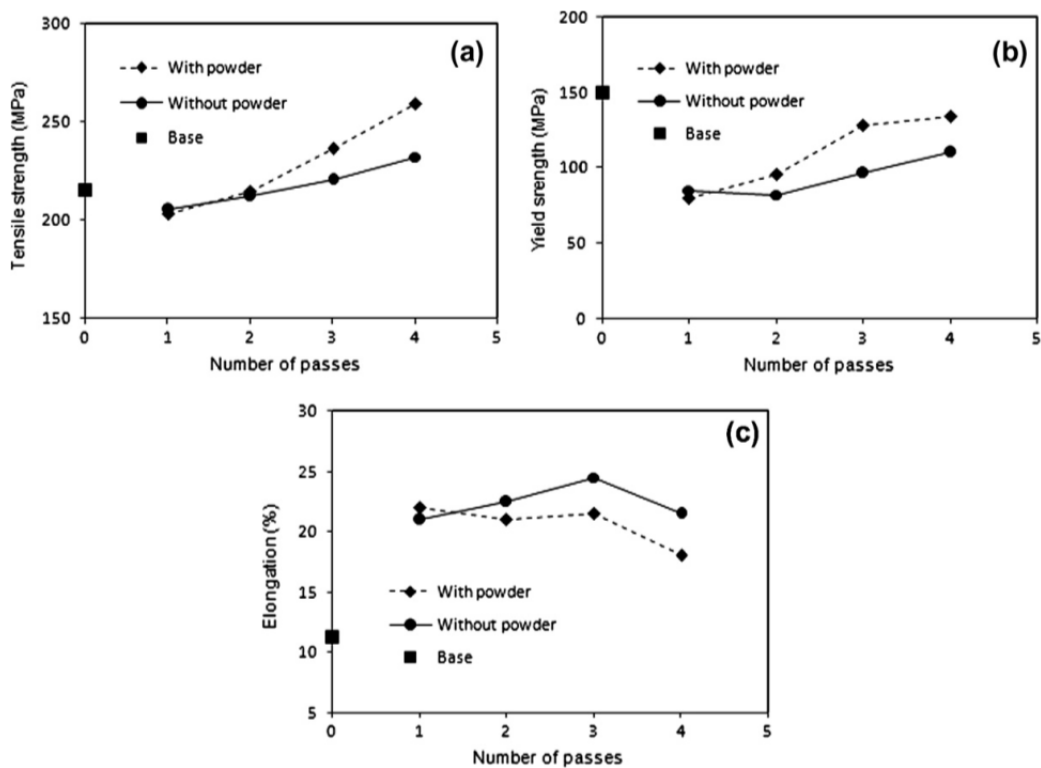
Σύμφωνα με τα χαρακτηριστικά της μικροδομής, η μεγαλύτερη συνεισφορά στις μηχανικές ιδιότητες του επιφανειακού σύνθετου στρώματος παρέχεται από τη μείωση του μεγέθους των κόκκων και την ενίσχυση Orowan, λόγω της ομοιόμορφης διασποράς των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι δύο αυτοί μηχανισμοί επιφέρουν βελτίωση της μέγιστης αντοχής σε εφελκυσμό και της επιμήκυνσης.

Οι δοκιμές εφελκυσμού πραγματοποιήθηκαν σε μηχανή Instron 4208 με ρυθμό φόρτισης $16 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Το σχήμα 4.6 δείχνει την θέση και τις διαστάσεις του δοκιμίου εφελκυσμού.



Σχήμα 4.6: Σχηματική αναπαράσταση της θέσης και των διαστάσεων των δοκιμών εφελκυσμού [73].

Στο σχήμα 4.7 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα που ελήφθησαν, σύμφωνα με τους Sharifitabar et al. [73], από τις δοκιμές εφελκυσμού για τα κατεργασμένα δοκίμια, με και χωρίς την ύπαρξη σωματιδίων ενίσχυσης, που κατασκευάστηκαν με διαφορετικό αριθμό περασμάτων.



Σχήμα 4.7: Μηχανικές ιδιότητες που εξήχθησαν από την δοκιμή εφελκυσμού, των κατεργασμένων δοκιμών, με και χωρίς την ύπαρξη σωματιδίων ενίσχυσης, που παράχθηκαν με διαφορετικό αριθμό περασμάτων [73].

Όπως παρατηρούμε στο σχήμα 4.7a και 4.7b η μέγιστη αντοχή σε εφελκυσμό και το όριο διαρροής αυξάνουν με την αύξηση των περασμάτων και κατά συνέπεια με τη μείωση του μεγέθους των κόκκων, ακλουθώντας τη σχέση Hall-Petch σύμφωνα με την οποία ισχύει:

$$\sigma = \sigma_0 + k_y * d^{-1/2} \quad (4.4)$$

όπου, σ_0 και k_y σταθερές και d το μέσο μέγεθος των κόκκων.

Επίσης στο σχήμα 3.7(c) παρατηρούμε ότι η αύξηση των περασμάτων, από ένα έως τρία, προκαλεί αύξηση της επιμήκυνσης, ειδικά για το κατεργασμένο δοκίμιο χωρίς την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης. Η εξάρτηση της επιμήκυνσης από το μέγεθος των κόκκων δίνεται από την εξίσωση [74]:

$$\varepsilon_u = \varepsilon_0 - \frac{1}{A + Bd} \quad (4.5)$$

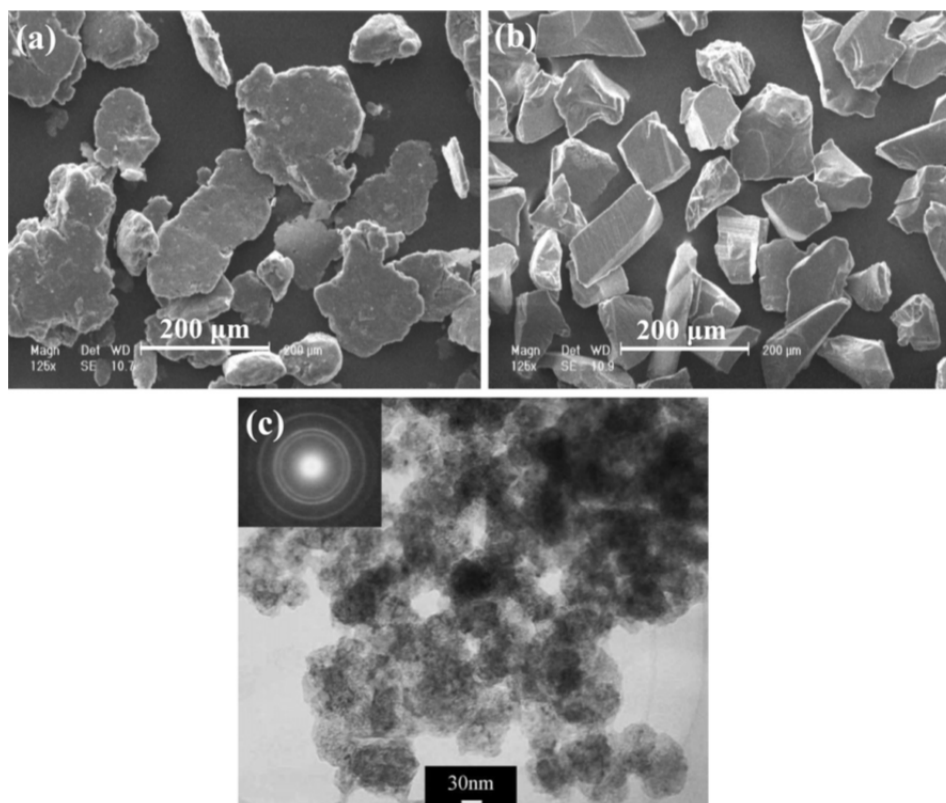
όπου, ε_0 , A και B παράμετροι που σχετίζονται με το υλικό (πειραματικά υπολογίσιμοι) και d το μέσο μέγεθος των κόκκων.

Η εξίσωση αυτή υποδηλώνει ότι η επιμήκυνση αυξάνει με τη μείωση του μεγέθους κόκκου. Πρέπει να σημειωθεί όμως ότι, για αύξηση των περασμάτων από τρία σε τέσσερα, παρατηρείται το αντίθετο φαινόμενο, δηλαδή, μείωση της επιμήκυνσης. Το γεγονός αυτό επομένως θέτει ένα κατώτερο όριο στο μέγεθος των κόκκων όπου ισχύει η παραπάνω σχέση.

Οι Υ. Mazaheri et al. [75] παρήγαγαν μικρο- και νανο- σύνθετο επιφανειακό στρώμα με τη χρήση της FSP στην επιφάνεια A356/Al₂O₃.

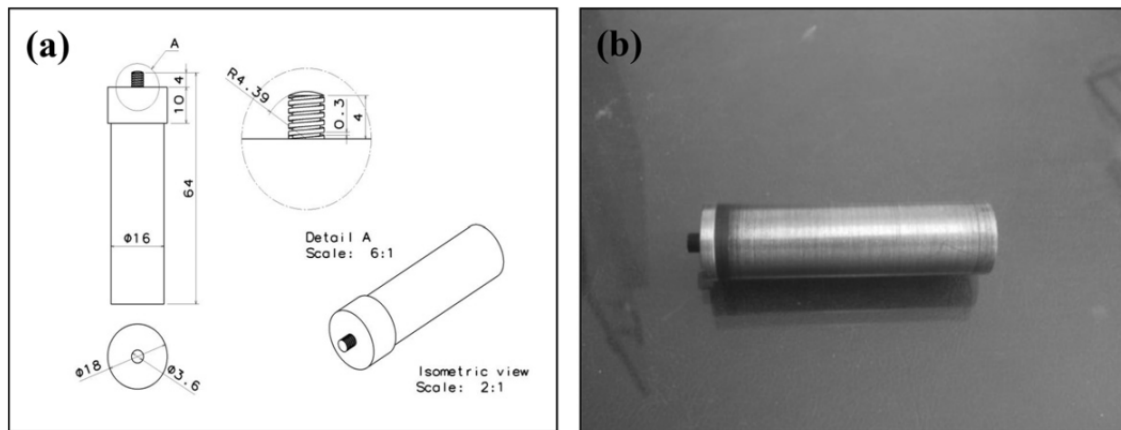
Οι συγκεκριμένοι ερευνητές δημιούργησαν ένα επιφανειακό σύνθετο επίστρωμα, πριν την κατεργασία δια τριβής μέσω ανάδευσης, με τη μέθοδο θερμού ψεκασμού (**H**igh **V**elocity **O**xy **F**uel, **HVOF**) σύνθετης σκόνης A356-5vol.%Al₂O₃. Μετά από 3 περάσματα, επιτεύχθηκε μια επίστρωση πάχους περίπου 200μm. Η παραγωγή των σύνθετων σκονών πραγματοποιήθηκε σε πλανητικό σφαιρόμυλο υψηλής ενέργειας (Retsch PM100), σε θερμοκρασία δωματίου και σε ατμόσφαιρα αργού για διάρκεια έως και 12 h.

Στην εικόνα 4.11 παρουσιάζονται τα σωματίδια του A356 καθώς και των σκονών αλούμινας, οι οποίες ήταν δύο διαφορετικών κοκκομετριών με στόχο τη δημιουργία μικρο- και νανο-συνθέτου. Τα σωματίδια του A356 είχαν ακανόνιστο σχήμα και ένα εύρος μεγέθους 200–300 μm . Τα μικρο-σωματίδια Al_2O_3 είχαν γωνιακό σχήμα και μέγεθος μεταξύ 50–100 μm , ενώ τα νανο-σωματίδια Al_2O_3 είχαν σχεδόν σφαιρικό σχήμα και μέγεθος 40nm.



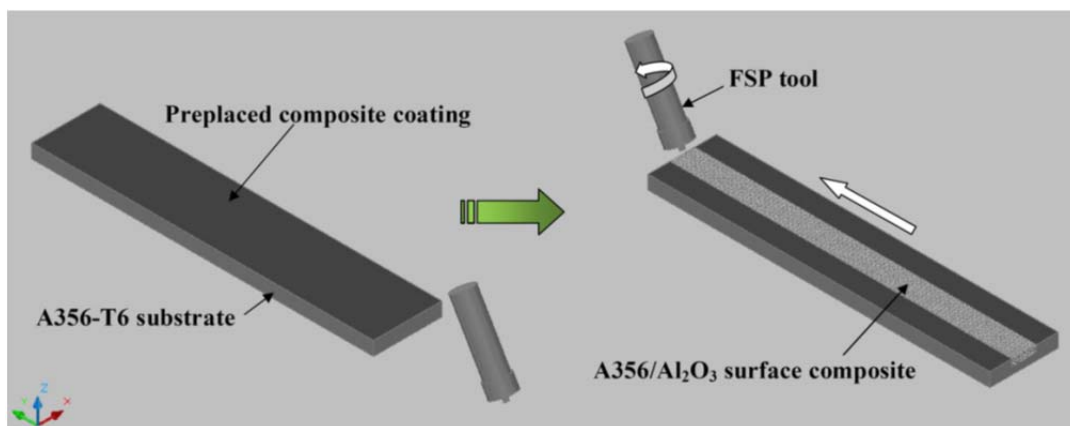
Εικόνα 4.11: Εικόνες SEM (a) των σωματιδίων του A356 και (b) της μικρο- Al_2O_3 και (c) εικόνα TEM της νανο- Al_2O_3 [75].

Οι σύνθετες σκόνες εναποτέθηκαν επάνω στα αμβολισμένα υποστρώματα του A356-T6 με ψεκασμό και στη συνέχεια υποβλήθηκαν σε κατεργασία FSP. Το εργαλείο FSP ήταν κατασκευασμένο από H13 χάλυβα και έφερε κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα, διαμέτρου 4mm και μήκους 5mm (Σχ. 4.8).



Σχήμα 4.8: (a) Σχηματική απεικόνιση των διαστάσεων του εργαλείου της FSP και (b) η γεωμετρία του ^[75].

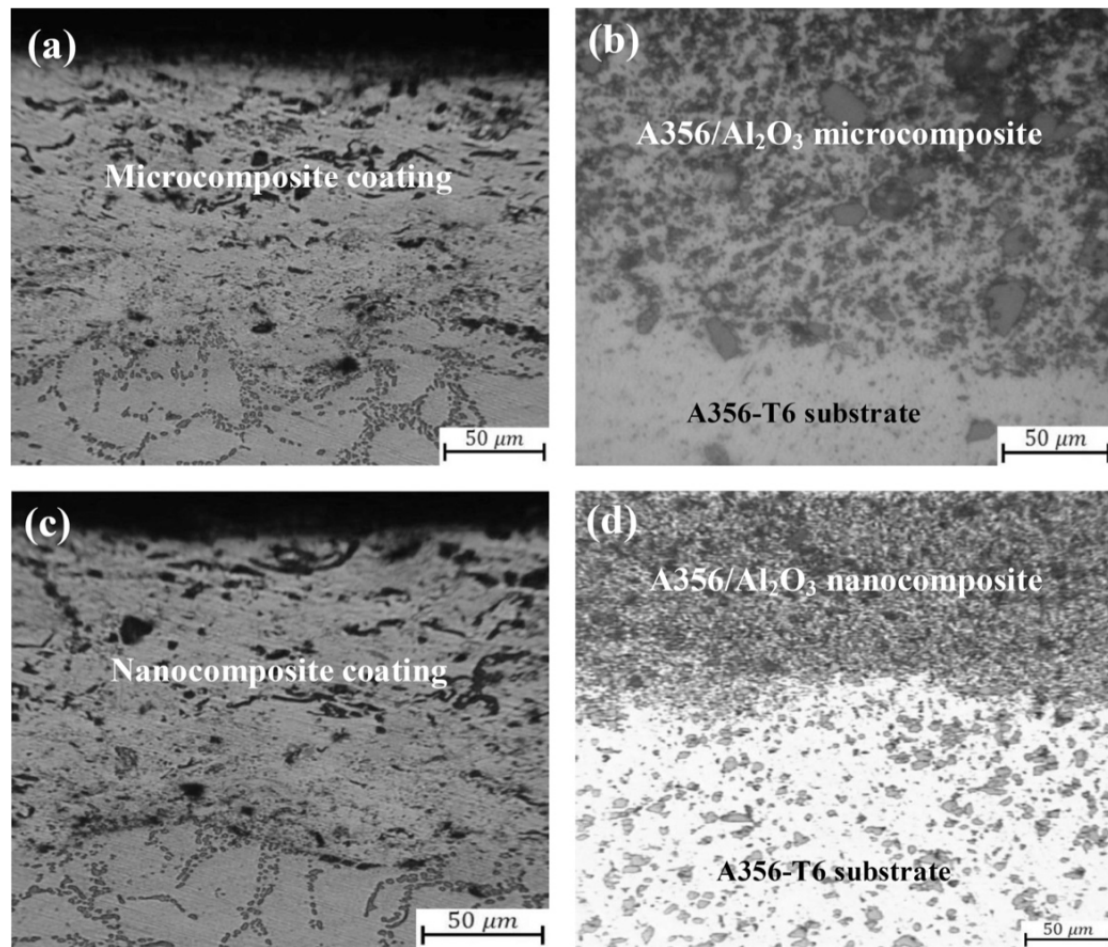
Σε όλα τα πειράματα FSP ο ρυθμός περιστροφής, η ταχύτητα πρόωσης και η κλίση του εργαλείου προς την κατεύθυνση κίνησης παρέμεναν σταθερά. Πιο συγκεκριμένα ταχύτητα περιστροφής ορίστηκε στα 1600rpm, η ταχύτητα πρόωσης στα 200 mm/min και η κλίση του εργαλείου στις 2°. Η δημιουργία της σύνθετης επιφάνειας A356/Al₂O₃ που σχεδιάστηκε για την εν λόγω μελέτη απεικονίζεται σχηματικά στο σχήμα 4.9.



Σχήμα 4.9: Σχηματική απεικόνιση των σταδίων ανάπτυξης της σύνθετης επιφάνειας A356/Al₂O₃ ^[75].

Στη εικόνα 4.12 παρουσιάζονται εγκάρσιες διατομές των επιστρώσεων και της σύνθετης επιφάνειας. Όπως μπορεί να παρατηρηθεί στην εικόνα οπτικής μικροσκοπίας 4.12a και 4.12c, οι επικαλύψεις παρουσιάζουν καλή ομοιογένεια και ομοιομορφία καθώς και καλή πρόσφυση του επιστρώματος με το υπόστρωμα. Η εικόνα 4.12b και 4.12d δείχνει οπτικές μικρογραφίες της διεπιφάνειας του επιφανειακά σύνθετου στρώματος και του υποστρώματος A356-T6 μετά την FSP. Τα σωματίδια Al₂O₃ παρουσίασαν ομοιόμορφη

κατανομή μετά την FSP εξαιτίας της έντονης ανάδευσης κατά τη διάρκεια της διαδικασίας καθώς και την απουσία ελαττωμάτων.

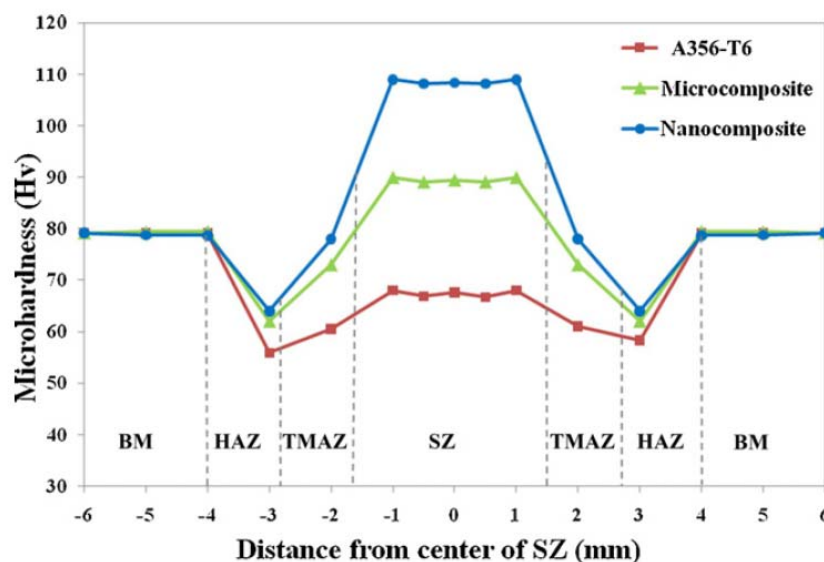


Εικόνα 4.12: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας του (a) σύνθετου επιστρώματος A356- μ Al₂O₃ (b) μικρο-σύνθετου επιφανειακού στρώματος A356/Al₂O₃ (c) σύνθετου επιστρώματος A356-nAl₂O₃ και (d) νανο-σύνθετου επιφανειακού στρώματος A356/Al₂O₃ [75].

Στο σχήμα 4.10 παρουσιάζεται το προφίλ της σκληρότητας, κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής των δειγμάτων που εφαρμόστηκε η FSP, το οποίο καθορίστηκε από τη δοκιμή μικροσκληρότητας χρησιμοποιώντας ένα διεισδυτή Vickers με φορτίο 100 g και χρόνο εφαρμογής 5sec.

Για το κατεργασμένο δείγμα A356-T6 που δεν εμπεριέχει σκόνη αλούμινας, το προφίλ της μικροσκληρότητας εμφανίζει μια γενική μείωση στη ζώνη ανάδευσης σε αντίθεση με το μέταλλο βάσης A356-T6 παρά του μικρότερου μεγέθους κόκκου. Οι τιμές της μέσης σκληρότητας του μετάλλου βάσης και της ζώνης ανάδευσης ήταν 80 και 67 Hv, αντίστοιχα. Όπως αναφέρεται και σε παρόμοιες μελέτες, φαίνεται ότι η μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης είναι αποτέλεσμα της διάλυσης των κατακρημνισμάτων

κατά τη διάρκεια της FSP. Επιπλέον, έχει παρατηρηθεί ότι η θερμότητα που παράγεται από την FSP μπορεί να αυξήσει τη θερμοκρασία στις TMAZ και στις HAZ και να οδηγήσει στην πλήρη ή μερική διάλυση των κατακρημνισμάτων στα θερμικά κατεργασμένα κράματα αλουμινίου.



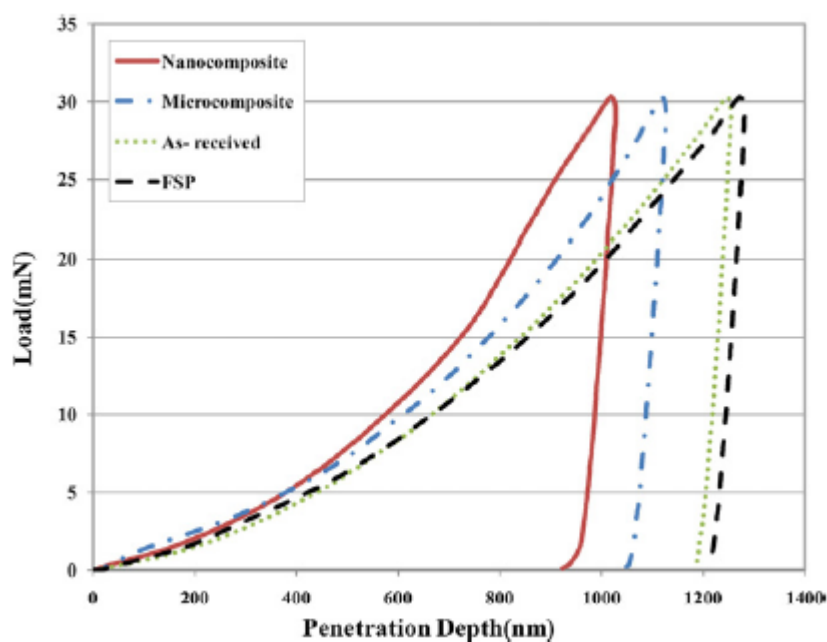
Σχήμα 4.10: Προφίλ μικροσκληρότητας κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής για το κατεργασμένο με FSP A356-T6 (χωρίς Al_2O_3), και για τα σύνθετα επιφανειακά στρώματα με μAl_2O_3 και nAl_2O_3 [75].

Ο μέσος όρος των τιμών της μικροσκληρότητας των σύνθετων επιφανειών A356- μAl_2O_3 και A356- nAl_2O_3 ήταν περίπου 90 και 110 HV, αντίστοιχα, που είναι υψηλότερο από εκείνο του ακατέργαστου και του κατεργασμένου δείγματος με FSP του A356-T6. Η σκληρότητα του επιφανειακού στρώματος του αλουμινίου ήταν σημαντικά πιο ενισχυμένη με την ενσωμάτωση των σωματιδίων Al_2O_3 , και αυξανόταν καθώς το μέγεθος των σωματιδίων Al_2O_3 μειωνόταν. Τα σωματίδια Al_2O_3 αυξάνουν την αντίσταση της μήτρας αλουμινίου στη διείσδυση του εργαλείου μέτρησης σκληρότητας.

Η σκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας του ακατέργαστου A356, του κατεργασμένου δείγματος με FSP (χωρίς Al_2O_3) και των επιφανειακά σύνθετων αξιολογήθηκαν από τις καμπύλες φορτίου-βάθους διείσδυσης που λαμβάνεται από τις δοκιμές νανοδιείσδυσης (NHTX S/N: 01-03119, CSM Instruments) με ακίδα τύπου Berkovich. Η διείσδυση πραγματοποιήθηκαν με μέγιστο φορτίο περίπου 70 mN και υπό ένα ρυθμό φόρτισης και αποφόρτισης 140 mN/min. Η σκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας υπολογίστηκαν με

συγκεκριμένο τελεστή μέσα από μια τοπική διαδικασία σύμφωνα με την μέθοδο του Oliver-Pharr (1992).

Οι καμπύλες φορτίου-βάθους διείσδυσης που ελήφθησαν από τις δοκιμές νανοδιείσδυσης καθώς και οι μηχανικές ιδιότητες των δειγμάτων που ελήφθησαν από την ανάλυση αυτών, παρουσιάζονται στο σχήμα 4.11 και στον πίνακα 4.4, αντίστοιχα.



Σχήμα 4.11: Καμπύλες φορτίου-βάθους διείσδυσης για το ακατέργαστο A356, το κατεργασμένο με FSP A356-T6 (χωρίς Al_2O_3), και για τα σύνθετα επιφανειακά στρώματα με μAl_2O_3 και nAl_2O_3 [75].

Η διαφορά στη σκληρότητα των υλικών είναι εμφανές από τη διαφορά των κορυφών βάθους για δεδομένη φόρτιση. Είναι σαφές από τα γραφήματα ότι η σκληρότητα στα σύνθετα είναι υψηλότερη από εκείνη των μη-ενισχυμένων δειγμάτων.

Πίνακας 4.4: Οι μηχανικές ιδιότητες των δειγμάτων που υπολογίστηκαν με την τεχνική της νανοδιείσδυσης [75].

Mechanical characterizations of as-received A356, FSPed sample (no Al_2O_3) and surface composite layers using nanoindentation technique.

Parameter	Value				Dimension
	As-received A356	FSPed sample (no Al_2O_3)	Microcomposite	Nanocomposite	
H_{IT}	783	750	978	1196	MPa
HV (nanoindentation)	74.7 ± 0.9	68.9 ± 1.2	89.6 ± 1.4	109.8 ± 1.1	Vickers
HV (microhardness)	79.6 ± 1.1	66.8 ± 0.9	89.8 ± 2.6	109.7 ± 2.5	Vickers
E_{IT}	74	73	81	86	GPa

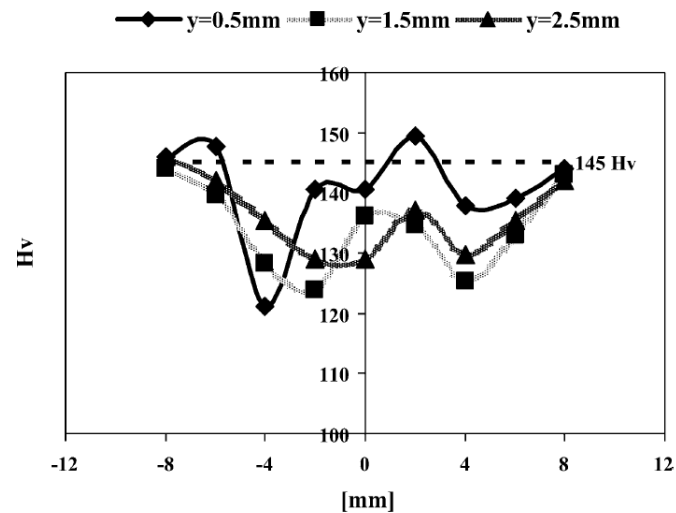
Όπως αναφέρθηκε προηγουμένως, η μείωση της σκληρότητας του κατεργασμένου δείγματος (FSP) σε σύγκριση με του ακατέργαστου A356 μπορεί να συσχετιστεί με τη διάλυση της κατακρήμνισης. Τα επιφανειακά σύνθετα A356/ Al_2O_3 παρουσίασαν υψηλότερη σκληρότητα και μέτρο ελαστικότητας σε σύγκριση με το ακατέργαστο A356 και του δείγματος FSP (χωρίς Al_2O_3) γεγονός που οφείλεται στην παρουσία σκληρών σωματιδίων αλουμίνιας. Οι πιθανοί μηχανισμοί ενίσχυσης που ενδέχεται να λειτουργούν στο ενισχυμένο με σωματίδια επιφανειακό στρώμα είναι η ενίσχυση Orowan και η ενίσχυση που προκαλείται με την μείωση του μεγέθους των κόκκων.

Οι A. Barcellona et al. [76] μελέτησαν τις ιδιότητες της μικροδομής των δυναμικά ανακρυσταλλωμένων κόκκων της ζώνης ανάδευσης που προκύπτει από τη συγκόλληση δια τριβής μέσω ανάδευσης (FSW) σε κράματα αλουμινίου τα οποία υφίστανται σκλήρυνση με θερμική κατεργασία. Ειδικότερα, τα δύο διαφορετικά κράματα αλουμινίου που μελετήθηκαν ήταν το AA2024-T4 και AA7075-T6. Οι μηχανικές ιδιότητες της ζώνης συγκόλλησης μελετήθηκαν με μετρήσεις μικροσκληρότητας, ενώ η διακύμανση της πυκνότητας των κατακρημνισμάτων μελετήθηκε μέσω της ανάλυσης εικόνας. Τέλος πραγματοποιήθηκε θερμική κατεργασία έπειτα από τη συγκόλληση με στόχο να αυξηθεί η σκληρότητα της ζώνης συγκόλλησης μέσω σκλήρυνσης με κατακρήμνιση.

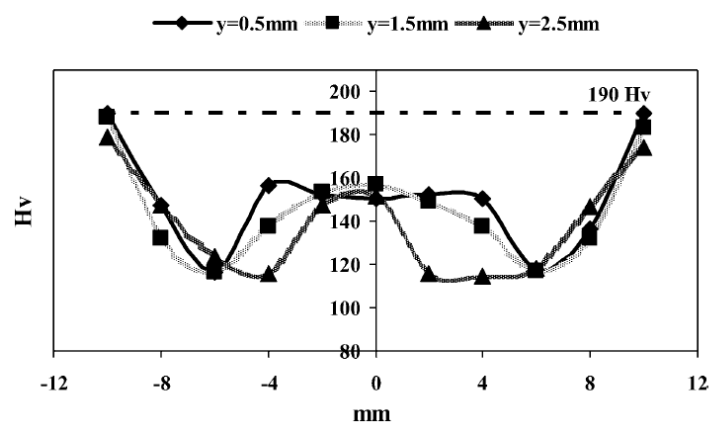
Το εργαλείο της FSW αποτελείτο από κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 3mm και ύψους 2,8mm. Μετά από μελέτη των παραμέτρων, επιλέχθηκε η ταχύτητα περιστροφής και η ταχύτητα πρόωσης του συγκεκριμένου εργαλείου να είναι στις 1040 rpm και στα 104mm/min, αντίστοιχα. Η γωνία κλίσης του εργαλείου που χρησιμοποιήθηκε ήταν 2°.

Αρχικά τα δύο διαφορετικά κράματα αλουμινίου υποβλήθηκαν σε λεπτομερή ανάλυση εικόνας προκειμένου να προσδιορισθεί η μέση τιμή της πυκνότητας των κατακρημνισμάτων. Η πυκνότητα αυτών για το κράμα αλουμινίου AA2024-T4 μετρήθηκε να είναι ίση με 2,6% ενώ για το κράμα AA7075-T6 βρέθηκε να είναι 7,25%.

Στο σχήμα 3.11 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα που ελήφθησαν, σύμφωνα με τους Barcelona et al. [76], από τις δοκιμές μικροσκληρομέτρησης για τα συγκολλημένα δοκίμια κράματος αλουμινίου AA2024-T4 και AA7075-T6.



(α)



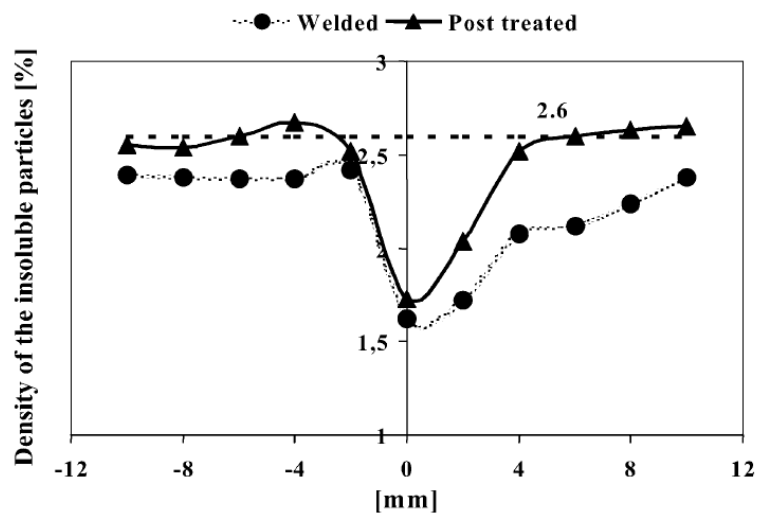
(β)

Σχήμα 4.10: Προφίλ μικροσκληρότητας κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής (α) για το συγκολλημένο κράμα αλουμινίου AA2024-T4 και (β) για το συγκολλημένο κράμα αλουμινίου AA7075-T6 [76].

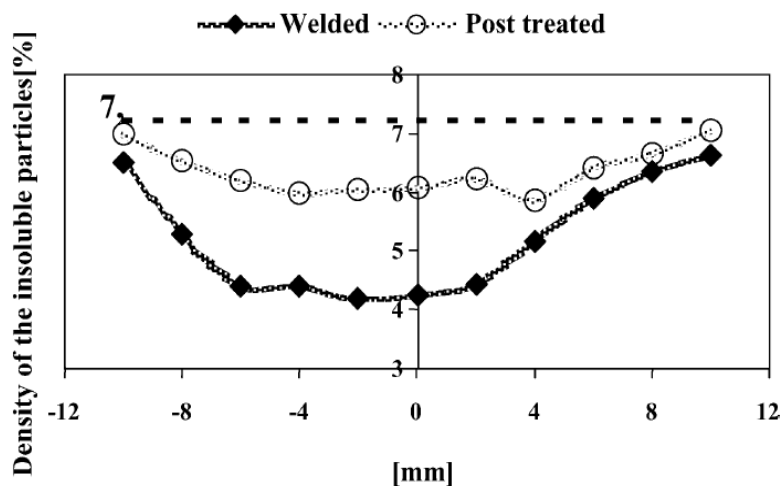
Με βάση το παραπάνω διάγραμμα μικροσκληρότητας, για διάφορα βάθη από την επιφάνεια του δείγματος (μεταβλητή y), παρατηρείται τοπικά μείωση της σκληρότητας στις συγκολλήσεις εξαιτίας της θερμικής ενέργειας

που δημιουργείται κατά τη διαδικασία συγκόλλησης. Το φαινόμενο αυτό παρατηρείται πιο έντονα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη.

Η πυκνότητα των αδιάλυτων σωματιδίων των συγκολλημένων κραμάτων αλουμινίου, πριν και μετά τη θερμική μετα-κατεργασία, αποτέλεσαν αντικείμενο έρευνας, χρησιμοποιώντας την ανάλυση εικόνας στα εγκάρσια δείγματα της συγκόλλησης (Σχ. 4.11).



(α)



(β)

Σχήμα 4.11: Πυκνότητα των κατακρημισμάτων κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής (α) για το συγκολλημένο κράμα αλουμινίου AA2024-T4 και (β) για το συγκολλημένο κράμα αλουμινίου AA7075-T6 [76].

Σύμφωνα με το σχήμα 3.11 για το συγκολλημένο δοκίμιο κράματος AA2024-T4 παρατηρείται σημαντική μείωση της πυκνότητας των κατακρημνισμάτων κυρίως στη ζώνη συγκόλλησης. Η μείωση αυτή δεν φαίνεται να βελτιώνεται ιδιαίτερα μετά τη θερμική μετα-κατεργασία. Αντίθετα, για το συγκολλημένο δοκίμιο κράματος AA7075-T6 σημαντική μείωση παρατηρείται τόσο στη ζώνη συγκόλλησης όσο και εκατέρωθεν αυτής. Έπειτα από τη θερμική μετα-κατεργασία παρουσιάζεται σημαντική αύξηση της πυκνότητας των κατακρημνισμάτων χωρίς όμως να φτάνει τις τιμές που παρατηρήθηκαν στο μέταλλο βάσης

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

5. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Εισαγωγή

Τα πειράματα για την κατεργασία των δοκιμίων με την μέθοδο διατριβής μέσω ανάδευσης (FSP), η παρατήρηση αυτών καθώς και οι μετρήσεις μικροσκληρότητας πραγματοποιήθηκαν στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας (ENT) της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου. Οι μετρήσεις των νανομηχανικών ιδιοτήτων των κατεργασμένων δοκιμίων, η παροχή των σκονών αλούμινας καθώς και ο χαρακτηρισμός αυτών, πραγματοποιήθηκαν στην Εργαστηριακή Μονάδα Νανομηχανικής και Νανοτεχνολογίας της Σχολής Χημικών Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου.

Στο κεφάλαιο αυτό περιγράφονται όλες οι πειραματικές διαδικασίες, που πραγματοποιήθηκαν κατά τη διάρκεια εκτέλεσης της μεταπτυχιακής αυτής εργασίας. Γίνεται εκτενής αναφορά στις παραμέτρους που επιλέχθηκαν για την κατεργασία διατριβής μέσω ανάδευσης των δοκιμίων, τα στάδια προετοιμασίας των δειγμάτων, καθώς και στις εργαστηριακές συσκευές, που χρησιμοποιήθηκαν για το σκοπό αυτό.

5.1 Κατεργασία δοκιμίων με τη μέθοδο διατριβής μέσω ανάδευσης (FSP)

Για τη διεξαγωγή των πειραμάτων της παρούσας εργασίας, χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο βάσης κράμα αλουμινίου και συγκεκριμένα το κράμα AA7075-T651. Τα τεμάχια, του κράματος αυτού, που χρησιμοποιήσαμε κατά την πειραματική διαδικασία ήταν πλάκες έλασης διαστάσεων 200mm x 200mm x 6mm.

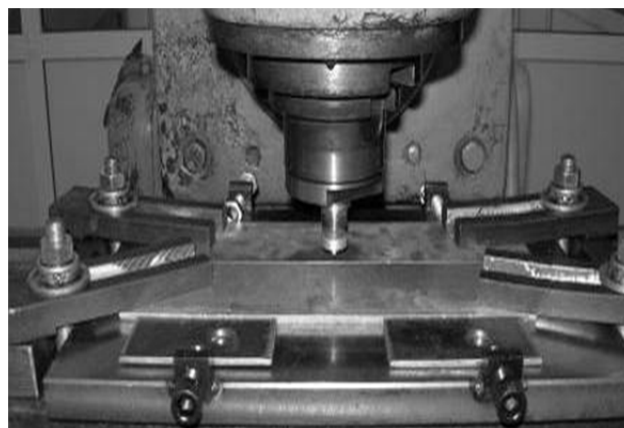
Η μηχανή που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία είναι μια τροποποιημένη φρέζα (Universal Milling Machine (Cugir) FU-32). Τα δοκίμια προς κατεργασία τοποθετούνται στην τράπεζα της

μηχανής και συγκρατούνται από τέσσερις σφιγκτήρες. Η συγκεκριμένη μηχανή έχει δυνατότητα ανάπτυξης ταχύτητας πρόωσης από 19mm/min έως 950mm/min και ταχύτητας περιστροφής από 32rpm έως 1500rpm. Εφαρμόζοντας τις κατάλληλες παραμέτρους πραγματοποιείται η κατεργασία.

Στο σημείο αυτό πρέπει να αναφέρουμε ότι η κατεργασία (FSP) πραγματοποιήθηκε παράλληλα στη φορά της έλασης που υπέστη το τεμάχιο και ότι η διείσδυση του πείρου ήταν τέτοια, ώστε να εξασφαλίζεται ικανοποιητική επαφή του περιαιχενίου με την επιφάνεια του τεμαχίου.



(α)



(β)

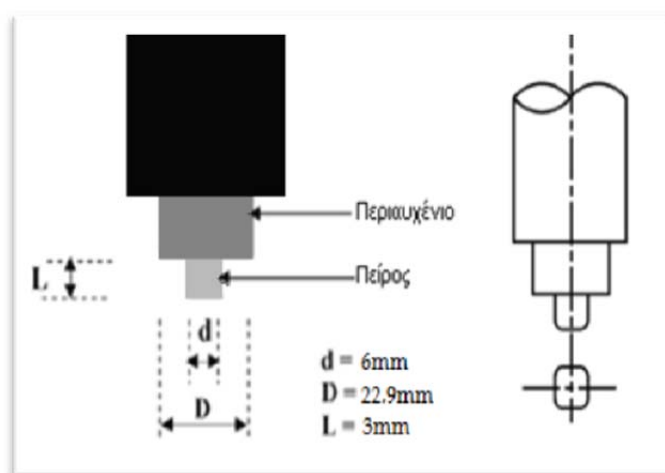
Εικόνα 5.1: α) Μηχανή Συγκόλλησης (τροποποιημένη φρέζα) , β) Τράπεζα της μηχανής συγκόλλησης

5.1.1. FSP χωρίς προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης

Αρχικά παρασκευάστηκαν δοκίμια με τη μέθοδο δια τριβής μέσω ανάδευσης χωρίς την προσθήκη σωματιδίων αλούμινας με σκοπό την εύρεση των βέλτιστων παραμέτρων της κατεργασίας για το συγκεκριμένο κράμα. Οι παράμετροι της κατεργασίας έχουν πρωταρχικό ρόλο για την αποφυγή ελαττωμάτων. Οι παράμετροι που διερευνήθηκαν στο αρχικό αυτό στάδιο ήταν η γεωμετρία του εργαλείου, η κλίση του, η ταχύτητα πρόωσης και η ταχύτητα περιστροφής.

Γεωμετρία εργαλείου

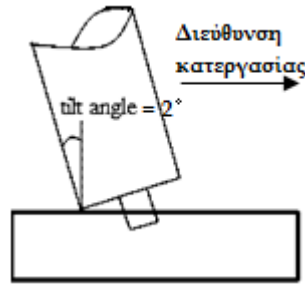
Πιο συγκεκριμένα, το εργαλείο που επιλέχθηκε, έπεται από βιβλιογραφική μελέτη, αποτελείτο από επίπεδο περιαιχένιο διαμέτρου 22,9mm και τετραγωνικό πείρο διαγωνίου 6mm και μήκους 3mm. Ο κύριος λόγος που επιλέχθηκε η συγκεκριμένη γεωμετρία του πείρου είναι λόγω της διευκόλυνσης που προκαλεί στη ροή του πλαστικοποιημένου υλικού γύρω από αυτό σε σχέση με άλλες γεωμετρίες. Το εργαλείο κατασκευάστηκε από θερμικά κατεργασμένο εργαλειοχάλυβα SVERKER 21 με σκληρότητα 61 HRC.



Σχήμα 5.1.: Σχηματική αναπαράσταση της γεωμετρίας και των διαστάσεων του εργαλείου που χρησιμοποιήθηκε.

Γωνία κλίσης εργαλείου

Έχει αποδειχθεί ότι μια κατάλληλη κλίση του άξονα προς την πίσω κατεύθυνση εξασφαλίζει ότι το περιαιχένιο του εργαλείου συγκρατεί το αναδευόμενο, από τον πείρο, υλικό και το μεταφέρει αποδοτικά από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου [71]. Για τον λόγο αυτό μελετήθηκε και η κλίση που θα εφαρμοζόταν στο εργαλείο σε σχέση με το τεμάχιο. Η κλίση που επιλέχθηκε είναι 2° αφού στις 0° και 1° παρατηρήθηκαν ελαττώματα. Περαιτέρω αύξηση της κλίσης δεν κρίθηκε σκόπιμη.



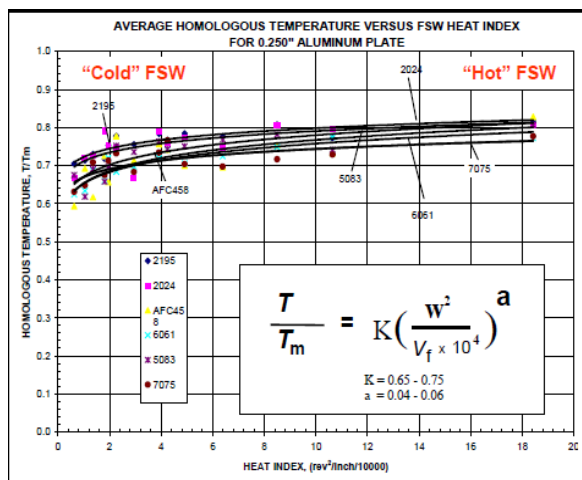
Σχήμα 5.2.: Σχηματική αναπαράσταση της γωνίας κλίσης του εργαλείου.

Ταχύτητα πρόωσης και περιστροφής

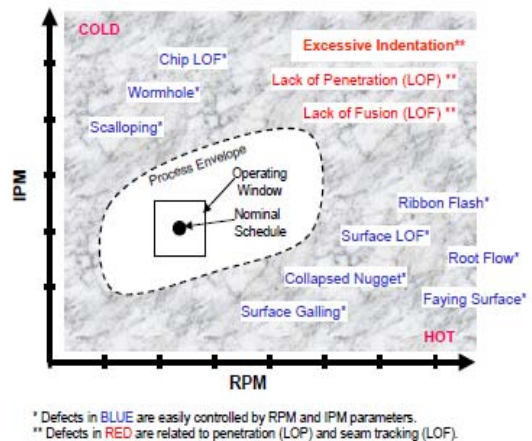
Σύμφωνα με προηγούμενες μελέτες που πραγματοποιήθηκαν από τους Arbegast et al. [77], για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου, παρουσιάζεται ένα εύρος τιμών ομόλογης θερμότητας (T/T_m) που θέτει ουσιαστικά όρια στο ζεύγος τιμών των ταχυτήτων του εργαλείου (ω^2/v) της FSP ορίζοντας μια περιοχή τιμών βέλτιστης λειτουργίας σε επίπεδο ροής υλικού και απουσίας ατελειών, σύμφωνα με την σχέση ομόλογης θερμότητας (T/T_m):

$$\frac{T}{T_m} = K * \left(\frac{\omega^2}{v * 10^4} \right)^a \tag{5.1}$$

όπου, T η μέγιστη θερμοκρασία που αναπτύσσεται κατά τη FSW-FSP, T_m το σημείο τήξης του κράματος, ω η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου, v η ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου, a μια σταθερά (0,04-0,06) και K μια σταθερά (0,65-0,75).



(α)



(β)

Σχήμα 5.3.: (α) Διάγραμμα μέσης ομόλογης θερμοκρασίας συναρτήσει του δείκτη θερμότητας για διάφορα κράματα αλουμινίου και (β) Ποιοτικό διάγραμμα μεταβολής της ταχύτητας πρόωσης συναρτήσει της ταχύτητας περιστροφής για την FSW στο οποίο απεικονίζονται ο βρόγχος βέλτιστης λειτουργίας.

Σύμφωνα με το σχήμα 5.3a, το οποίο κατασκευάστηκε από πειραματικά αποτελέσματα των Arbegast et al. [76], η περιοχή των τιμών μέσης ομόλογης θερμότητας που δίνουν βέλτιστα αποτελέσματα για το κράμα 7075 βρίσκεται μεταξύ των τιμών μέσης ομόλογης θερμότητας 0,72-0,755. Εισάγοντας τις τιμές αυτές στην εξίσωση (5.1), για $\alpha=0,05$ και $K=0,7$, εξάγουμε τα αντίστοιχα όρια τιμών του λόγου ω^2/ν , τα οποία είναι 17.567-45.392. Σύμφωνα με το εύρος τιμών του λόγου ω^2/ν και κρατώντας την ταχύτητα πρόωσης σταθερή στα 30mm/min υπολογίστηκαν τα αντίστοιχα όρια τιμών της ταχύτητας περιστροφής, τα οποία είναι 726rpm-1167rpm. Από τα παραπάνω όρια τιμών της ταχύτητας περιστροφής και βάση των δυνατοτήτων της μηχανής, επιλέξαμε τρεις ταχύτητες περιστροφής. Αναλυτικότερα, επιλέχθηκαν οι 750rpm, 950rpm, και 1180rpm ενώ σκόπιμο κρίθηκε να μελετηθεί και μια ακόμα μεγαλύτερη ταχύτητα περιστροφής, η οποία αποτελεί το άνω όριο της συγκεκριμένης μηχανής FSP, αυτή των 1500rpm, προκειμένου να εξάγουμε τη βέλτιστη τιμή της ταχύτητας περιστροφής, ως προς το αποτέλεσμα της στη μικροδομή και των μηχανικών ιδιοτήτων του κράματος AA7075-T651.

5.1.2. FSP με προσθήκη σωματιδίων Ενίσχυσης

Μετά την εύρεση των βέλτιστων παραμέτρων της κατεργασίας για το κράμα AA7075-T651, πραγματοποιήθηκαν πειράματα κατεργασίας διατριβής μέσω ανάδευσης με προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, με σκοπό τη δημιουργία ενός σύνθετου επιφανειακού στρώματος.

Οι παράμετροι που διερευνήθηκαν σε αυτό το στάδιο ήταν το είδος και το μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης, το κλάσμα όγκου αυτών, ο αριθμός και το είδος των περασμάτων καθώς και η ταχύτητα περιστροφής.

Σωματίδια ενίσχυσης

Τα σωματίδια ενίσχυσης που επιλέχθηκαν ήταν σωματίδια αλούμινας (Al_2O_3) λόγω των πολύ καλών μηχανικών τους ιδιοτήτων, της υψηλής δυστηκτότητας τους και της ικανοποιητικής πρόσφυσης που παρουσιάζουν με μεταλλικά επιστρώματα. Συγκεκριμένα, επιλέχθηκαν δύο μεγέθη σωματιδίων

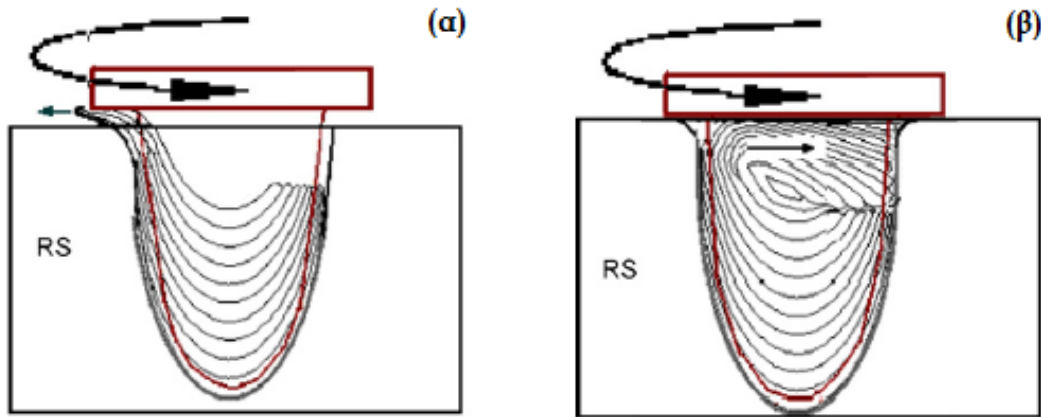
Al_2O_3 , μέσης διαμέτρου $2\mu\text{m}$ και 20nm , με σκοπό τη μελέτη της επιρροής του μέγεθος των σωματιδίων στις ιδιότητες του επιφανειακού σύνθετου στρώματος.

Εισαγωγή σωματιδίων ενίσχυσης

Για την παραγωγή των βέλτιστων δοκιμίων αρχικά έπρεπε να διερευνηθεί ο τρόπος εισαγωγής των σωματιδίων. Μετά από έρευνα καταλήξαμε ότι βέλτιστος τρόπος εισαγωγής των σωματιδίων είναι με την δημιουργία αυλακιών, όπου η παροχή των σωματιδίων ενίσχυσης είναι συνεχής. Η διάνοιξη των αυλακιών πραγματοποιήθηκε με τη χρήση κάθετης φρέζας Ver-Mac JTM-4VS.

Η γεωμετρία και ο αριθμός των αυλακιών μελετήθηκε τόσο βιβλιογραφικά όσο και πειραματικά και τα καλύτερα αποτελέσματα δόθηκαν με τη δημιουργία δύο αυλακιών διπλής γεωμετρίας και με διπλά αυλάκια ορθγωνικής γεωμετρίας διαφορετικών διαστάσεων. Η περαιτέρω μελέτη, όπως αυτή θα αναπτυχθεί στο κεφάλαιο 6, οδήγησε στην επιλογή του βέλτιστου εκ των δύο.

Η σχεδίαση των αυλακιών που προαναφέραμε, και τα οποία αναλύονται στη συνέχεια, βασίστηκε στην ισχύουσα ροή υλικού, όπως αυτή παρουσιάστηκε από πληθώρα ερευνητών [78.79]. Σύμφωνα λοιπόν με τους συγκεκριμένους ερευνητές δύο διαφορετικά είδη ροής υφίσταται για τη συγκεκριμένη κατεργασία. Απλουστευμένα μπορεί να ειπωθεί ότι τα είδη ροής διακρίνονται στη ροή η οποία υποκινείται από το περιουχένιο (shoulder-driven flow), η οποία πραγματοποιείται στα άνω στρώματα της ζώνης ανάδευσης και μεταφέρει κυρίως υλικό από την υποχωρούμενη πλευρά προς την προωθούμενη (Σχ.5.4β), και στη ροή η οποία υποκινείται από τον πείρο (pin-driven flow), η οποία πραγματοποιείται στα κάτω στρώματα της ζώνης ανάδευσης και μεταφέρει κυρίως υλικό από την προωθούμενη πλευρά προς την υποχωρούμενη (Σχ.5.4α).



Σχήμα 5.4: (α) Περίπτωση της ροής η οποία υποκινείται από τον πείρο, (β) Συνένωση του υποκινούμενου από το περιαιχένιο υλικού με το αντίστοιχα υποκινούμενο από τον πείρο.

Σύμφωνα λοιπόν με τις παραπάνω παρατηρήσεις, το αυλάκι που τοποθετήθηκε στην προωθούσα πλευρά σχεδιάστηκε με σκοπό να τροφοδοτεί με μεγαλύτερη ποσότητα σκόνη Al_2O_3 το κάτω τμήμα της ζώνης ανάδευσης όπου η ροή του υλικού επηρεάζεται από τον πείρο. Αντίθετα, το αυλάκι που τοποθετήθηκε στην υποχωρούσα πλευρά σχεδιάστηκε με σκοπό να τροφοδοτεί με μεγαλύτερη ποσότητα σκόνης Al_2O_3 το άνω τμήμα της ζώνης ανάδευσης όπου η ροή του υλικού επηρεάζεται κυρίως από το περιαιχένιο.

Η ποσότητα της φάσης ενίσχυσης που τοποθετείται στα δημιουργηθέντα αυλάκια με σκοπό τη διασπορά της στη ζώνη ανάδευσης προσδιορίζεται ως ο όγκος της φάσης αυτής προς τον όγκο διασποράς της. Ως όγκος της φάσης ενίσχυσης ορίζεται ο όγκος των αυλακιών ($V_{grooves}$) ενώ ως όγκος διασποράς ορίζεται ο όγκος της ζώνης ανάδευσης (V_{SZ}). Ο λόγος του πρώτου προς τον δεύτερο αποτελεί το κλάσμα όγκου της φάσης ενίσχυσης (V_f).

$$V_f = \frac{V_{grooves}}{V_{SZ}} = \frac{A_{grooves} \cdot L}{A_{SZ} \cdot L} \quad (5.3)$$

όπου, $A_{grooves}$ το εμβαδόν των αυλακιών, A_{SZ} το εμβαδόν της ζώνης ανάδευσης και L το μήκος που επεκτείνονται στο τεμάχιο (τρίτη διάσταση).

Γνωρίζοντας όμως ότι η τρίτη διάσταση (L) για τον υπολογισμό του όγκου τόσο της ζώνης ανάδευσης, όσο και των αυλακιών είναι κοινή, και

κατά συνέπεια απαλείφεται από την εξίσωση 5.2., προκύπτει ότι το κλάσμα όγκου των σωματιδίων ισούται με το εμβαδό των αυλακίων προς το εμβαδό της ζώνης ανάδευσης. Επομένως:

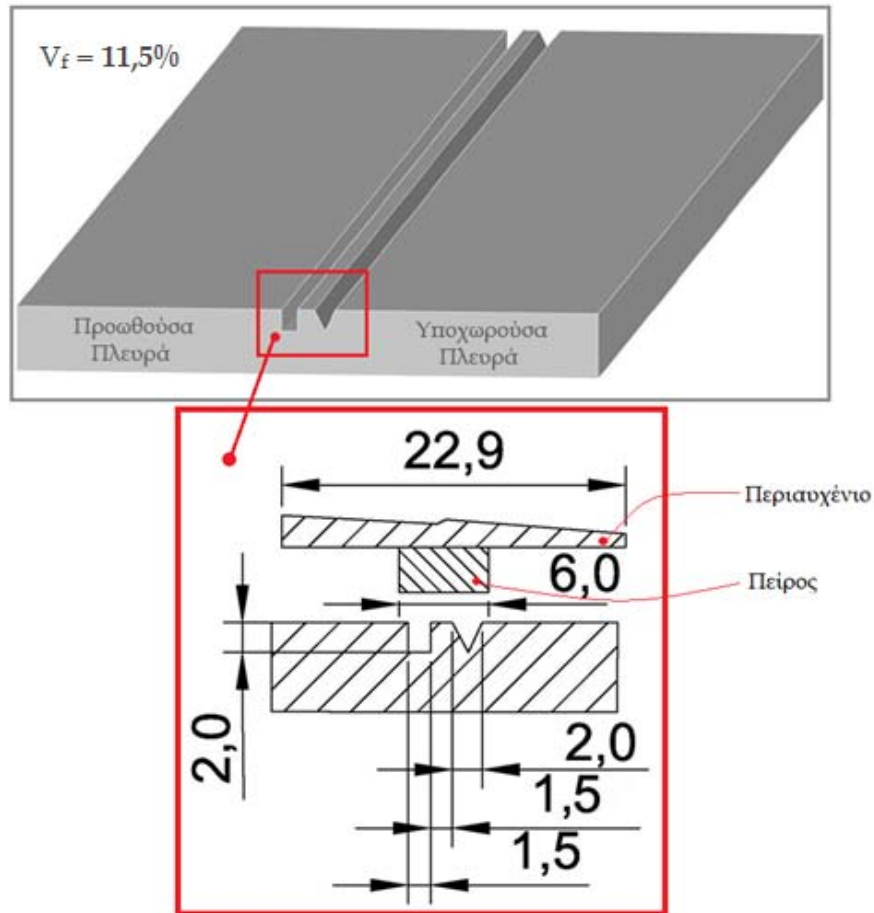
$$V_f = \frac{A_{grooves}}{A_{SZ}} \quad 5.3$$

Στην περίπτωση των αυλακίων διπλής γεωμετρίας, ακολουθώντας τους κανόνες ροής υλικού, δημιουργήθηκε ένα αυλάκι τύπου V (τριγωνικής γεωμετρίας) πλάτους 2mm και βάθους 2mm στην υποχωρούσα πλευρά και ένα αυλάκι ορθογωνικής γεωμετρίας πλάτους 1,5mm και βάθους 2mm στην προωθούσα πλευρά (Σχ. 5.5).

Το κλάσμα όγκου για αυτή την περίπτωση υπολογίστηκε σύμφωνα με την σχέση 5.3, θέτοντας την επιφάνεια της ζώνης ανάδευση ως ανεστραμμένο τραπέζιο με δεδομένες διαστάσεις απόλυτα εναρμονισμένες με τις αντίστοιχες του εργαλείου.

$$V_f = \frac{A_{groove(AS)} + A_{groove(RS)}}{A_{SZ}} = \frac{(1,5mm \cdot 2mm) + \left(2mm \cdot 2mm \cdot \frac{1}{2}\right)}{\left(\frac{22,9mm + 6mm}{2}\right) \cdot 3mm} = 0,115$$

Σύμφωνα με τα παραπάνω, προκύπτει ότι το κλάσμα όγκου για τα αυλάκια διπλής γεωμετρίας είναι 11,5%.



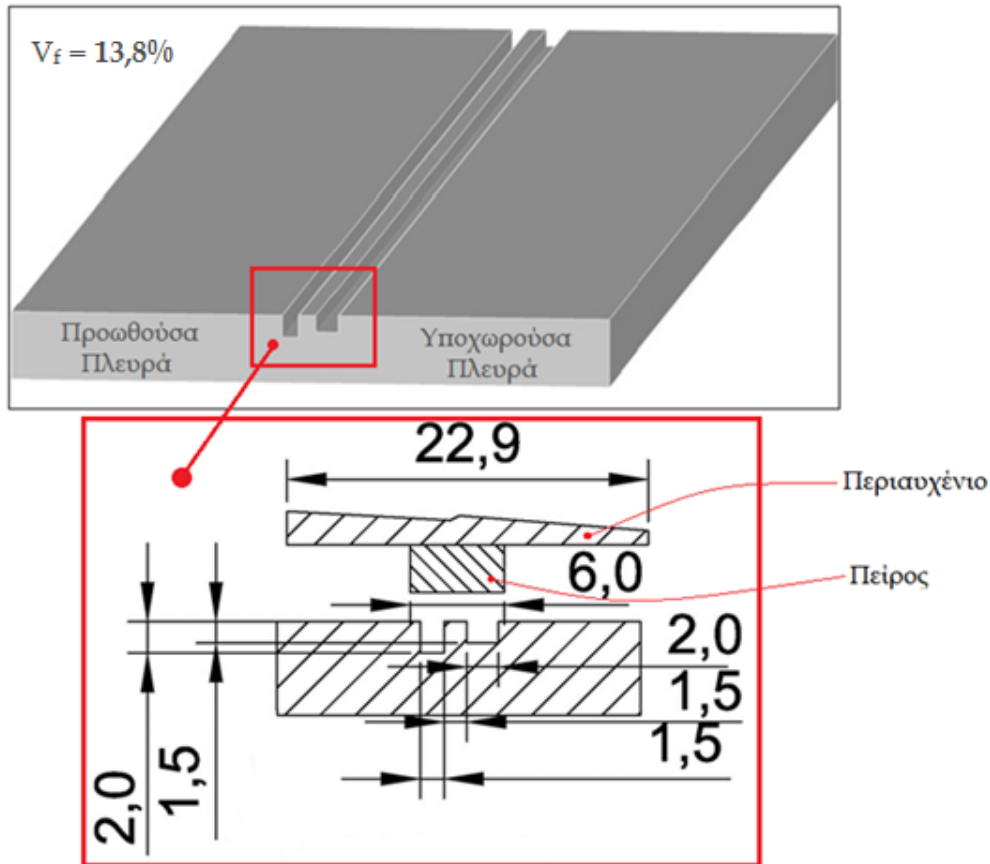
Σχήμα 5.5.: Σχηματική αναπαράσταση του τεμαχίου και των αυλακιών διπλής γεωμετρίας που χρησιμοποιήθηκαν για την εισαγωγή του μέσου ενίσχυσης.

Στις διπλά αυλάκια ορθογωνικής γεωμετρίας, το αυλάκι που σχεδιάστηκε στην υποχωρούσα πλευρά είχε πλάτος 2mm και βάθος 1,5mm ενώ στην προωθούσα πλευρά είχε πλάτος 1,5mm και βάθος 2 mm (Σχ. 5.6).

Το κλάσμα όγκου και για την συγκεκριμένη περίπτωση υπολογίστηκε σύμφωνα με την σχέση 5.3.

$$V_f = \frac{A_{groove(AS)} + A_{groove(RS)}}{A_{SZ}} = \frac{(1,5mm \cdot 2mm) + (2mm \cdot 1,5mm)}{\left(\frac{22,9mm + 6mm}{2}\right) \cdot 3mm} = 0,138$$

Με βάση τον παραπάνω υπολογισμό, το κλάσμα όγκου για τα διπλά αυλάκια ορθογωνικής γεωμετρίας είναι 13,8%.



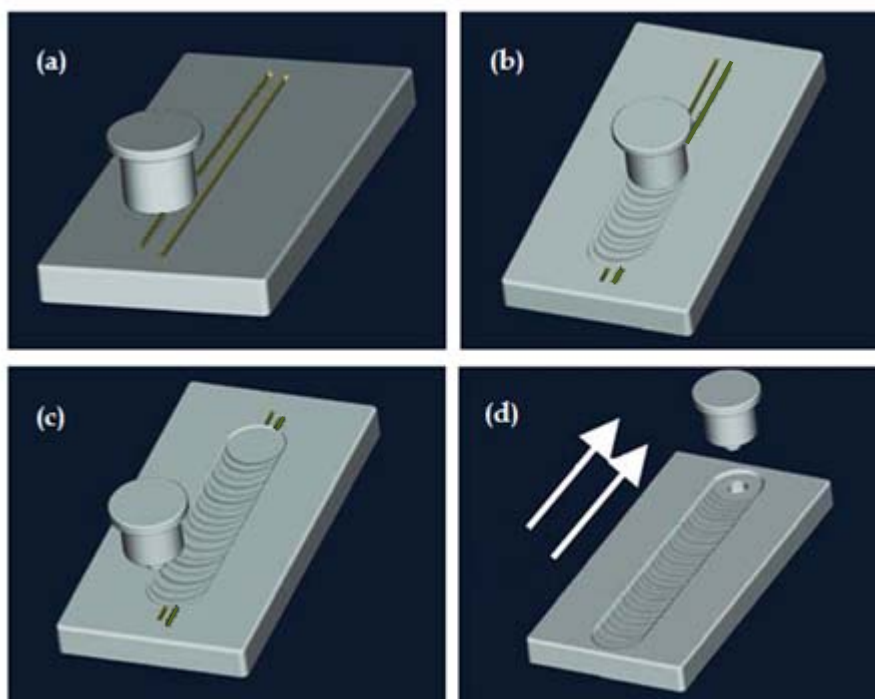
Σχήμα 5.6.: Σχηματική αναπαράσταση του τεμαχίου και των αυλακιών ορθογωνικής γεωμετρίας που χρησιμοποιήθηκαν για την εισαγωγή του μέσου ενίσχυσης.

Αριθμός και είδος των περασμάτων

Όπως προαναφέραμε, κατά τους Sharifitabar et al. [73], τα κράματα αλουμινίου που έχουν υποστεί, κατά την κατασκευή τους, κατεργασία έλασης χαρακτηρίζονται από υψηλές τιμές παραμενουσών τάσεων, γεγονός το οποίο καθιστά δύσκολη την παραμόρφωση και ροή του υλικού κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος FSP. Για τον λόγο αυτό σημαντική είναι η επίδραση των πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων. Αναλυτικότερα, ο υψηλός λόγος της ταχύτητας περιστροφής προς την ταχύτητα πρόωσης (ω/u) προκαλεί υψηλή θερμική παροχή στο μέταλλο βάσης κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος. Στο δεύτερο πέραςμα, η θερμότητα που παράχθηκε από το πρώτο πέραςμα λειτουργεί ως προθέρμανση και οδηγεί στη μειωμένη αντοχή του μετάλλου βάσης, κατά τη διάρκεια της FSP, οδηγώντας σε εντονότερη ανάδευση σε σύγκριση με το πρώτο πέραςμα. Παρόμοιες συνθήκες ισχύουν

και κατά τη διάρκεια του τρίτου και τέταρτου περάσματος. Με αποτέλεσμα η έντονη πλαστική παραμόρφωση, που προκαλείται κατά τη διάρκεια των πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων, να συντελεί στη μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης.

Με βάση λοιπόν τις παραπάνω παρατηρήσεις, τα περάσματα που πραγματοποιήθηκαν επιλέχθηκε να είναι διαδοχικά και ομόρροπα ενώ ο αριθμός τους κυμάνθηκε από ένα σε δύο περάσματα. Στο σημείο αυτό είναι απαραίτητα να σημειωθεί ότι ένα εργαλείο που αποτελούταν μόνο από περιαιχένιο χρησιμοποιήθηκε πρώτα για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλακιών, που περιείχαν την σκόνη αλουμίνας, με σκοπό την αποφυγή της εκτίναξης της λόγω της ανάδευσης που προκαλεί ο πείρος.



Σχήμα 5.7: Σχηματική αναπαράσταση της κατεργασίας. (α) Εισαγωγή των σωματιδίων Al_2O_3 στο δημιουργηθέν αυλάκι, (β) χρησιμοποίηση εργαλείου που αποτελούταν μόνο από περιαιχένιο για κλείσιμο της επιφάνειας του αυλακίου, (γ) Εφαρμογή εργαλείου με πείρο για πραγματοποίηση της κατεργασίας FSP και (δ) διεξαγωγή διαδοχικών ομόρροπων περασμάτων.

Ταχύτητα περιστροφής

Η ταχύτητα περιστροφής επαναπροσδιορίστηκε, έχοντας σταθερές τις υπόλοιπες παραμέτρους που αναπτύξαμε στο κεφάλαιο 5.1.1, καθώς με την εισαγωγή των σωματιδίων ενίσχυσης απαιτείται μεγαλύτερη πρόσδοση θερμότητας για τη ροή του υλικού και κατά συνέπεια για την καλή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης.

5.2 Προετοιμασία των δοκιμών

Κοπή των δοκιμών

Από τη πλάκα του αλουμινίου πραγματοποιήθηκε κοπή, με την βοήθεια δισκοτόμου, δοκιμών με διαστάσεις 100mm x 15mm x 6mm. Τα δοκίμια αυτά χρησιμοποιήθηκαν, μετά από τη λείανση, τη στίλβωση και τη χημική προσβολή, για τη μελέτη της δομής (μεταλλογραφία) του υλικού. Τα δοκίμια κόπηκαν εγκάρσια, έτσι ώστε να διακρίνεται σε τομή η επιφάνεια τους. Η κοπή πραγματοποιήθηκε σε δισκοτόμο του οίκου Struers τύπου Discotom 50.

Λείανση

Η λείανση είναι η διεργασία με την οποία εξαφανίζονται διάφορες ανωμαλίες που τυχόν υπάρχουν στην επιφάνεια του υλικού μας. Ουσιαστικά, με τη λείανση, μειώνεται η τραχύτητα της επιφάνειας του υλικού μας και είναι δυνατόν να αποκαλυφθεί η δομή του έπειτα από στίλβωση και χημική προσβολή.

Τα λειαντικά χαρτιά περιείχαν καρβίδιο του πυριτίου. Το καρβίδιο του πυριτίου αποτελεί ένα πολύ καλό λειαντικό μέσο διότι είναι αδρανές, πολύ σκληρό και παρουσιάζει υψηλή μηχανική αντοχή. Κατά τη διάρκεια της λείανσης στον περιστροφικό δίσκο, υπήρχε κατάλληλη τροφοδοσία νερού ώστε να αποφευχθούν φαινόμενα αύξησης της θερμοκρασίας λόγω της αναπτυσσόμενης τριβής. Επίσης, η τροφοδοσία νερού συνέβαλε στην ψύξη

του δοκιμίου και στην απομάκρυνση των υπολειμμάτων της τριβής (υπολείμματα υλικού και κόκκων καρβιδίου του πυριτίου), που θα μπορούσαν να προκαλέσουν χαράξεις στην επιφάνεια των δοκιμίων.

Για την λείανση των κάθετων διατομών των κατεργασμένων δοκιμίων χρησιμοποιήθηκαν λειαντικά χαρτιά από 500 έως 4000grit.

Στίλβωση

Η στίλβωση είναι μια μέθοδος βελτίωσης της ποιότητας της επιφάνειας ενός υλικού και λαμβάνει χώρα μετά τη λείανση.

Μετά τη λείανση το δοκίμιο είναι αρκετά λείο, όμως παραμένουν σε αυτό μικρές γραμμές που προήλθαν με την απόξεση του υλικού από τους κόκκους του λειαντικού χαρτιού. Με τη στίλβωση, αυτές οι χαραγές απομακρύνονται και το δοκίμιο φαίνεται στιλπνό και λαμπερό ενώ παρουσιάζει μεγάλη ανακλαστικότητα.

Για τη στίλβωση των κάθετων διατομών των κατεργασμένων δοκιμίων χρησιμοποιήθηκαν πάστα αλούμινας. Η πάστα αυτή έχει μέγεθος κόκκων $\sim 1\mu\text{m}$ και $\sim 0,1\mu\text{m}$ αντίστοιχα.

Χημική προσβολή

Μετά τη στίλβωση ακολούθησε χημική προσβολή των δοκιμίων με χημικά αντιδραστήρια. Με τη χημική προσβολή επιδιώκεται η αποκάλυψη της μικροδομής του εξεταζόμενου υλικού. Η προσβολή πραγματοποιήθηκε με εμβάπτιση του δοκιμίου στο κατάλληλο αντιδραστήριο.

Στα εξεταζόμενα δοκίμια αλούμινιου, σκοπός της χημικής προσβολής ήταν η διάκριση της μικροδομής. Το αντιδραστήριο που χρησιμοποιήθηκε ήταν διάλυμα με σύσταση 20ml HNO_3 , 3ml HCl , 2ml HF και 175 ml H_2O [80] ενώ ο χρόνος εμβάπτισης, των δοκιμίων στο συγκεκριμένο διάλυμα, ήταν $\sim 15\text{sec}$.

Με τη προσβολή η επιφάνεια του δοκιμίου γινόταν θαμπή και χρησιμοποιήθηκε οινόπνευμα ώστε να σταματήσει η επίδραση του αντιδραστηρίου.

5.3 Παρατήρηση δοκιμίων με στερεοσκόπιο

Το στερεοσκόπιο βρίσκει εφαρμογές εκεί που χρειάζεται να παρατηρηθεί σε μεγέθυνση η εξωτερική μορφολογία ενός αντικείμενου ή ιστού, όταν χρησιμοποιείται κάθετα προσπίπτων ή πλάγιος φωτισμός οργανισμού, ή η εσωτερική μορφολογία διαφανών ή διαφανοποιημένων παρασκευασμάτων όταν αυτά φωτίζονται από κάτω. Με αυτό το όργανο επιτυγχάνεται στερεοσκοπική εικόνα του δείγματος από διαφορετική γωνία. Τα στερεοσκόπια είτε έχουν αντικειμενικούς φακούς σταθερής εστιακής απόστασης (μεγέθυνσης) είτε μεταβαλλόμενης (zoom). Συνήθως τα όργανα αυτά μπορούν να μεγεθύνουν μέχρι περίπου x64 γιατί μεγαλύτερες μεγεθύνσεις έχουν πολύ μικρό βάθος εστίασης και επομένως οι εικόνες δε μπορούν πλέον να θεωρηθούν στερεοσκοπικές. Το παρασκεύασμα συνήθως δε χρειάζεται καμία προετοιμασία και μπορεί να παρατηρηθεί αρκεί να μπορεί να τοποθετηθεί στο οπτικό πεδίο του μικροσκοπίου.

Στα στερεοσκόπια ο φωτισμός του παρασκευάσματος μπορεί να γίνει και από πάνω και από κάτω. Τα πιο σύγχρονα στερεοσκόπια διαθέτουν και σύστημα φωτισμού με υπεριώδη ακτινοβολία για μετατροπή τους σε μικροσκόπια φθορισμού.

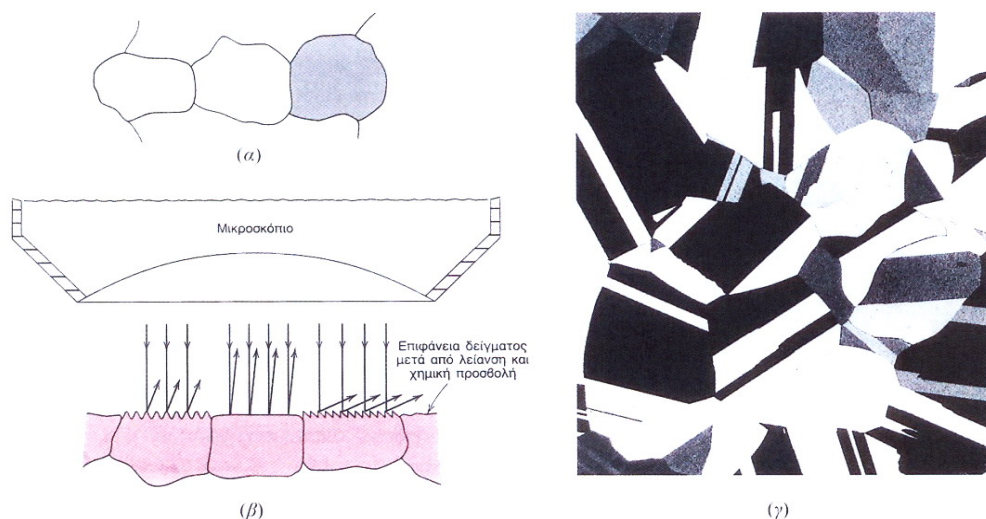
Για καλύτερη παρατήρηση συνιστάται η χρήση ισχυρής φωτεινής πηγής με λαμπτήρα αλογόνου και οπτικές ίνες.

Στην παρούσα μελέτη τα δοκίμια παρατηρήθηκαν αρχικά μακροσκοπικά, στο στερεοσκόπιο MZ6 του οίκου LEICA.

5.4 Παρατήρηση δοκιμίων με οπτικό μικροσκόπιο ^[35]

Στην οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιείται το μικροσκόπιο προσπίπτουσας δέσμης φωτός. Τα βασικά του στοιχεία περιλαμβάνουν τα διάφορα οπτικά μέρη και τα συστήματα φωτισμού. Σε υλικά που είναι αδιαφανή στο ορατό φως (όλα τα μέταλλα και πολλά κεραμικά και πολυμερή) μόνο η επιφάνεια μπορεί να είναι αντικείμενα παρατήρησης και

το μικροσκόπιο προσπίπτουσας δέσμης φωτός πρέπει να χρησιμοποιείται στη θέση ανάκλασης (reflecting mode). Οι αντιθέσεις στην παραγόμενη εικόνα προκύπτουν από διαφορές στην ανακλαστικότητα διάφορων περιοχών της μικροδομής. Έρευνες τέτοιου τύπου συχνά καλούνται μεταλλογραφικές, καθώς κι η τεχνική εφαρμόστηκε για πρώτη φορά στα μέταλλα.

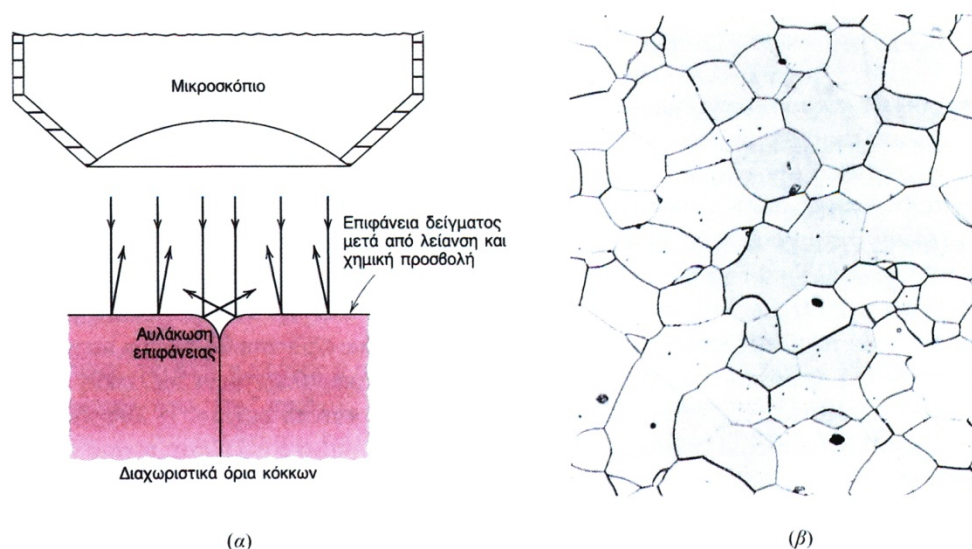


Σχήμα 5.8: Επίδραση των χαρακτηριστικών της χημικής προσβολής στην υφή της επιφάνειας και από κόκκο σε κόκκο εξαιτίας των διαφορών του κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού.

Κανονικά απαιτείται προσεκτική και σχολαστική προετοιμασία της επιφάνειας προκειμένου να αναδειχθούν οι σημαντικές λεπτομέρειες της μικροδομής. Η επιφάνεια του δοκιμίου πρέπει πρώτα να λειανθεί και κατόπιν να στιλβωθεί σε τέτοιο βαθμό ώστε να είναι γυαλιστερή σαν καθρέφτης. Η μικροδομή αποκαλύπτεται με κατεργασία της επιφάνειας χρησιμοποιώντας ένα κατάλληλο χημικό αντιδραστήριο σε μια διαδικασία που ονομάζεται χημική προσβολή (etching). Η χημική αντιδραστικότητα των κόκκων μερικών μονοφασικών υλικών εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό. Συνεπώς, σε ένα πολυκρυσταλλικό δείγμα τα χαρακτηριστικά της χημικής προσβολής διαφέρουν από κόκκο σε κόκκο. Το σχήμα 5.8β δείχνει πως ένα κάθετα προσπίπτον φως ανακλάται από τρεις επιφανειακούς κόκκους διαφορετικών προσανατολισμών που έχουν υποστεί χημική προσβολή. Το σχήμα 5.8α απεικονίζει την αντίστοιχη επιφανειακή δομή, όπως αυτή θα εμφανιζόταν σε ένα μικροσκόπιο. Η φωτεινότητα ή η υφή του κάθε κόκκου εξαρτάται από τις ιδιότητες ανάκλασης αυτού. Μια

μικρογραφία πολυκρυσταλλικού δείγματος που εμφανίζει αυτά τα χαρακτηριστικά παρουσιάζεται στο σχήμα 5.8γ.

Επίσης, εξαιτίας της διαδικασίας της χημικής προσβολής σχηματίζονται μικρές αυλακώσεις κατά μήκος των διαχωριστικών ορίων των κόκκων. Καθώς τα άτομα που βρίσκονται κατά μήκος των περιοχών των ορίων των κόκκων είναι χημικά περισσότερο ενεργά, διαλύονται με ένα μεγαλύτερο ρυθμό σε σχέση με αυτά που βρίσκονται μέσα στους κόκκους. Αυτές οι αυλακώσεις γίνονται διακριτές όταν τις βλέπουμε κάτω από ένα μικροσκόπιο επειδή αντανακλούν το φως με μια γωνία διαφορετική από αυτή των ίδιων των κόκκων. Αυτό το φαινόμενο απεικονίζεται στο σχήμα 5.9α. Το σχήμα 5.9β δείχνει τη φωτομικρογραφία ενός πολυκρυσταλλικού δείγματος του οποίου οι αυλακώσεις των ορίων των κόκκων φαίνονται αρκετά καθαρά ως σκούρες γραμμές.



Σχήμα 5.9.: Τμήμα ενός διαχωριστικού ορίου κόκκων και της αυλάκωσης της επιφάνειας του εξαιτίας της χημικής προσβολής.

Όταν πρόκειται να εξετασθεί η μικροδομή ενός διφασικού κράματος επιλέγεται ένα κατάλληλο χημικό αντιδραστήριο το οποίο παράγει διαφορετική υφή σε κάθε φάση, ώστε οι διαφορετικές φάσεις να μπορούν να διακριθούν μεταξύ τους.

5.5 Μεταλλογραφικός έλεγχος με Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης

Η μεταλλογραφική εξέταση του μετάλλου βάσης, της εγκάρσιας τομής των κατεργασμένων δοκιμίων καθώς και οι σκόνες του οξειδίου του αλουμινίου πραγματοποιήθηκαν με τη βοήθεια ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (S.E.M.).

Η **Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης** (Scanning Electron Microscopy, SEM) είναι μία από τις σύγχρονες και ευέλικτες μεθόδους ανάλυσης της μικροδομής μεγάλου αριθμού υλικών.

Η ικανότητα των οπτικών μικροσκοπιών περιορίζεται λόγω της φύσης του φωτός σε επίπεδα μεγεθύνσεων έως 1000x και σε διακριτική ικανότητα έως 0.2 μm. Στις αρχές της δεκαετίας του '30 υπήρχε ήδη η ανάγκη για εξέταση του εσωτερικού του κυττάρου (πυρήνας, μιτοχόνδρια κλπ.) που απαιτούσε μεγεθύνσεις μεγαλύτερες του 10,000 x. Η απαίτηση αυτή οδήγησε στην ανακάλυψη και εφαρμογή των ηλεκτρονικών μικροσκοπιών. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης (TEM, Transmission Electron Microscope) ήταν το πρώτο είδος ηλεκτρονικού μικροσκοπίου και στη συνέχεια ακολούθησε το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM, Scanning Electron Microscope).

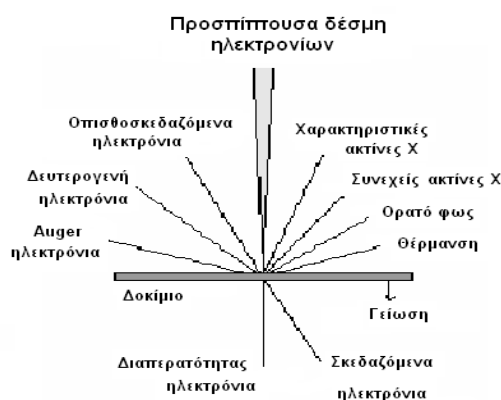
Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι ένα όργανο που λειτουργεί όπως περίπου και ένα οπτικό μικροσκόπιο μόνο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας, η οποία δημιουργείται από υπερθέρμανση νήματος βολφραμίου, αντί για φως, για να εξετάσει αντικείμενα σε λεπτομερή κλίμακα. Τα ηλεκτρόνια λόγω της κυματικής τους φύσης μπορούν να εστιαστούν όπως και τα φωτεινά κύματα αλλά σε πολύ μικρότερη επιφάνεια (π.χ. κόκκος υλικού). Η δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος με την οποία αλληλεπιδρά. Από την αλληλεπίδραση αυτή προκύπτουν πληροφορίες σε σχέση με τα άτομα των στοιχείων που απαρτίζουν το εξεταζόμενο υλικό. Από τα άτομα των στοιχείων εκπέμπονται κυρίως δευτερογενή (secondary) και οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered)

ηλεκτρόνια καθώς και ακτίνες X. Η ένταση των εκπεμπομένων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της επιφάνειας. Έτσι το SEM δίνει πληροφορίες που αφορούν κυρίως στη μορφολογία και στη σύσταση της επιφάνειας. Εφαρμόζοντας ένα σύστημα ανίχνευσης της διασποράς των ενεργειών των ακτίνων X που δημιουργούνται στην επιφάνεια από την προσπίπτουσα δέσμη, μπορεί να γίνει ημιοσοτική στοιχειακή ανάλυση του υλικού.

Επομένως το SEM χρησιμοποιείται για την εξέταση μικροδομής στερεών δειγμάτων και για να δίνει εικόνες υψηλού βαθμού διεισδυσης.

Η βασική αρχή λειτουργίας περιλαμβάνει την ακτινοβολία του δείγματος με μια καλά εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων. Οι αλληλεπιδράσεις που συμβαίνουν ανάμεσα στο δείγμα και τα ηλεκτρόνια της δέσμης παρουσιάζονται στο σχήμα 5.10 και περιλαμβάνουν:

- i. Φόρτιση (Charging) Συσσώρευση φορτίου ηλεκτρονίων στο δείγμα (Για να μην συμβαίνει αυτό το δείγμα θα πρέπει να είναι αγώγιμο και συνδεδεμένο με γείωση ή να χρησιμοποιείται χαμηλό δυναμικό επιτάχυνσης)
- ii. Ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων (Μεγαλύτερη γωνία, μικρότερη απώλεια ενέργειας)
- iii. Μη ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων (Μικρότερη γωνία, μεγαλύτερη απώλεια ενέργειας)
- iv. Θέρμανση του δείγματος



Σχήμα 5.10: Αναπαράσταση των αλληλεπιδράσεων που συμβαίνουν ανάμεσα στο δείγμα και τα ηλεκτρόνια της δέσμης.

Από ελαστική σκέδαση προκύπτουν τα **οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια** (Backscattered Electrons). Πιο συγκεκριμένα, όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης με ενέργεια πχ 30 KeV φθάσουν στην επιφάνεια του δείγματος διεισδύουν σε βάθος που εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό. Τα ηλεκτρόνια ταξιδεύουν προς τυχαίες κατευθύνσεις μέσα στο δείγμα και συγκρούονται με τα άτομα του δείγματος. Τα ηλεκτρόνια συγκρούονται ελαστικά με τον πυρήνα του ατόμου (ειδικά σε μεγάλα άτομα) και σκεδάζονται προς οποιαδήποτε κατεύθυνση χωρίς σημαντική απώλεια της ενέργειάς τους (κρατούν το 50 με 80% της αρχικής ενέργειας). Εκείνα τα ηλεκτρόνια που σκεδάζονται προς τα πίσω με γωνία 180° λέγονται οπισθοσκεδαζόμενα (**Backscattered electrons, BSE**). Έχουν μεγαλύτερη ενέργεια και εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος από το δείγμα. Το ποσοστό των ηλεκτρονίων που εκπέμπονται οπισθοσκεδαζόμενα, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του ατόμου του δείγματος. Για τα ελαφρά στοιχεία είναι ~6% ενώ για τα βαρύτερα ~50%. Επομένως η αλλαγή του ποσοστού των BSE δίνει διαφοροποίηση στην εικόνα ανάλογα με τον ατομικό αριθμό. Οι βαρύτερες φάσεις φαίνονται λαμπρότερες από τις ελαφρότερες. Έτσι έχουμε πληροφορίες για τη σύσταση του δείγματος.

Αντίθετα από μη ελαστική σκέδαση προκύπτουν τα **δευτερογενή ηλεκτρόνια** (Secondary Electrons). Ειδικότερα, τα ηλεκτρόνια της δέσμης συγκρούονται με τα ηλεκτρόνια του ατόμου μερικά από τα χαλαρά συγκρατούμενα ηλεκτρόνια μπορεί να φύγουν από το άτομο και ονομάζονται δευτερογενή ηλεκτρόνια. (Κάθε προσπίπτον ηλεκτρόνιο μπορεί να παράγει αρκετά δευτερογενή). Κάθε ηλεκτρόνιο που εγκαταλείπει το άτομο μετά από σύγκρουση με άλλο υψηλής ενέργειας είναι θεωρητικά ένα δευτερογενές ηλεκτρόνιο. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χαμηλής ενέργειας (50eV) και εκπέμπονται κοντά στην επιφάνεια του δείγματος αφού αυτά που εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος, απορροφούνται εύκολα από τη μάζα του δείγματος. Γι' αυτό τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χρήσιμα για την απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται με δύο κυρίως μηχανισμούς:

- Καθώς η δέσμη εισέρχεται στην επιφάνεια
- Καθώς η οπισθοσκεδαζόμενη δέσμη εξέρχεται από την επιφάνεια

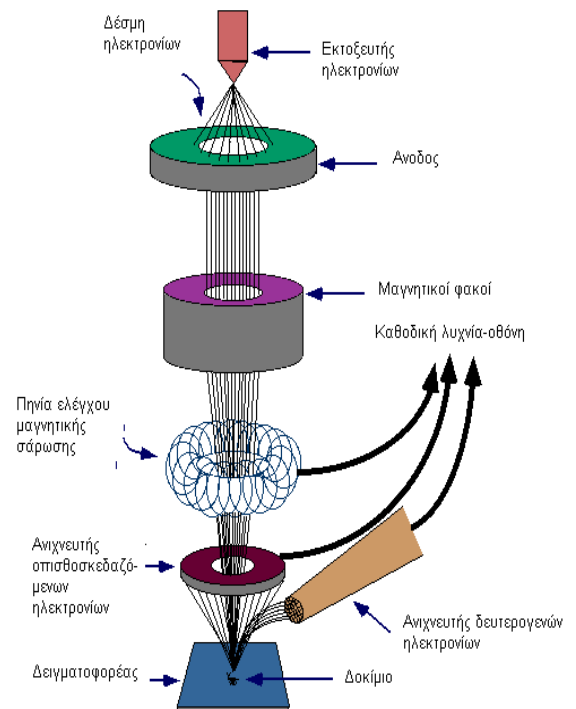
Ο δεύτερος μηχανισμός είναι δέκα φορές πιο πιθανός από τον πρώτο. Επομένως είναι αναμενόμενο να υπάρχει μεγαλύτερη εκπομπή δευτερογενών ηλεκτρονίων εκεί που είναι μεγάλη και η εκπομπή οπισθοσκεδαζόμενων. Γι' αυτό οι εικόνες των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων δεν διαφέρουν πολύ.

Οι χαρακτηριστικές **ακτίνες Χ** δημιουργούνται με έναν τελείως διαφορετικό μηχανισμό. Όταν φεύγει ένα ηλεκτρόνιο από εσωτερική στοιβάδα, τότε ένα ηλεκτρόνιο από υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα καλύπτει το κενό πέφτοντας στην χαμηλότερη στοιβάδα και εκπέμποντας την διαφορά ενέργειας σαν ακτίνες Χ. Η ενέργεια αυτών των ακτίνων είναι χαρακτηριστική της μετάπτωσης και κατά συνέπεια του ατόμου.

Τα **ηλεκτρόνια Auger** παράγονται όταν οι εκπεμπόμενες από το δείγμα ακτίνες Χ εκδιώξουν ηλεκτρόνια από άλλη στιβάδα κατά την έξοδό τους από το δείγμα.

Οργανολογία

Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στις αλληλεπιδράσεις του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας σε αυτό δέσμης ηλεκτρονίων. Οι βασικές διατάξεις που υπάρχουν στο μικροσκόπιο είναι το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το σύστημα πληροφοριών και τέλος το σύστημα κενού.



Σχήμα 5.11: Διάγραμμα λειτουργίας μικροσκοπίου.

Τα βασικά στάδια λειτουργίας ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου είναι:

- i. Σχηματίζεται μια δέσμη ηλεκτρονίων από την πηγή η οποία επιταχύνεται προς το δείγμα μέσω ενός θετικού ηλεκτρικού δυναμικού
- ii. Χρησιμοποιώντας μεταλλικά ανοίγματα, ηλεκτρομαγνητικούς φακούς και πηνία σάρωσης, επιτυγχάνεται μία λεπτή εστιασμένη μονοχρωματική δέσμη η οποία σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος
- iii. Οι αλληλεπιδράσεις δέσμης δείγματος καταγράφονται από τους ανιχνευτές και μετατρέπονται σε εικόνα.

5.6 Μέτρηση της σκληρότητας ^[35]

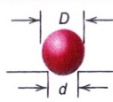

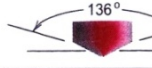

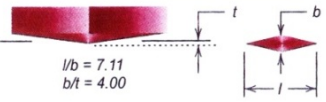

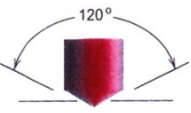



Η σκληρότητα ενός μετάλλου είναι η αντίσταση στην πλαστική παραμόρφωση κατά την επιβολή ενός φορτίου στην επιφάνειά του. Είναι μια από τις πιο σπουδαίες ιδιότητες των τεχνολογικών υλικών. Η δοκιμή της σκληρότητας χρησιμοποιείται σε πολλές περιπτώσεις διότι είναι μια καταστρεπτική δοκιμή ενώ πρόκειται για απλή και σύντομη διαδικασία.

Η σκληρότητα διακρίνεται σε μακροσκληρότητα και μικροσκληρότητα. Η πρώτη δοκιμή αναφέρεται στη μέτρηση της σκληρότητας σε μακροσκοπική κλίμακα ενώ η δεύτερη μας δίνει τη δυνατότητα να μετρήσουμε τη σκληρότητα σε μικροσκοπική κλίμακα (π.χ. σε κλίμακα κόκκων).

Δύο τεχνικές δοκιμής μικροσκληρότητας είναι οι Knoop και Vickers. Και στις δύο τεχνικές ο διεισδυτής, ένα πολύ μικρό διαμάντι πυραμυδοειδούς γεωμετρίας, πιέζεται πάνω στην επιφάνεια του δοκιμίου. Η βάση της πυραμίδας είναι τετραγωνική και οι απέναντι έδρες της πυραμίδας σχηματίζουν γωνία 136°. Τα εφαρμοζόμενα φορτία είναι μικρότερα από των δοκιμών Rockwell και Brinell και κυμαίνονται μεταξύ 1 και 1000g. Το δοκίμιο στερεώνεται σε κατάλληλη βάση του οργάνου και το αποτύπωμα που προκύπτει παρατηρείται μέσω μικροσκοπίου και μετριέται. Στη συνέχεια η

μέτρηση μετατρέπεται σε αριθμό σκληρότητας (Πίν. 5.1). Είναι απαραίτητο να προηγείται προσεκτική προετοιμασία της επιφάνειας των δοκιμίων (λείανση και στίλβωση) ώστε να επιτυγχάνεται καλά οριζόμενη αποτύπωση που να μπορεί να μετρηθεί με ακρίβεια. Οι αριθμοί σκληρότητας Κnoop και Vickers συμβολίζονται HK και HV αντίστοιχα και οι κλίμακες σκληρότητας των δύο υλικών είναι περίπου ισοδύναμες. Οι δοκιμές Κnoop και Vickers αναφέρονται ως μέθοδοι δοκιμής μικροσκληρότητας λόγω του μεγέθους των χρησιμοποιούμενων φορτίων και αποτυπωμάτων. Και οι δύο τεχνικές εφαρμόζονται στη μέτρηση σκληρότητας μικρών επιλεγμένων περιοχών. Επιπλέον η τεχνική Κnoop χρησιμοποιείται για ψαθυρά υλικά όπως τα κεραμικά.

Πίνακας 5.1.: Τεχνικές δοκιμής σκληρότητας.

Δοκιμή	Διευσδυτής	Σχήμα αποτύπωσης		Φορτίο	Μαθηματικοί τύποι για τον αριθμό σκληρότητας ^a
		Πλάγια όψη	Κάτοψη		
Brinell	Σφαίρα 10 mm από χάλυβα ή καρβίδιο βολφραμίου			P	$HB = \frac{2P}{\pi D [D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers μικροσκληρότητα	Διαμαντένια πυραμίδα			P	$HV = 1.854 P / d_1^2$
Κnoop μικροσκληρότητα	Διαμαντένια πυραμίδα			P	$HK = 14.2 P / l^2$
Rockwell και επιφανειακή Rockwell	Διαμαντένιος κώνος			60 kg 100 kg 150 kg	Rockwell
	χαλύβδινες σφαίρες διαμέτρου 1/16, 1/8, 1/4, 1/2 in.				

Πρέπει να σημειωθεί ότι στο μέταλλο βάσης καθώς και στα κατεργασμένα δοκίμια, με και χωρίς προσθήκη σωματιδίων αλούμινας, πραγματοποιήθηκε μικροσκληρομέτρηση σε κάθετη τομή, σε μηχανή Shimadzu HMV-2000. Για την πραγματοποίηση των μετρήσεων χρησιμοποιήθηκε φορτίο 300gr και χρόνος επιβολής 15 sec.

5.7 Μέτρηση των νανομηχανικών ιδιοτήτων

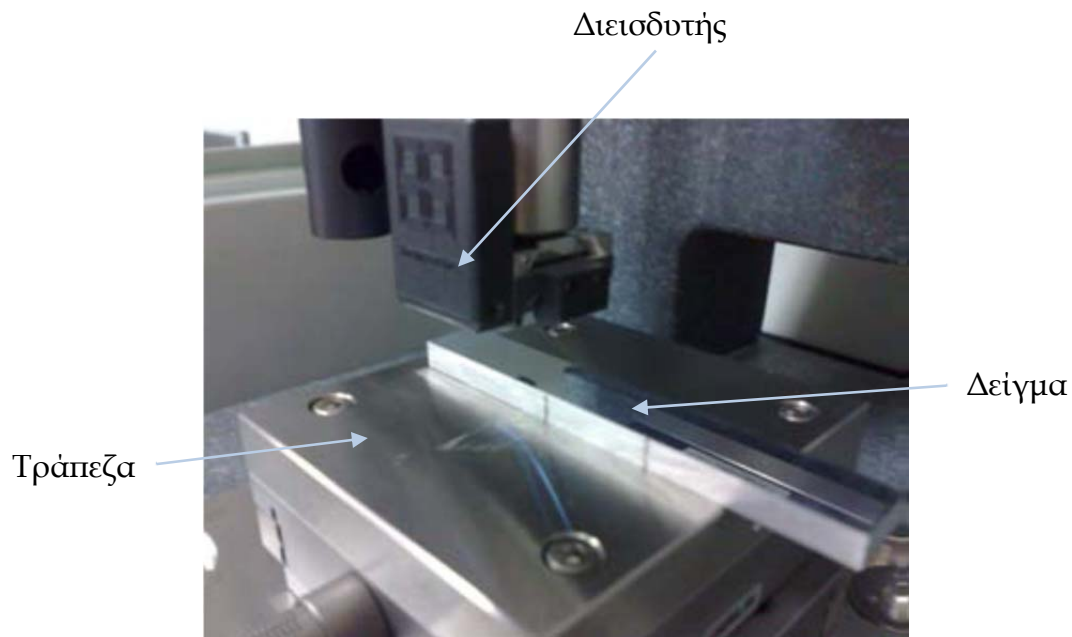
Τα δοκίμια που εξετάστηκαν περαιτέρω με τη μέθοδο της νανοδιείδωσης είναι τα βέλτιστα που προέκυψαν για τα δύο μεγέθη σωματιδίων ενίσχυσης. Για μετρήσεις των νανομηχανικών ιδιοτήτων των δειγμάτων χρησιμοποιήθηκε η διάταξη Hysitron TriboLab®, η οποία επιτρέπει την εφαρμογή φορτίων από 1 έως 10.000μN και την καταγραφή του βάθους διείδωσης σαν συνάρτηση των εφαρμοζόμενων φορτίων με υψηλή διακριτική ικανότητα φορτίων (1nN) και μετατόπισης της ακίδας. Τα δείγματα τοποθετούνται σε ειδικές θέσεις πάνω στην τράπεζα, η κίνηση της οποίας ελέγχεται από υπολογιστή.



Εικόνα 5.2.: Διάταξη Νανοδιείδωσης Hysitron TriboLab®.

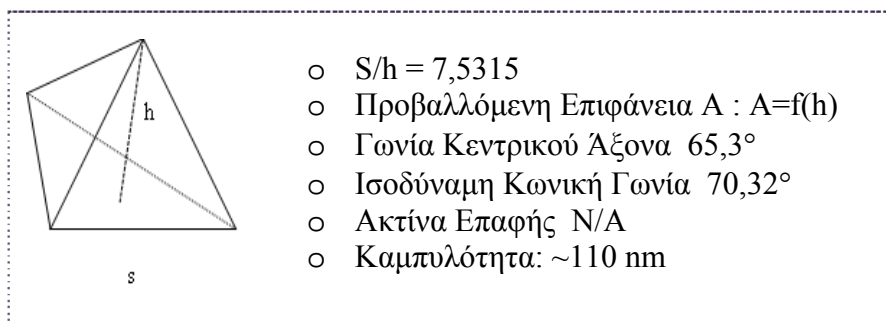
Στη συγκεκριμένη περίπτωση, η διάταξη είναι εξοπλισμένη με ένα μικροσκόπιο σάρωσης με ακίδα (Scanning Probe Microscope-SPM), στο οποίο μία αιχμηρή ακίδα κινείται κατά μήκος του δείγματος ώστε να είναι δυνατή η λήψη εικόνων του δείγματος. Όπως αναφέρθηκε, αυτό που καταγράφεται στο συγκεκριμένο πείραμα αλλά και σε αντίστοιχα πειράματα, είναι το βάθος διείδωσης του εντυπωτή και το εφαρμοζόμενο φορτίο, τα οποία καταγράφονται αυτόματα κατά την επαφή της ακίδας με το δείγμα. Ένα σύνολο από 10 μετρήσεις για κάθε σημείο που έχει οριστεί, είναι αρκετό ώστε από το μέσο όρο τους να προκύψουν οι μέσες τιμές σκληρότητας (H) και

μέτρου ελαστικότητας (E) του δείγματος. Η απόσταση ανάμεσα στα σημεία διεξαγωγής των μετρήσεων ήταν 1mm, ενώ οι συνθήκες που επικρατούσαν μέσα στον θάλαμο των μετρήσεων ήταν 45% σχετική υγρασία και θερμοκρασία 23°C. Το όργανο συνδέεται με υπολογιστή, ο οποίος βοηθά στην εισαγωγή των δεδομένων στο όργανο και αντίστοιχα στην αποτύπωση των αποτελεσμάτων των μετρήσεων.



Εικόνα 5.3: Η διάταξη Hysitron TriboLab® εσωτερικά.

Όλες οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν με ακίδα τύπου Berkovich με ακτίνα καμπυλότητας $\sim 120\text{nm}$. Η ακίδα αυτή είναι ένα διαμάντι με γεωμετρία πυραμίδας τριών επιπέδων. Τα γεωμετρικά της χαρακτηριστικά είναι τα ακόλουθα:



Σχήμα 5.12.: Ακίδα γεωμετρίας .Berkovich

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ

6. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ

Γενικά

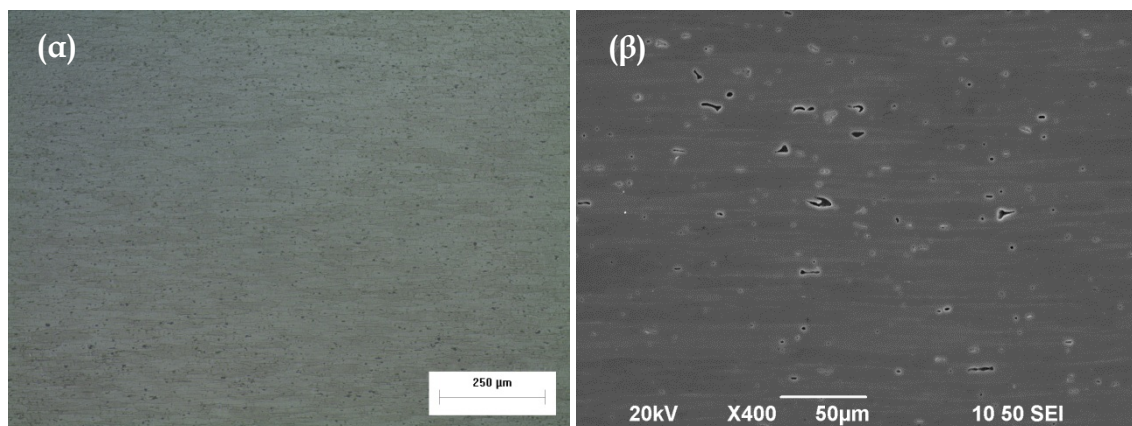
Στο κεφάλαιο αυτό παρατίθενται και αναλύονται διεξοδικά τα πειραματικά αποτελέσματα της μεταπτυχιακής εργασίας, με τη βοήθεια φωτογραφιών, διαγραμμάτων και πινάκων.

6.1 Μελέτη του μετάλλου βάσης και των σωματιδίων ενίσχυσης

Μέταλλο βάσης

Όπως αναφέρθηκε και στο κεφάλαιο 5, για τη διεξαγωγή των πειραμάτων της παρούσας εργασίας, χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο βάσης κράμα αλουμινίου AA7075-T651.

Στην εικόνα 6.1α παρουσιάζεται η μικροδομή του κράματος αλουμινίου σε φωτογραφία από οπτικό μικροσκόπιο ενώ στην εικόνα 6.1β παρατήθεται φωτογραφία του ίδιου υλικού από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης.



Εικόνα 6.1: Εικόνες (α) οπτικής και (β) ηλεκτρονικής μικροσκοπίας του κράματος AA7075-T651.

Το μέσο μέγεθος των κόκκων του κράματος αλουμινίου υπολογίστηκε με τη βοήθεια του πρόγραμματος ανάλυσης εικόνας Image-Pro Plus και βρέθηκε να είναι 41,24 μm . Επίσης, πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μικροσκληρότητας και ο μέσος όρος αυτών υπολογίστηκε στα 179,28HVN.

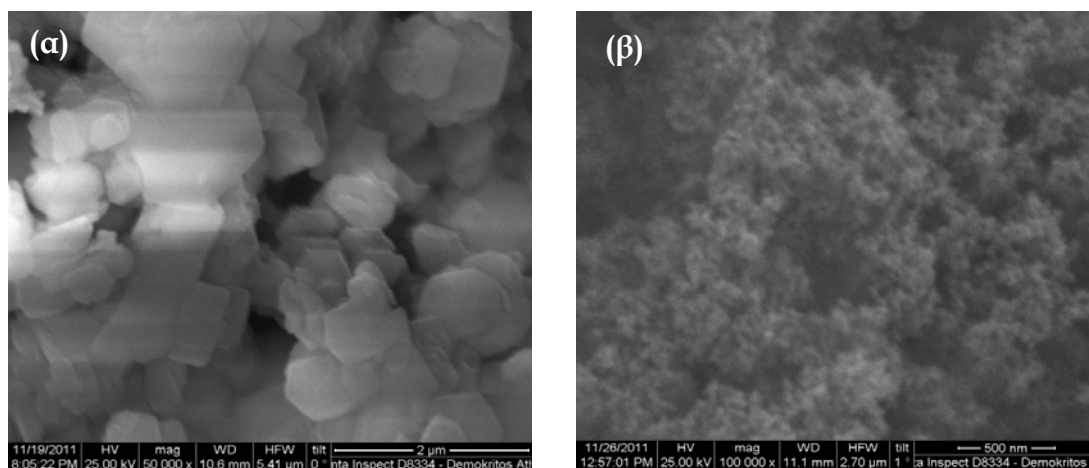
Τέλος, στο μέταλλο βάσης, πραγματοποιήθηκε χημική ανάλυση της επιφάνειας με την βοήθεια του ηλεκτρονικού μικροαναλυτή στοιχείων (Energy Dispersive Spectrometry-EDS). Τα αποτελέσματα που λάβαμε παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα.

Πίνακας 6.1: Χημική ανάλυση του κράματος AA7075-T651 που χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο βάσης.

Στοιχείο	Weight %
Al	88.86
Zn	6.88
Mg	2.39
Cu	1.53
Cr	0.35
Total	100.00

Σωματίδια ενίσχυσης

Στην εικόνα 6.2 παρουσιάζονται εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (Scanning electron Microscope-SEM) των σκονών αλούμινας (Al_2O_3), οι οποίες ήταν δύο διαφορετικών κοκκομετριών με στόχο τη μελέτη της επίδρασης του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης στη μικροδομή και στις ιδιότητες του σύνθετου επιφανειακού στρώματος. Τα μικρο-σωματίδια Al_2O_3 είχαν γωνιακό σχήμα και μέση διάμετρο 2 μm , ενώ τα νανο-σωματίδια Al_2O_3 είχαν σχεδόν σφαιρικό σχήμα και μέση διάμετρο 20nm.



Εικόνα 6.2: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης των σκονών Al_2O_3 , μέσου μεγέθους κόκκων (α) $2\mu\text{m}$ και (β) 20nm .

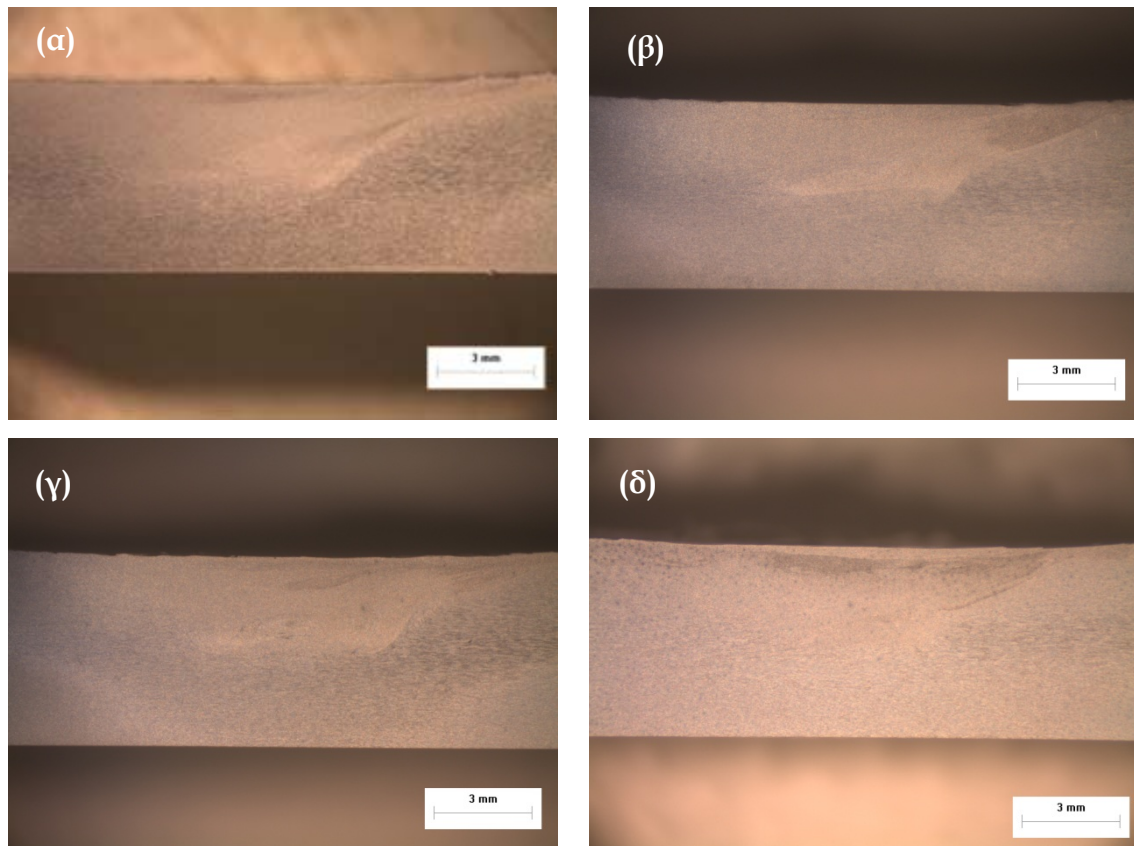
6.2 Μελέτη επιλογής βέλτιστων συνθηκών FSP

Αρχικά παρασκευάστηκαν δοκίμια με τη μέθοδο δια τριβής μέσω ανάδευσης χωρίς την προσθήκη σωματιδίων αλούμινας με σκοπό την έρεση των βέλτιστων παραμέτρων της κατεργασία για το συγκεκριμένο κράμα. Η διερεύνηση αυτή πραγματοποιήθηκε με σκοπό τον περιορισμό των πολλών και αλληλοεξαρτώμενων παραμέτρων πριν επιχειρήσουμε να δημιουργήσουμε σύνθετο επιφανειακό στρώμα. Οι συνθήκες που διατηρήθηκαν σταθερές, και οι οποίες αναλύθηκαν στο κεφάλαιο 5, παρουσιάζονται στον πίνακα 6.2.

Πίνακας 6.2: Παράμετροι που διατηρήθηκαν σταθεροί κατά την συγκεκριμένη μελέτη.

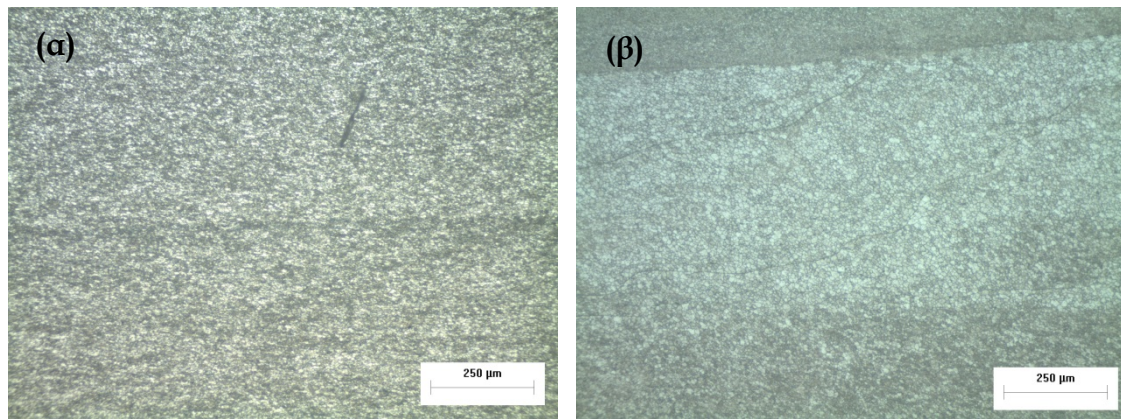
Γεωμετρία πείρου	Τετραγωνική
Διαστάσεις πείρου	Διαγώνιος 6 mm και ύψος 3 mm
Διαστάσεις περιουχενίου	Διάμετρος 22,9 mm
Κλίση εργαλείου	2°
Ταχύτητα πρόωσης	30mm/min

Με βάση όσα προαναφέρθηκαν στην παράγραφο 5.1.1, οι ταχύτητες περιστροφής που επιλέχθηκαν για περαιτέρω μελέτη ήταν, 750rpm, 950rpm, 1180rpm και 1500rpm, προκειμένου να εξάγουμε τη βέλτιστη τιμή της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου FSP, ως προς την επίδραση της στη μικροδομή. Στην εικόνα 6.3 παρουσιάζεται η ζώνη ανάδευσης, για κάθε ταχύτητα περιστροφής, όπως αυτές ελήφθησαν από το στερεοσκόπιο.



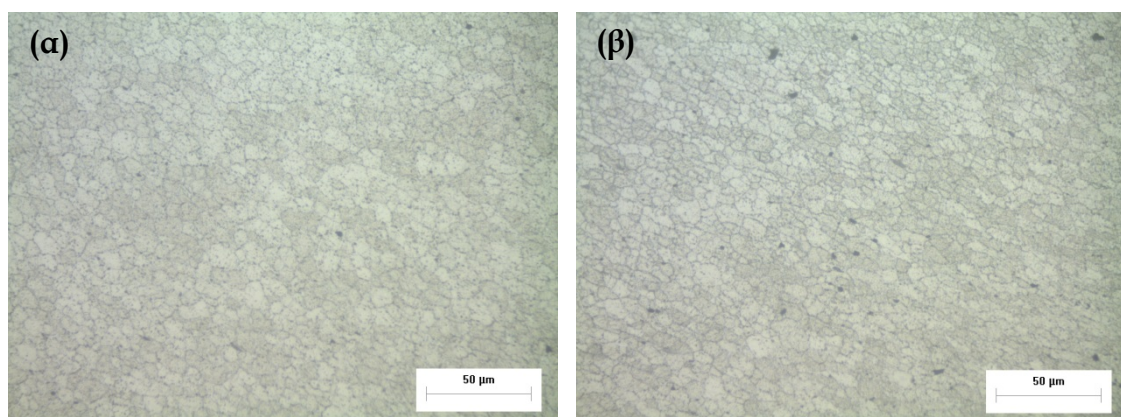
Εικόνα 6.3: Εικόνες στερεοσκοπίου των εγκάρσιων διατομών των δοκιμών που παρήχθησαν με την χρήση της FSP για ταχύτητες περιστροφής: (α) 750rpm, (β) 950rpm, (γ) 1180rpm και (δ) 1500 rpm.

Σε αυτό το σημείο, είναι απαραίτητο να τονιστεί η ύπαρξη μικρορωγμών, που εντοπίστηκαν με τη βοήθεια του οπτικού μικροσκοπίου, για ταχύτητα περιστροφής 750rpm και 1500rpm. Σχετικές φωτογραφίες παρατίθενται ακολούθως (εικόνα 6.4).



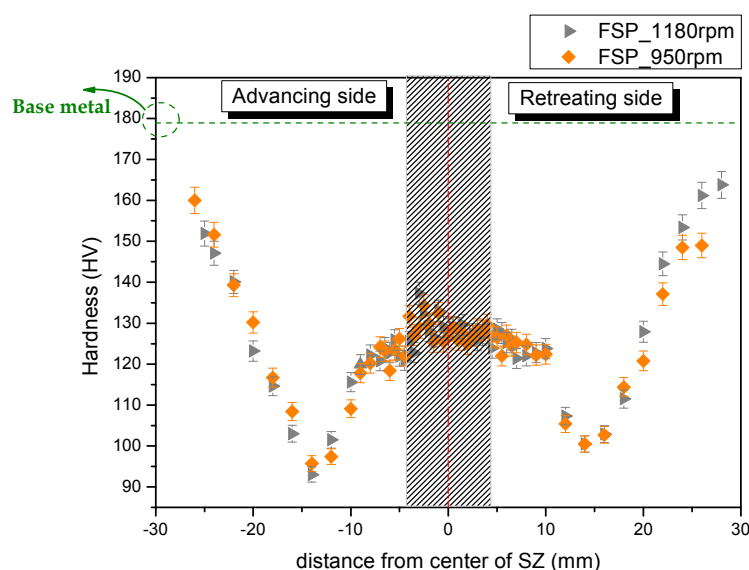
Εικόνα 6.4: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας των εγκάρσιων διατομών των δοκιμίων που παρήχθησαν με την χρήση της FSP για ταχύτητες περιστροφής: (α) 750rpm και (β) 1500 rpm.

Η ύπαρξη των συγκεκριμένων ατελειών είχε ως αποτέλεσμα την απόρριψη των συγκεκριμένων ταχυτήτων ως βέλτιστες για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου. Τα δοκίμια που παρασκευάστηκαν με ταχύτητα περιστροφής 950rpm και 1180rpm δεν παρουσίασαν ελαττώματα κατά την παρατήρησή τους με τη βοήθεια της οπτικής μικροσκοπίας. Για την επιλογή της βέλτιστης ταχύτητας προχωρήσαμε σε περαιτέρω έρευνα των συγκεκριμένων δοκιμίων. Για τον σκοπό αυτό πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μεγέθους κόκκων καθώς και μικροσκληρομετρήσεις. Πιο συγκεκριμένα, το μέσο μέγεθος των κόκκων στην ζώνη ανάδευσης βρέθηκε να μειώνεται από 5,62μm σε 5,37μm με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής από 950rpm σε 1180rpm.



Εικόνα 6.5: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας οι οποίες απεικονίζουν το μέγεθος των κόκκων της ζώνης ανάδευσης των δοκιμίων που παρήχθησαν με την χρήση της FSP για ταχύτητες περιστροφής: (α) 950rpm και (β) 1180 rpm.

Σε αντίθεση με τη μείωση του μεγέθους των κόκκων, οι μετρήσεις μικροσκληρότητας, (Σχ. 6.1), δεν εμφάνισαν διαφοροποιήσεις με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής από 950rpm σε 1180rpm. Επομένως για την εύρεση της βέλτιστης ταχύτητας περιστροφής θα βασιστούμε στο μέσο μέγεθος των κόκκων της ζώνης ανάδευσης. Κατά συνέπεια η βέλτιστη ταχύτητα περιστροφής, για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου και για τις υπόλοιπες παραμέτρους της κατεργασίας σταθερές (Πιν. 6.1), εμφανίζεται να είναι των 1180rpm.



Σχήμα 6.1: Προφίλ μικροσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής των δοκιμών που παρήχθησαν με FSP για ταχύτητες περιστροφής 950rpm και 1180rpm.

Από το παραπάνω διαγράμματα (Σχ. 6.4), παρατηρείται ότι η σκληρότητα των κατεργασμένων δοκιμών έχει υποστεί μια σημαντική μείωση σε σχέση με την τιμή σκληρότητας του μετάλλου βάσης. Όπως αναφέραμε και στο κεφάλαιο 4, φαίνεται ότι η μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης είναι αποτέλεσμα της μεγέθυνσης και διάλυσης των κατακρημνισμάτων, που λαμβάνει χώρα σε αυτή, κατά τη διάρκεια της FSP λόγω των υψηλών θερμοκρασιών που αναπτύσσονται. Το συγκεκριμένο φαινόμενο επιδρά σε μεγάλο βαθμό στην περίπτωση του κράματος που μελετάμε (AA7075-T651), το οποίο οφείλει μεγάλο μέρος της σκληρότητάς του στην κατακρήμνιση της ένωσης $MgZn_2$. Επιπλέον, παρατηρείται αρκετά μειωμένη σκληρότητα και στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ) και κυρίως στην περιοχή επίδρασης

του περιαιχενίου. Το γεγονός αυτό οφείλεται στη θερμοκρασία που μεταφέρεται στη συγκεκριμένη ζώνη και η οποία προκαλεί στο κράμα υπεργήρανση. Το συγκεκριμένο φαινόμενο έχει ως αποτέλεσμα τα κατακρημνίσματα (υπεύθυνα για την σκληρότητα του κράματος), να μεγεθύνονται και κατ' επέκταση να χάνουν την πλεγματική τους συνέχεια.

6.3 Μελέτη επιλογής βέλτιστων συνθηκών FSP για παραγωγή σύνθετου επιφανειακού στρώματος

Αφού καταλήξαμε στις βέλτιστες παραμέτρους της κατεργασίας για το κράμα αλουμινίου 7075-T651, προχωρήσαμε στη διεξαγωγή πειραμάτων για την επιλογή των επιπλέον παραμέτρων, που προκύπτουν από την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, με σκοπό και πάλι την εύρεση των βέλτιστων για την παρασκευή σύνθετου επιφανειακού στρώματος.

Βέλτιστες συνθήκες για τη δημιουργία σύνθετου επιφανειακού στρώματος με τη μέθοδο FSP είναι οι συνθήκες που εξασφαλίζουν μια ομοιόμορφη διασπορά σωματιδίων στη ζώνη ανάδευσης, με μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων και μείωση της μεταξύ τους απόστασης.

Κατά την εφαρμογή της FSP, με σκοπό τη δημιουργία επιφανειακά σύνθετων υλικών, οι κύριοι μηχανισμοί ισχυροποίησης που λαμβάνουν χώρα είναι η μείωση του μεγέθους των κόκκων του μητρικού υλικού και ο μηχανισμός ενίσχυσης Orowan για μη διαπερατά σωματίδια, ο οποίος συνίσταται στην αύξηση της μέγιστης διατμητικής τάσης που απαιτείται για να διαφύγει η διαταραχή ανάμεσα από τα σωματίδια και να συνεχίσει να ολισθαίνει. Οι συγκεκριμένοι μηχανισμοί ισχυροποίησης, όπως αναπτύχθηκαν στο κεφάλαιο 2.7 και 4, εξαρτώνται από το μέσο μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης και από το κλάσμα όγκου αυτών.

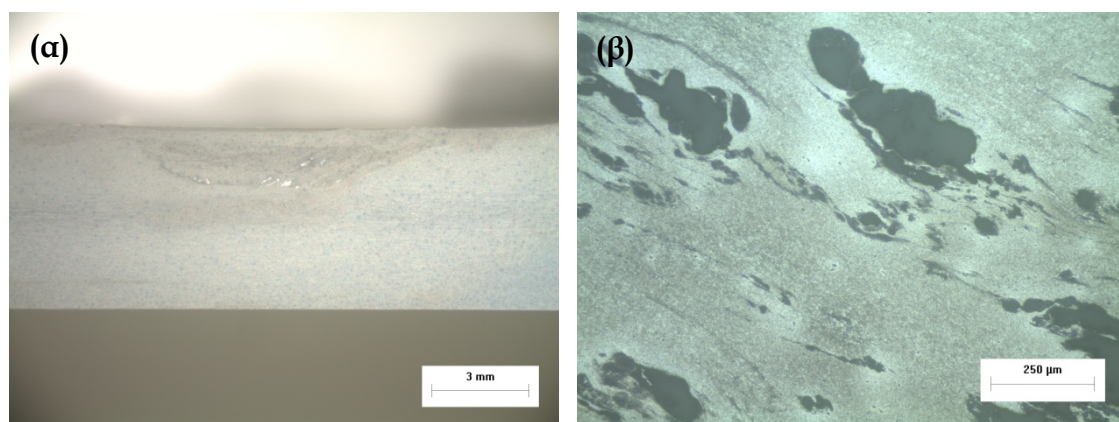
Οι επιπλέον παράμετροι που εισέρχονται είναι, ο αριθμός και το είδος των περασμάτων, ο επαναπροσδιορισμός της ταχύτητας περιστροφής καθώς το κλάσμα όγκου των σωματιδίων ενίσχυσης.

Αρχικά προσδιορίσαμε τη βέλτιστη ταχύτητα περιστροφής και το βέλτιστο αριθμό περασμάτων, με σκοπό τη δημιουργία μιας ομοιόμορφης διασποράς με όσο το δυνατόν μικρότερο μέγεθος συσσωματωμένων σωματιδίων. Στο σημείο αυτό πρέπει να σημειωθεί ότι όλη η μελέτη για την εξαγωγή των βέλτιστων αυτών παραμέτρων πραγματοποιήθηκε με σωματίδια αλούμινας μέσης διαμέτρου 2 μm και κλάσμα όγκου 11,5%, ενώ οι υπόλοιποι παράμετροι παρέμεναν σταθερές (Πίν. 6.2).

Ταχύτητα περιστροφής

Όπως προαναφέραμε και στο κεφάλαιο 5.1.2, ο επαναπροσδιορισμός της ταχύτητας περιστροφής είναι αναγκαίος λόγω των μεγαλύτερων απαιτήσεων θερμικής παροχής εξαιτίας της εισαγωγής των σκληρών αυτών σωματιδίων ενίσχυσης.

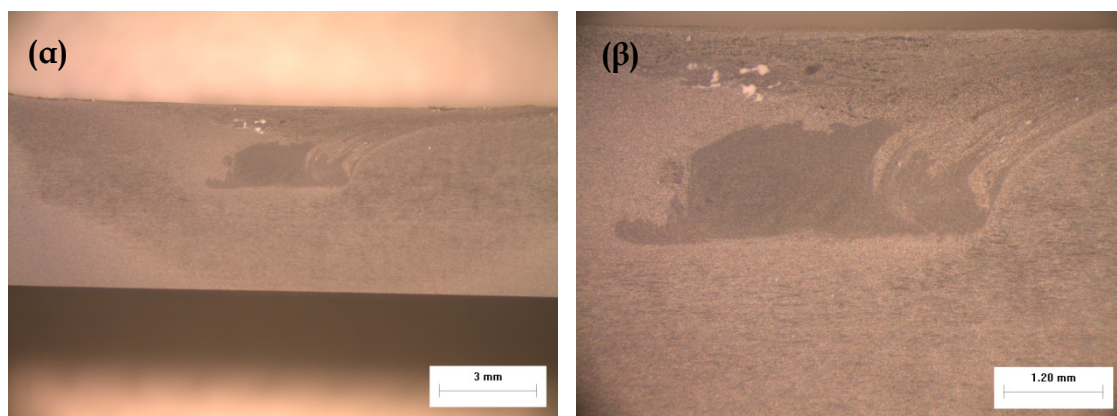
Στις παρακάτω εικόνες στερεοσκοπίου και οπτικής μικροσκοπίας παρουσιάζεται η ζώνη ανάδευσης για ταχύτητα περιστροφής 1180rpm.



Εικόνα 6.6: Εικόνες (α) στερεοσκοπίας και (β) οπτικής μικροσκοπίας της εγκάρσιας διατομής του δοκιμίου που παράχθηκε με προσθήκη 11,5% σκόνης Al_2O_3 2 μm μέσω της FSP με ταχύτητα περιστροφής 1180rpm.

Από τις παραπάνω εικόνες (Εικ.6.6) διακρίνουμε υψηλή ανομοιογένεια και υψηλή συσσωμάτωση. Για το λόγο αυτό θεωρήσαμε απαραίτητο να αυξήσουμε την ταχύτητα περιστροφής στα 1500rpm. Οι εικόνες που λάβαμε, και οι οποίες παρατίθενται παρακάτω, αν και παρουσιάζουν συσσωμάτωση, παρουσιάζουν και μια σημαντική αύξηση της ομοιογένειας της ζώνης ανάδευσης. Για το λόγο αυτό επιλέχθηκε η ταχύτητα περιστροφής των 1500rpm ως βέλτιστη για την κατεργασία με προσθήκη σωματιδίων

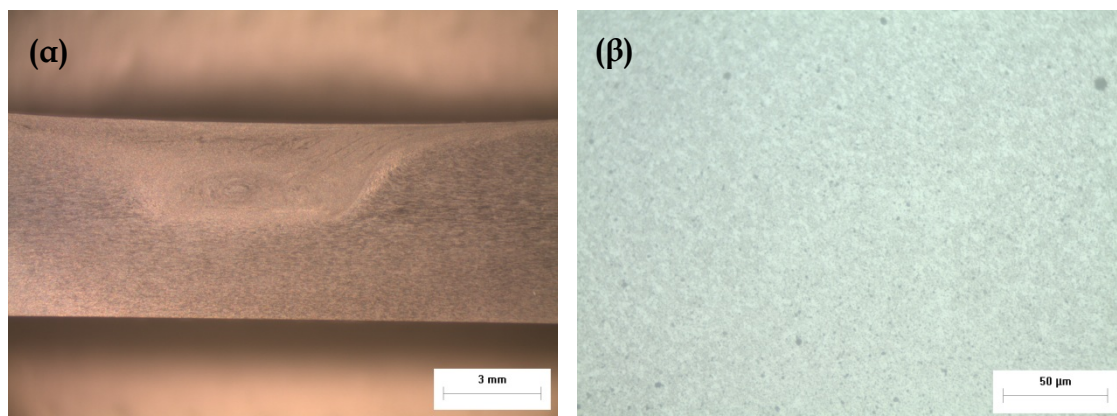
ενίσχυσης. Στο σημείο αυτό, να υπενθυμίσουμε ότι η εν λόγω ταχύτητα περιστροφής είναι και η ανώτερη που μας επιτρέπει η συγκεκριμένη μηχανή.



Εικόνα 6.7: Εικόνες οπτικής στερεοσκοπίας (α) Χ0,8 και (β)Χ2 της εγκάρσιας διατομής του δοκιμίου που παράχθηκε με προσθήκη 11,5% σκόνης Al_2O_3 2 μm μέσω της FSP με ταχύτητα περιστροφής 1500rpm.

Αριθμός περασμάτων

Όπως αναπτύχθηκε στο κεφάλαιο 5, τα περάσματα επιλέχθηκαν να είναι διαδοχικά και ομόρροπα ενώ ο αριθμός τους μελετήθηκε αυξάνοντάς τα από ένα σε δύο.



Εικόνα 6.8: Εικόνες (α) στερεοσκοπίας της εγκάρσιας διατομής του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη 11,5% σκόνης Al_2O_3 2 μm μέσω της FSP μετά από δύο περάσματα, και (β) οπτικής μικροσκοπίας η οποία απεικονίζει το μέγεθος των κόκκων της σύνθετης ζώνης ανάδευσης του προαναφερθέντος δοκιμίου.

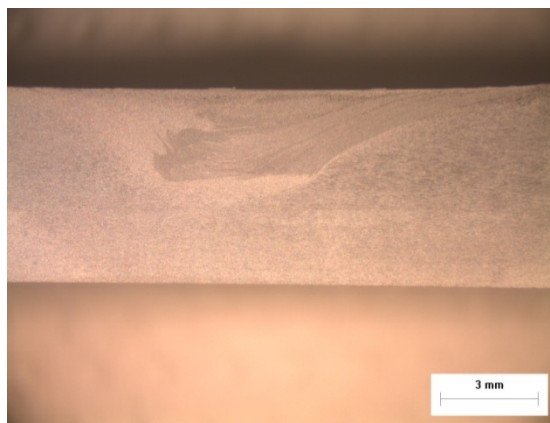
Συγκρίνοντας την εικόνα 6.7 και την εικόνα 6.8, παρατηρούμε ότι το δεύτερο διαδοχικό περάσματα συντέλεσε στη μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης. Το μέσο μέγεθος των κόκκων υπολογίστηκε με τη βοήθεια του προγράμματος ανάλυσης εικόνας Image-Pro Plus και βρέθηκε να είναι 2,9 μm , περίπου 45% μικρότερο από το

βέλτιστο FSP χωρίς την ύπαρξη σωματιδίων ενίσχυσης. Με βάση τα ικανοποιητικά αποτελέσματα που λάβαμε από το δεύτερο πέρασμα, δεν κρίθηκε σκόπιμο να μελετηθεί περαιτέρω αύξηση των περασμάτων.

Κλάσμα όγκου

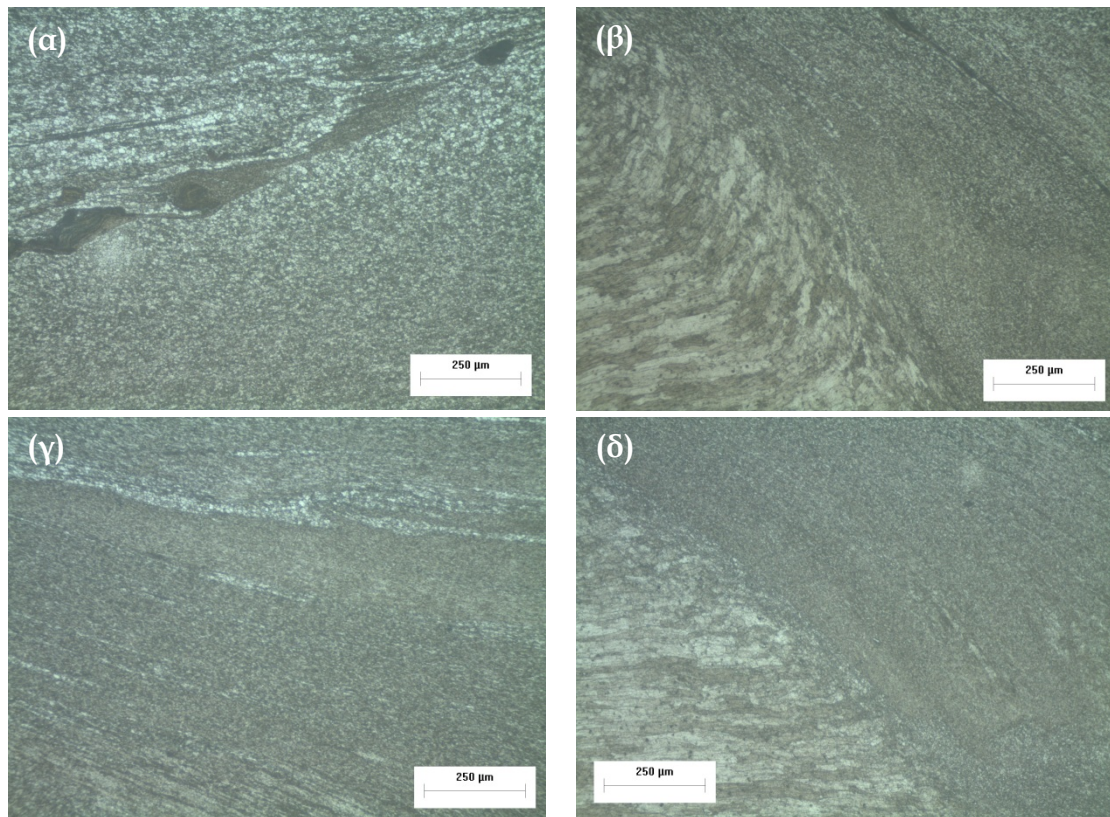
Όπως αναπτύχθηκε λεπτομερώς στο κεφάλαιο 5, δημιουργήθηκαν δύο ζεύγη αυλακίων, με κλάσματα όγκου 11,5% και 13,8%, με σκοπό την περαιτέρω μελέτη για την επιλογή του βέλτιστου κλάσματος όγκου. Για τον σκοπό αυτό πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μεγέθους κόκκων καθώς και μικροσκληρομετρήσεις.

Στην παρακάτω εικόνα στερεοσκοπίου παρουσιάζεται η ζώνη ανάδευσης για κλάσμα όγκου 13,8% μετά από δύο περάσματα FSP. Το μέσο μέγεθος των κόκκων στην συγκεκριμένη ζώνη βρέθηκε να μειώνεται από 2,9 μm (κλάσμα όγκου 11,5%) σε 1,97 μm .



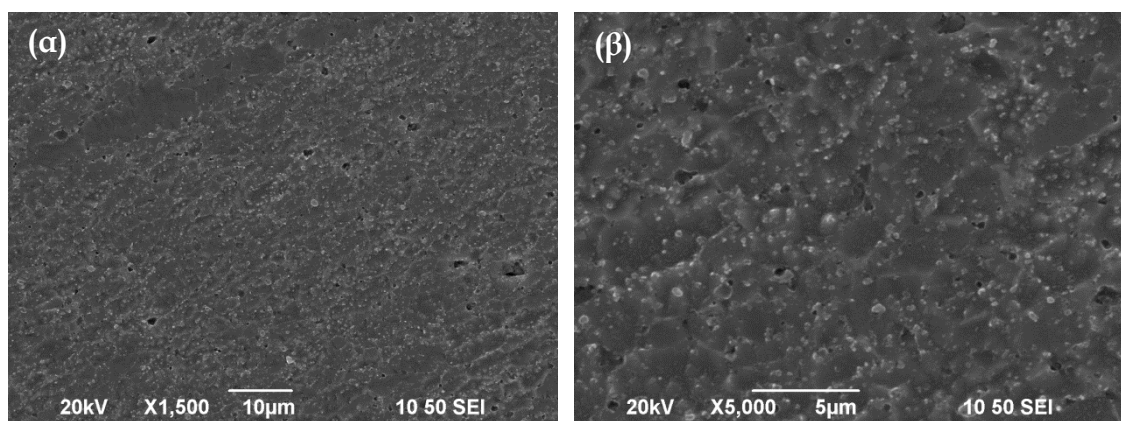
Εικόνα 6.9: Εικόνες οπτικής στερεοσκοπίας της εγκάρσιας διατομής του δοκιμίου που παράχθηκε με προσθήκη 13,8% σκόνης Al_2O_3 2 μm μέσω της FSP μετά από δύο περάσματα.

Παρατηρώντας τις εικόνες οπτικής μικροσκοπίας για κλάσμα όγκου 13,8% (Εικ. 6.10γ-6.10δ), διαπιστώνουμε μια απολύτως ικανοποιητική διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης, χωρίς την ύπαρξη εμφανών συσσωματώσεων, εν αντιθέσει με τις εικόνες οπτικής μικροσκοπίας για κλάσμα όγκου 11,5% (Εικ. 6.10α-6.10β) που διακρίνουμε μικρό βαθμό συσσωμάτωση.



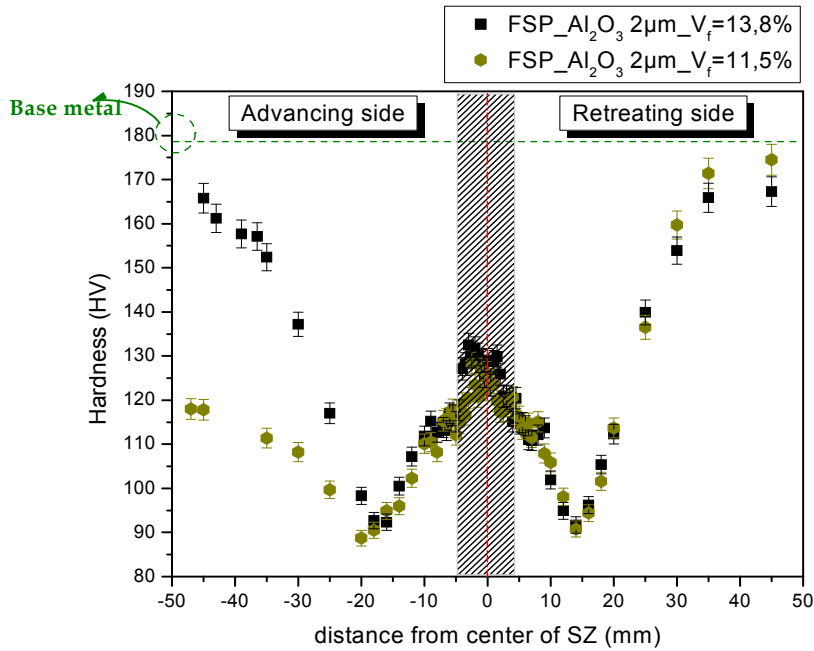
Εικόνα 6.10: Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου (α)-(γ) της σύνθετης ζώνης ανάδευσης και (β)-(δ) της προωθούσας πλευράς, του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη (α)-(β) 11,5% και (γ)-(δ) 13,8% σκόνης Al_2O_3 2 μm μέσω της FSP.

Η ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης (λευκά σωματίδια στα όρια των κόκκων και στο εσωτερικό τους) στη ζώνη ανάδευσης, για κλάσματα όγκου 13,8%, παρουσιάζεται παρακάτω με τη βοήθεια της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (Εικ. 6.11).



Εικόνα 6.11: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (α) X1.500 και (β) X5.000 της σύνθετης ζώνης ανάδευσης των δοκιμίων που παρήχθησαν με προσθήκη 13,8% σκόνης Al_2O_3 2 μm μέσω της FSP.

Ακολούθως παρατίθεται το διάγραμμα μικροσκληρότητας για τα δύο διαφορετικά κλάσματα όγκου.



Σχήμα 6.2: Προφίλ μικροσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής των δοκιμίων που παρήχθησαν μέσω FSP με κλάσμα όγκου σωματιδίων 11,5% και 13,8%.

Στις μετρήσεις μικροσκληρότητας (Σχ.6.2), παρατηρείται μια μικρή αύξηση της σκληρότητας με την αύξηση του κλάσματος όγκου από 11,5% σε 13,8%. Η αύξηση αυτή όμως βρίσκεται μέσα στα όρια σφάλματος της μέτρησης, για το λόγο αυτό θα βασιστούμε στο μέσο μέγεθος των κόκκων και την ομοιομορφία της ζώνης ανάδευσης για την επιλογή του βέλτιστου κλάσματος όγκου της σκόνης. Κατά συνέπεια το βέλτιστο κλάσμα όγκου, εμφανίζεται να είναι το 13,8%.

Βέλτιστες συνθήκες για παραγωγή σύνθετου επιφανειακού στρώματος μέσω της FSP

Όλες οι βέλτιστες συνθήκες που εξήχθησαν, μετά από βιβλιογραφική και πειραματική μελέτη, με σκοπό τη δημιουργία σύνθετου επιφανειακού στρώματος με την μέθοδο FSP, παρατίθενται στον πίνακα 6.3.

Πίνακας 6.3: Συγκεντρωτικός πίνακας των βέλτιστων συνθηκών της FSP με προσθήκη σωματιδίων Al_2O_3 σε μήτρα αλουμινίου AA7075-T651.

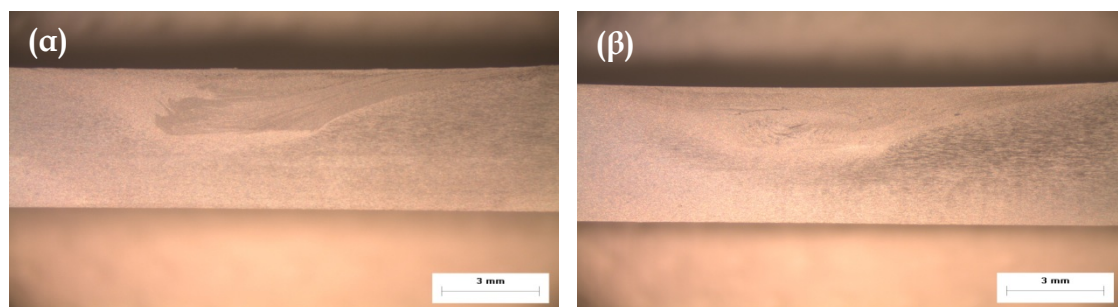
Παράμετρος	Βέλτιστη επιλογή
Γεωμετρία πείρου	τετραγωνικό
Διαστάσεις πείρου	Διαγώνιος 6 mm και μήκος 3 mm
Διαστάσεις περιουχενίου	Διάμετρος 22,9 mm
Ταχύτητα πρόωσης (u)	30mm/min
Ταχύτητα περιστροφής (ω)	1500rpm
Κλίση εργαλείου	2°
Σωματίδια ενίσχυσης	Al_2O_3
Κλάσμα όγκου σωματιδίων ενίσχυσης (V_f)	13,8%
Αριθμός περασμάτων	2
Είδος περασμάτων	Διαδοχικά και ομόρροπα

6.4 Μελέτη της επίδρασης του μεγέθους κόκκων των σωματιδίων ενίσχυσης

Οι κύριοι μηχανισμοί ισχυροποίησης (μείωση του μεγέθους των κόκκων του μητρικού υλικού και μηχανισμός ενίσχυσης Orowan) εξαρτώνται κυρίως από το μέσο μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης. Κατά συνέπεια το μέγεθος των σωματιδίων έχει μεγαλύτερη επίδραση στις τελικές ιδιότητες των σύνθετων αυτών επιφανειακών στρωμάτων. Για το λόγο αυτό αποφασίσαμε να μελετηθεί εκτενέστερα αυτός ο παράγοντας με την εισαγωγή κοκκομετριών

σκόνης αλούμινας 2 μm και 20nm. Οι συνθήκες της κατεργασίας είναι οι βέλτιστες που ελήφθησαν, σύμφωνα με τα παραπάνω (Πίν. 6.3), και για τις δύο σκόνες αλούμινας.

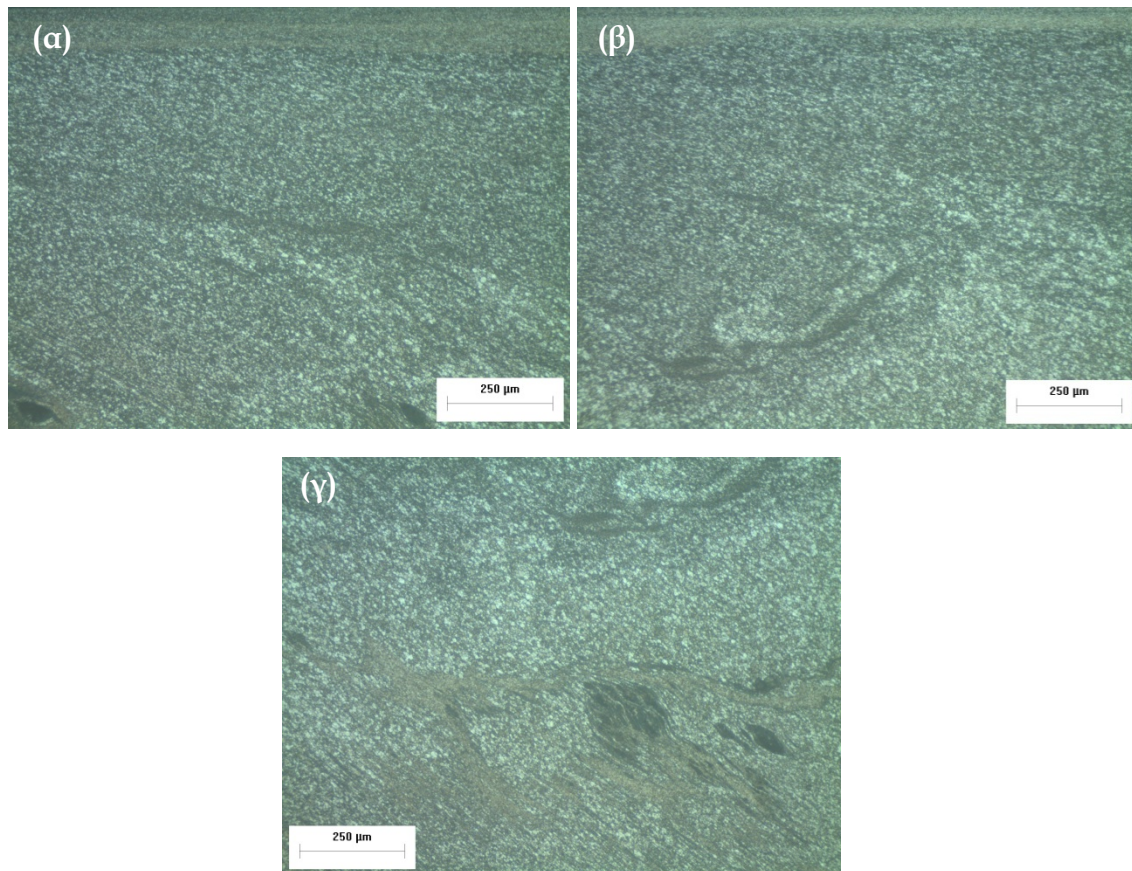
Στην παρακάτω εικόνα στερεοσκοπίου παρουσιάζεται η ζώνη ανάδευσης για την αλούμινα 2 μm και για την αλούμινα 20nm, που παρασκευάστηκε με τις βέλτιστες συνθήκες. Το μέσο μέγεθος των κόκκων στη συγκεκριμένη ζώνη βρέθηκε να μειώνεται από 1,97 μm σε 1,25 μm με τη μείωση του μέσου μεγέθους κόκκου των σωματιδίων ενίσχυσης από 2 μm σε 20nm. Αξιίζει να σημειωθεί ότι, το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού για το δοκίμιο με τις βέλτιστες συνθήκες και για μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm, είναι το μικρότερο που έχει υπολογιστεί σε όλη την παρούσα μελέτη.



Εικόνα 6.12: Εικόνες οπτικής στερεοσκοπίας της εγκάρσιας διατομής του δοκιμίου που παράχθηκε μέσω FSP με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 (α) 2 μm και (β) 20nm.

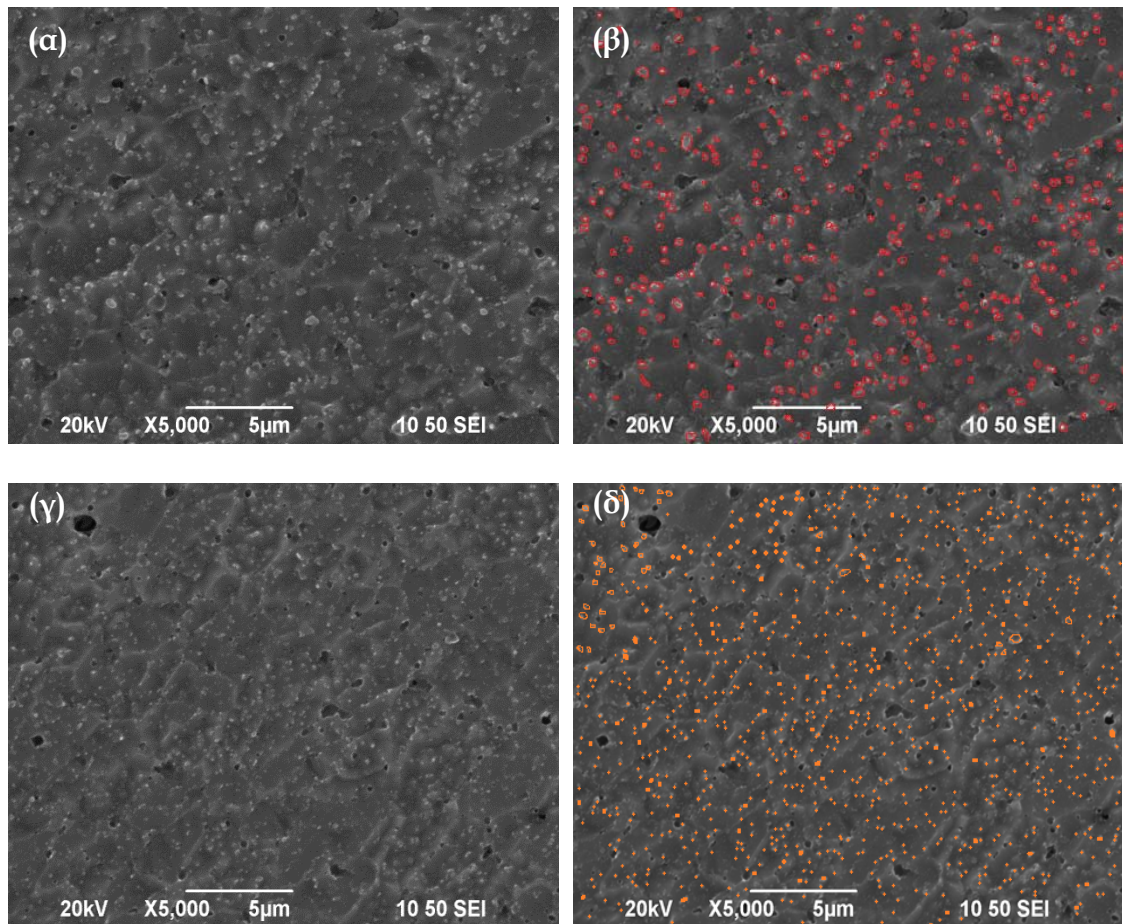
Παρατηρώντας τις εικόνες οπτικής μικροσκοπίας για μέγεθος αλούμινας 20nm (Εικ. 6.13), διαπιστώνουμε μια ικανοποιητική διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης, διακρίνοντας όμως και κάποιο βαθμό συσσωμάτωσης, ο οποίος όμως δεν αποτελεί σημαντική ατέλεια της δομής και με βάση την βιβλιογραφία ^[69] εξαλείφεται με την εφαρμογή επιπλέον περασμάτων. Αντιθέτως, στη ζώνη ανάδευσης, που παράχθηκε με τις ίδιες συνθήκες, για μέγεθος αλούμινας 2 μm (Εικ. 6.10γ-6.10δ) δεν παρατηρήθηκαν συσσωματώματα. Το γεγονός αυτό μπορεί να εξηγηθεί με τη μεγαλύτερη ποσότητα σκόνης αλουμινας 20nm που τοποθετείται στον ίδιο όγκο λόγω του μικρότερου μεγέθους της (αφήνει λιγότερο κενό χώρο μεταξύ των σωματιδίων μέσα στα αυλάκια) και κατά συνέπεια η κινητική ενέργεια που προσφέρεται από το εργαλείο δεν είναι αρκετή, σε αντίθεση με την

αλούμινα $2\mu\text{m}$, προκειμένου να εξασφαλίσει την παραγωγή μιας απόλυτα ομοιόμορφης μικροδομής.



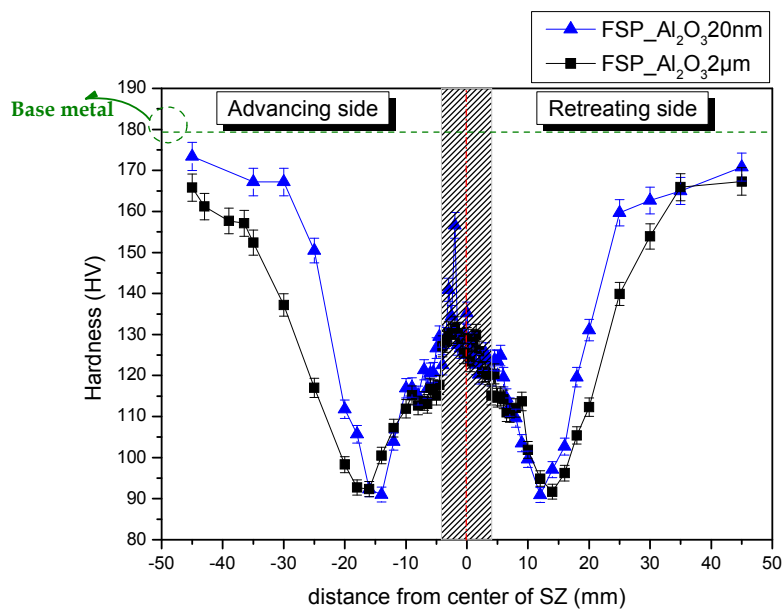
Εικόνα 6.13: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας (α)-(β) στο κέντρο και (γ) προς την υποχωρούσας πλευράς της σύνθετης ζώνης ανάδευσης, του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 20nm μέσω της FSP.

Η ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης (λευκά σωματίδια στα όρια των κόκκων και στο εσωτερικά τους) στη ζώνη ανάδευσης, για μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης $2\mu\text{m}$ (Εικ. 6.14α) και 20nm (Εικ. 6.14γ), παρουσιάζεται παρακάτω με τη βοήθεια της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης. Επίσης στην εικόνα 6.14 (β & δ) παρουσιάζονται οι ζώνες που προαναφέραμε κατόπιν επεξεργασίας (χρωματισμό σωματιδίων ενίσχυσης) για την καλύτερη παρατήρηση της διασποράς.



Εικόνα 6.14: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 (α)-(β) $2\mu\text{m}$ και (γ)-(δ) 20nm μέσω της FSP.

Ακολούθως παρατίθεται το διάγραμμα μικροσκληρότητας για τα δύο διαφορετικά μεγέθη σωματιδίων ενίσχυσης.



Σχήμα 6.3: Προφίλ μικροσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής των δοκιμίων που παρήχθησαν με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 $2\mu\text{m}$ και 20nm μέσω της FSP.

Από τις μετρήσεις μικροσκληρότητας (Διάγρ. 6.3) για τα δοκίμια που παρασκευάστηκαν με τις βέλτιστες συνθήκες FSP, με δύο διαφορετικά μεγέθη σωματιδίων ενίσχυσης, παρατηρείται μια μικρή αύξηση της σκληρότητας με τη μείωση του μεγέθους των σωματιδίων από 2 μ m σε 20nm. Η αύξηση αυτή όμως βρίσκεται μέσα στα όρια σφάλματος της μέτρησης, για το λόγο αυτό κρίθηκε σκόπιμο να μελετηθούν περαιτέρω οι μηχανικές ιδιότητες των δύο αυτών βέλτιστων δοκιμίων με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης (Κεφ. 6.6.1).

Ακόμα ένα μείζονος σημασίας συμπέρασμα προκύπτει από το παραπάνω διάγραμμα. Σύμφωνα, λοιπόν, με το σχήμα 6.3 παρατηρείται μικρότερο εύρος της θερμικά επηρεασμένης ζώνης για το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm. Το γεγονός αυτό οφείλεται στα μικρότερα ποσά ενέργειας που λαμβάνει το μητρικό υλικό στη συγκεκριμένη περίπτωση, σε σχέση με το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μ m, αφού μεγαλύτερα ποσά ενέργειας καταναλώνονται για τη ροή της μεγαλύτερης ποσότητας σκόνης.

6.5 Μελέτη της επίδρασης της θερμικής μετα-κατεργασίας στα βέλτιστα δοκίμια

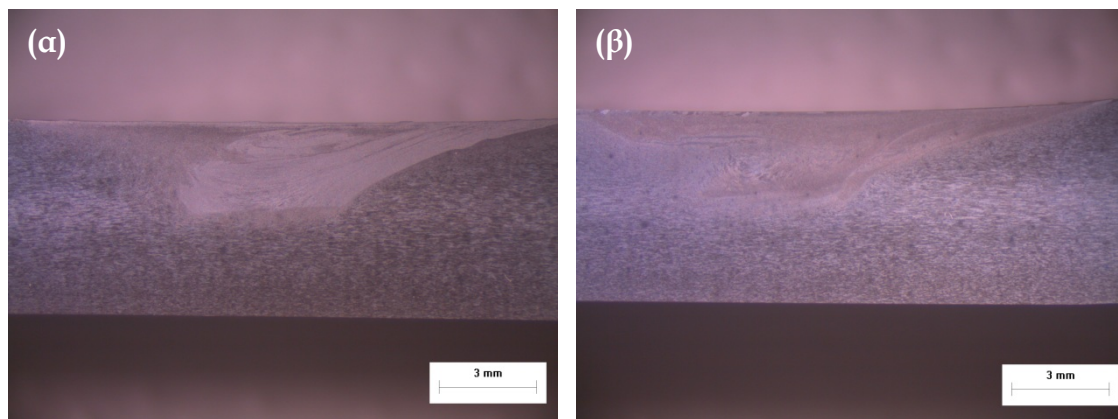
Ένα ακόμα μείζονος σημασίας συμπέρασμα εξάγεται από το διάγραμμα του σχήματος 6.3 για τα βέλτιστα δοκίμια με την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης 2 μ m και 20nm. Πιο συγκεκριμένα, παρατηρείται μείωση της σκληρότητας από τα ~180HV, για το μέταλλο βάσης AA7075-T651, στα ~127HV και στα ~130HV, για μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μ m και 20nm αντίστοιχα, παρά την μείωση του μεγέθους των κόκκων και την καλή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης. Το γεγονός αυτό υποδηλώνει ότι ο κυρίαρχος μηχανισμός ενίσχυσης για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου δεν είναι η μείωση του μεγέθους των κόκκων και η ενίσχυση με διασπορά μη διαπερατών σωματιδίων. Ως εκ τούτου, οι παράγοντες που διέπουν τις μηχανικές ιδιότητες της ζώνης ανάδευσης είναι, η πυκνότητα των

κατακρημνισμάτων καθώς και η πλεγματική τους συνέχεια. Όπως αναφέρεται και σε παρόμοιες μελέτες [71], φαίνεται ότι η μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης είναι αποτέλεσμα της μεγέθυνσης και διάλυσης των κατακρημνισμάτων, που λαμβάνει χώρα σε αυτή, κατά τη διάρκεια της FSP, γεγονός που ισχύει για όλα τα κράματα αλουμινίου που υφίστανται σκλήρυνση δομής με θερμική κατεργασία.

Με βάση, λοιπόν, τα παραπάνω απαραίτητο κρίθηκε να εφαρμοστεί στα δύο βέλτιστα δοκίμια θερμική κατεργασία T6, με σκοπό την επανακατακρήμνιση της φάσης MgZn₂, η οποία είναι κυρίως υπεύθυνη για την σκληρότητα του συγκεκριμένου κράματος. Η θερμική κατεργασία T6 που επιβάλλαμε πραγματοποιήθηκε σε τρία στάδια. Πιο αναλυτικά, αρχικά πραγματοποιήθηκε ομογενοποίηση για 2h στους 480°C, εν συνεχεία βαφή σε νερό, τεχνητή γήρανση για 24h στους 120°C και τέλος αργή απόψυξη στον αέρα.

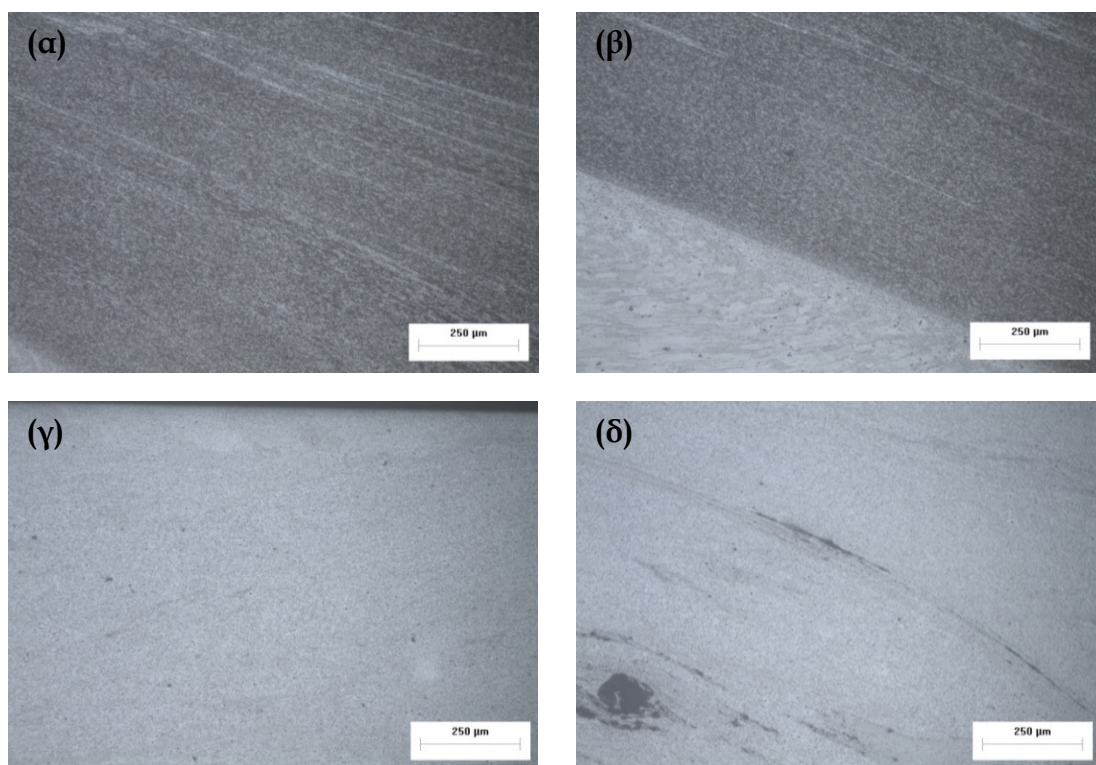
Επιδίωξη μας με τη θερμική μετα-κατεργασία (Postprocess heat treatment, PPHT) είναι η ισχυροποίηση, που θα επιτευχτεί, με κατακρήμνιση να λειτουργήσει συνδυαστικά με τους δύο μηχανισμούς ενίσχυσης που έχουμε επιβάλλει (ισχυροποίηση με μείωση του μεγέθους των κόκκων και με διασπορά μη διαπερατών σωματιδίων) καταλήγοντας σε ένα ισχυροποιημένο επιφανειακό σύνθετο στρώμα.

Παρατηρώντας τις εικόνες στερεοσκοπίου για μέγεθος αλούμινας 2μm (Εικ. 6.15a) και 20nm (Εικ. 6.15β) μετά τη θερμική μετα-κατεργασία, και συγκρίνοντας με τις αντίστοιχες εικόνες πριν την πραγματοποίηση αυτής (Εικ. 6.12), διαπιστώνουμε ότι, δεν παρουσιάζουν κάποια αλλαγή στην μικροδομή.



Εικόνα 6.15: Εικόνες οπτικής στερεοσκοπίας της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 (α) $2\mu\text{m}$ και (β) 20nm μετά την θερμική μετα-κατεργασία (PPHT).

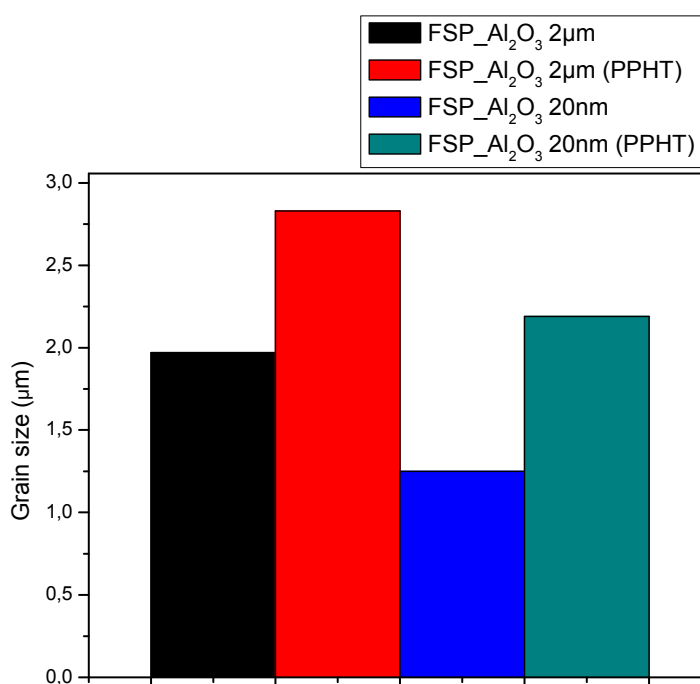
Στις παρακάτω εικόνες οπτικού μικροσκοπίου (Εικ. 6.16) παρουσιάζεται η ζώνη ανάδευσης για τα δύο μεγέθη αλούμινας, μετά την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασίας. Συγκρίνοντάς τες με τις αντίστοιχες εικόνες οπτικής μικροσκοπίας για μέγεθος Al_2O_3 $2\mu\text{m}$ (Εικ. 6.10γ-6.10δ) και 20nm (Εικ. 6.13) που ελήφθησαν πριν την εφαρμογή της θερμικής κατεργασίας καταλήγουμε στο συμπέρασμα ότι, και σε μεγαλύτερες μεγεθύνσεις που μας δίνει την δυνατότητα το οπτικό μικροσκόπιο, τα δοκίμια δεν φαίνεται να υπέστησαν κάποια μεταβολή στη μικροδομή τους.



Εικόνα 6.16: Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου (α)-(γ) στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης και (β)-(δ) προς την υποχωρούσα πλευράς, των δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη Al_2O_3 (α)-(β) $2\mu\text{m}$ και (γ)-(δ) 20nm μετά την θερμική μετα-κατεργασία (PPHT).

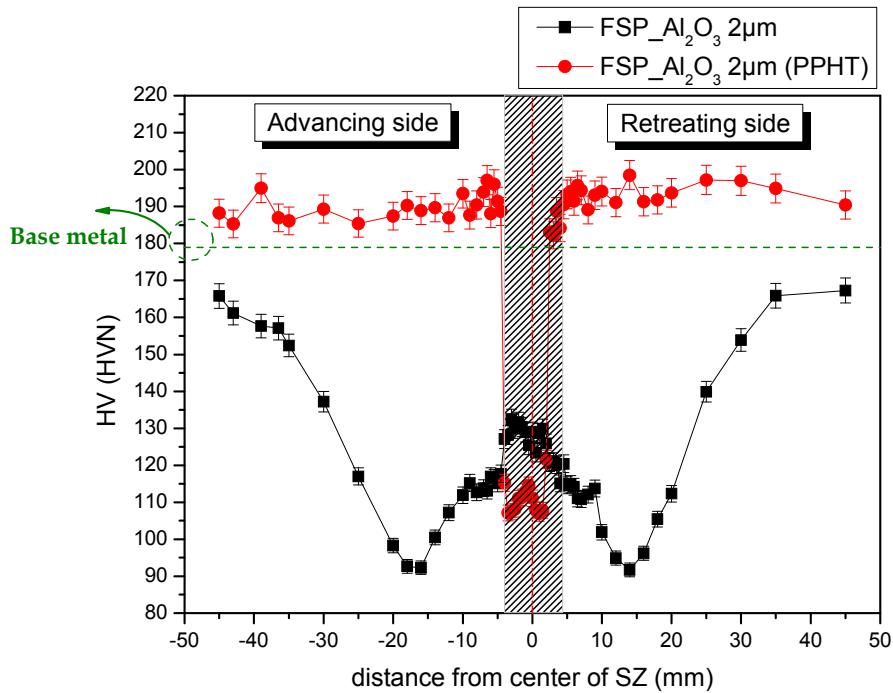
Το μέσο μέγεθος των κόκκων στη ζώνη ανάδευση βρέθηκε να αυξάνεται, μετά την επιβολή των δοκιμών σε θερμική κατεργασία, από 1,97 μm σε 2,83 μm για την Al_2O_3 2 μm καθώς και από 1,25 μm σε 2,19 μm για την Al_2O_3 20nm. Στο σημείο αυτό αξίζει να τονιστεί ότι, δεν επήλθε περαιτέρω αύξηση του μεγέθους των κόκκων του μητρικού υλικού εξαιτίας της ύπαρξης των σωματιδίων ενίσχυσης, τα οποία παρεμποδίζουν την κίνηση των περατωτικών ορίων των κόκκων και κατ' επέκταση την ανάπτυξη των κόκκων. Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται pinning effect και έχει αναλυθεί στο κεφάλαιο 4.

Στη συνέχεια παρουσιάζεται ένα ραβδόγραμμα με τα μεγέθη κόκκων όπως αυτά υπολογίστηκαν πριν και μετά τη θερμική κατεργασία για τα βέλτιστα δοκίμια με προσθήκη αλουμίνας 2 μm και 20nm.



Σχήμα 6.4: Ραβδόγραμμα της διακύμανσης του μέσου μεγέθους των κόκκων της σύνθετης ζώνης ανάδευσης των δύο βέλτιστων δοκιμών πριν και μετά την θερμική μετα-κατεργασία.

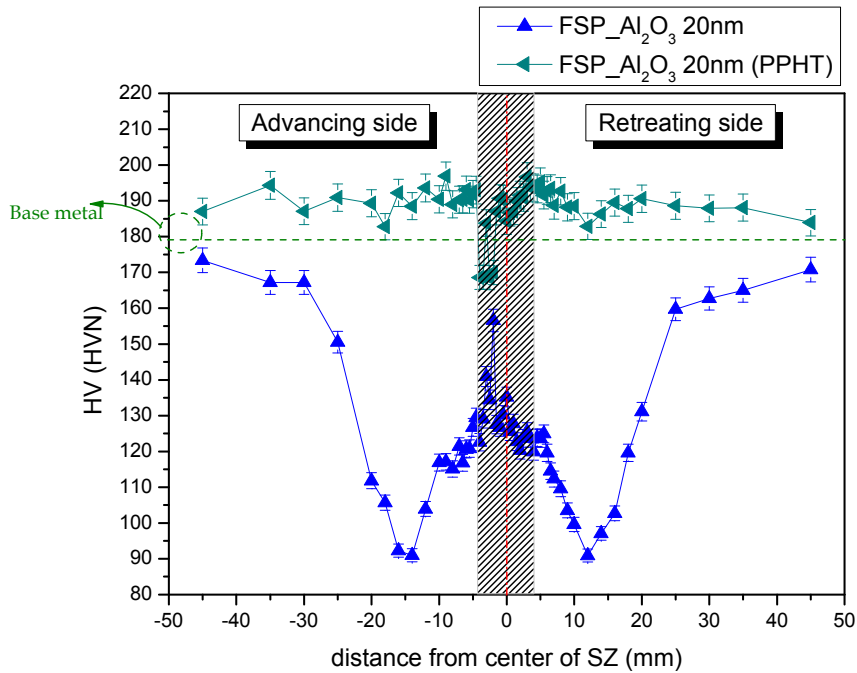
Ακολούθως παρατίθεται το διάγραμμα μικροσκληρότητας, όπως ελήφθη, για το κατεργασμένο δοκίμιο με τις βέλτιστες συνθήκες για μέγεθος αλουμίνας 2 μm , πριν και μετά τη θερμική μετα-κατεργασία.



Σχήμα 6.5: Προφίλ μικροσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής του βέλτιστου δοκιμίου με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μm πριν και μετά την PPHT.

Από τις παραπάνω μετρήσεις μικροσκληρότητας (Σχ. 6.4) παρατηρείται, μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης έπειτα από τη θερμική μετα-κατεργασία. Το γεγονός αυτό μπορεί να αποδοθεί στο ότι δεν κατέστη δυνατόν να επανασηματιστούν τα κατακρημνίσματα. Συνεπώς, η περαιτέρω μείωση της σκληρότητας σε σχέση με τις τιμές που είχε πριν τη θερμική μετα-κατεργασία μπορεί να αποδοθεί στην αύξηση του μεγέθους των κόκκων. Αντίθετα με τη συμπεριφορά της ζώνης ανάδευσης, παρατηρείται σημαντική αύξηση της σκληρότητας στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία ξεπερνάει και τις τιμές σκληρότητας του μετάλλου βάσης. Όπως προαναφέραμε (Κεφ.6.2), η υπεργήρανση που λαμβάνει χώρα στη συγκεκριμένη ζώνη κατά την FSP, έχει ως αποτέλεσμα τα κατακρημνίσματα να χάνουν την πλεγματική τους συνέχεια με αποτέλεσμα τη μείωση της σκληρότητας. Με την επιβολή όμως της θερμικής κατεργασίας T6 επέρχεται αποκατάσταση της δομής του κράματος στη συγκεκριμένη ζώνη.

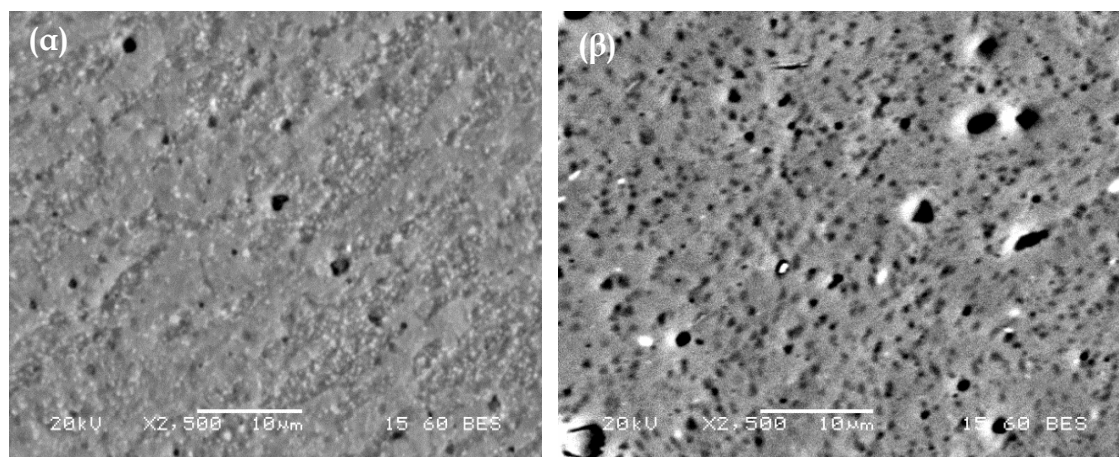
Ακολούθως παρατίθεται το διάγραμμα μικροσκληρότητας, για το κατεργασμένο δοκίμιο με τις βέλτιστες συνθήκες για μέγεθος αλούμινας 20nm, πριν και μετά τη θερμική μετα-κατεργασία.



Σχήμα 6.6: Προφίλ μικροσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής του βέλτιστου δοκιμίου με προσθήκη σκόνης Al₂O₃ 20nm πριν και μετά την PPHT.

Από το παραπάνω διάγραμμα (Σχ. 6.5) παρατηρείται μια σημαντική αύξηση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης έπειτα από τη θερμική μετακατεργασία. Ωστόσο η αύξηση αυτή που επήλθε, δεν είναι σε ποσοστό που να μπορεί να ερμηνευθεί τόσο από την κατεργασία σκλήρυνσης με κατακρήμνιση όσο και από τους δύο μηχανισμούς ενίσχυσης που έχουμε επιβάλλει (ισχυροποίηση με μείωση του μεγέθους των κόκκων και με διασπορά σωματιδίων ενίσχυσης). Επιπλέον, παρατηρείται, όπως και στην περίπτωση με μέγεθος σωματιδίων αλουμίνας 2μm, σημαντική αύξηση της σκληρότητας στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία ξεπερνάει και πάλι τις τιμές σκληρότητας του μετάλλου βάσης.

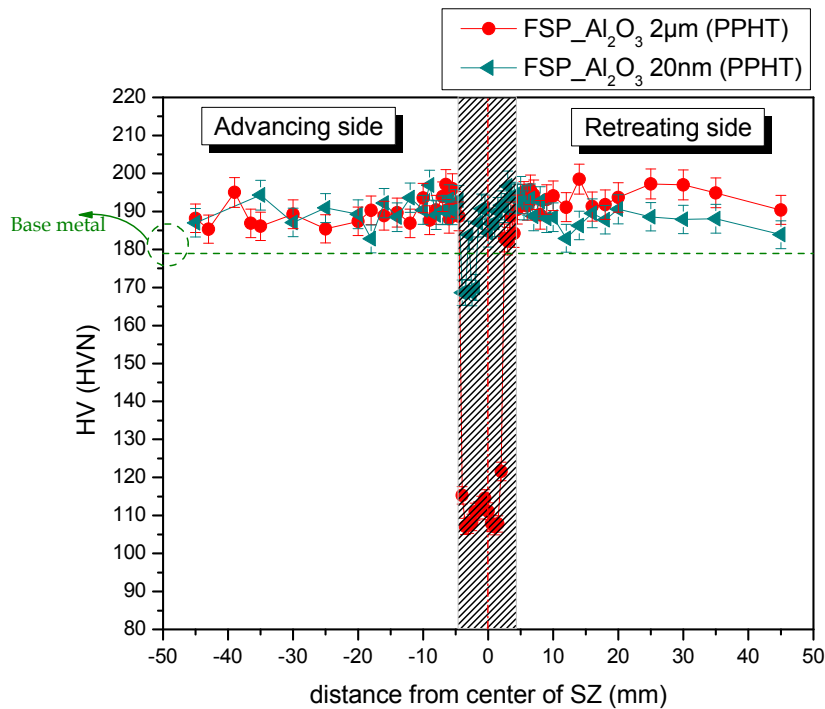
Στις παρακάτω εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης, που ελήφθησαν από οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, παρουσιάζεται η ζώνη ανάδευσης για τα βέλτιστα δοκίμια, με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μm και 20nm, έπειτα την θερμική μετα-κατεργασία.



Εικόνα 6.17: Εικόνες SEM από οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons) για τα δύο βέλτιστα δοκίμια με προσθήκη Al_2O_3 (α) 2 μm και (β) 20nm μετά την PPHT.

Από τις παραπάνω εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας παρατηρούμε την εμφανή διαφοροποίηση της πυκνότητας των κατακρημνισμάτων (σκουρόχρωμα σωματίδια). Πιο συγκεκριμένα, στο σύνθετο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μm παρατηρείται σχεδόν παντελής έλλειψη κατακρημνισμάτων (Εικ. 6.17α), σε αντίθεση με την περίπτωση του σύνθετου με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm όπου παρατηρείται ένα ικανοποιητικό ποσοστό κατακρήμνισης (Εικ. 6.17β). Η διαφοροποίηση αυτή, ενδεχομένως να οφείλεται στα διαφορετικά ποσά ενέργειας που λαμβάνει το μητρικό υλικό κατά την FSP στη ζώνη ανάδευσης (βλ. κεφ. 6.4), καταλήγοντας σε διαφορετικά ποσοστά σκλήρυνσης με κατακρήμνιση.

Στη συνέχεια παρατίθεται ένα συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας (Σχ. 6.7), όπως προέκυψε από τα δύο βέλτιστα δοκίμια, με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μ m και 20nm, έπειτα από την θερμική μετακατεργασία που τους επιβάλλαμε.



Σχήμα 6.7: Προφίλ μικροσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων με προσθήκη σκόνης Al₂O₃ 2 μ m και 20nm μετά την PPHT.

Από το παραπάνω διάγραμμα επιβεβαιώνεται η διαφορετική συμπεριφορά που επέδειξαν τα δύο αυτά δοκίμια κατά την υποβολή τους σε θερμική κατεργασία σκλήρυνσης με κατακρήμνιση, όπως αναλύθηκε προηγουμένως.

6.6 Μελέτη των νανομηχανικών ιδιοτήτων

Με βάση τα παραπάνω αποτελέσματα, αναγκαία κρίθηκε η περαιτέρω μελέτη, της επίδρασης του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης καθώς και της θερμικής μετα-κατεργασίας, στις νανομηχανικές ιδιότητες. Η μελέτη αυτή πραγματοποιήθηκε με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης, σύμφωνα με την οποία μπορούν να εξαχθούν συμπεράσματα για ένα μεγάλο εύρος νανομηχανικών ιδιοτήτων όπως η νανοσκληρότητα, η πλαστικότητα, και το μέτρο ελαστικότητας.

6.6.1. Μελέτη της επίδρασης του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης στις νανομηχανικές ιδιότητες

Όπως προαναφέραμε, οι κύριοι μηχανισμοί ισχυροποίησης των σύνθετων υλικών με διασπορά σωματιδίων, εξαρτώνται κυρίως από το μέσο μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης. Κατά συνέπεια το μέγεθος των σωματιδίων έχει μεγαλύτερη επίδραση στις τελικές ιδιότητες των σύνθετων αυτών επιφανειακών στρωμάτων. Για το λόγο αυτό αποφασίσαμε να μελετηθεί εκτενέστερα η επίδραση των δύο διαφορετικών μεγεθών σωματιδίων ενίσχυσης (2μm και 20nm) στις μηχανικές ιδιότητες. Αναλυτικότερα, πέρα από τη μελέτη της μικροδομής και της μικροσκληρότητας, που αναλύθηκαν στο κεφάλαιο 6.4, πραγματοποιήθηκε περαιτέρω ανάλυση με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης.

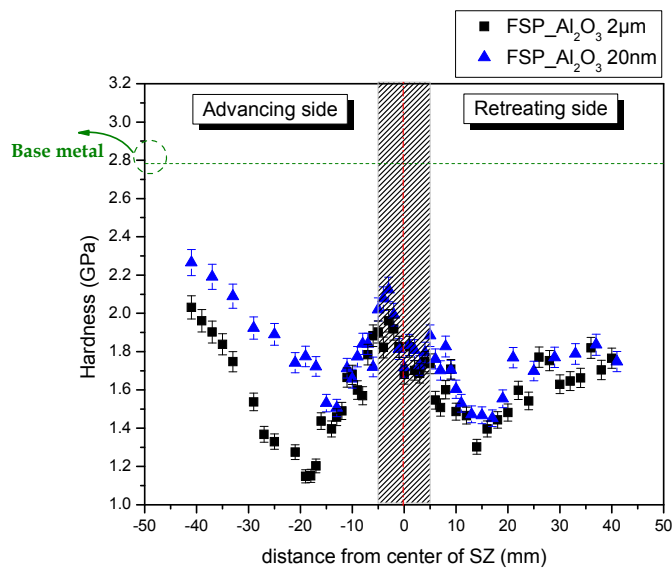
Στην τεχνική της νανοδιείσδυσης το βάθος και η δύναμη του εντυπωτή καταγράφονται ταυτόχρονα σε έναν κύκλο διείσδυσης (φόρτισης και αποφόρτισης) σύμφωνα με την παρακάτω σχέση.

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (6.1)$$

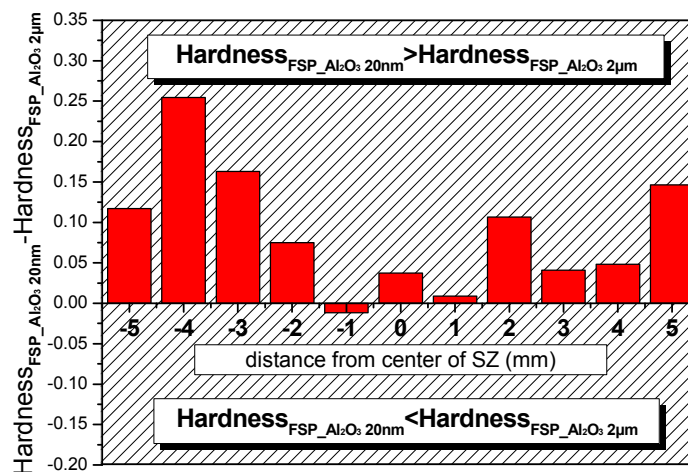
όπου, A η επιφάνεια επαφής και P_{\max} το μέγιστο εφαρμοζόμενο φορτίο.

Η επιφάνεια επαφής που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της σκληρότητας υπολογίζεται από το βάθος επαφής [40,41,42].

Παρακάτω παρατίθενται τα διαγράμματα νανοσκληρότητας όπως αυτά υπολογίστηκαν από τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης, κατά μήκος της εγκάρσιας διατομή, των βέλτιστων δοκιμίων, για μέγεθος σωματιδίων αλούμινας 2 μm και 20nm (Σχ. 6.8α) καθώς και μια πιο λεπτομερή ανάλυση στη ζώνη ανάδευσης με τη βοήθεια ραβδογράμματος (Σχ. 6.8β).



(α)

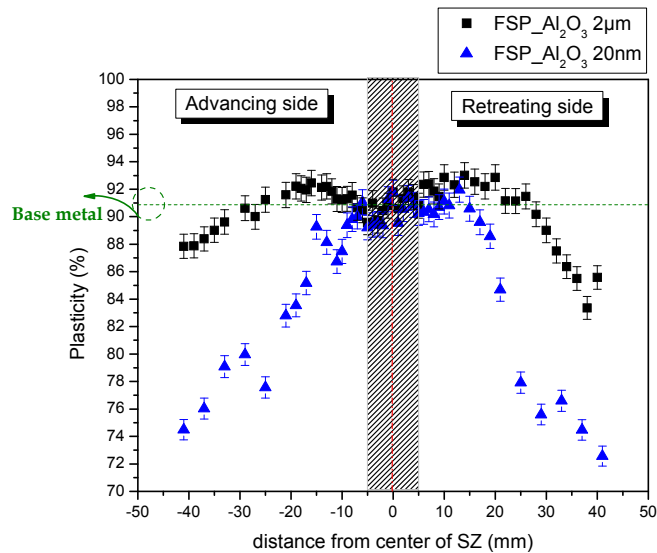


(β)

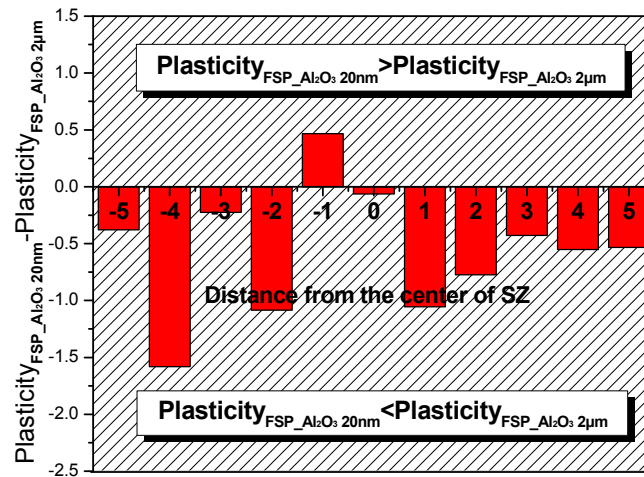
Σχήμα 6.8: (α) Προφίλ νανοσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής των δοκιμίων που παρήχθησαν με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μm και 20nm μέσω της FSP και (β) Ραβδόγραμμα της διαφοράς της νανοσκληρότητας των προαναφερθέντων δοκιμίων εστιασμένο στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης.

Στο διάγραμμα 6.8a δεν παρατηρείται σημαντική διαφορά στη νανοσκληρότητα για τα δύο βέλτιστα δοκίμια. Αν εστιάσουμε όμως στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης (Σχ. 6.5β), παρατηρούμε ξεκάθαρη τάση της σκληρότητας η οποία είναι μεγαλύτερη στην περίπτωση του δοκιμίου με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm. Η τάση αυτή οφείλεται στους κύριους μηχανισμούς ισχυροποίησης που λαμβάνουν χώρα κατά την εφαρμογή της FSP, με εισαγωγή σωματιδίων ενίσχυσης (μείωση του μεγέθους των κόκκων του μητρικού υλικού και μηχανισμό ενίσχυσης Orowan για μη διαπερατά σωματίδια), και οι οποίοι δρουν αποτελεσματικότερα όσο μειώνεται το μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης.

Η πλαστικότητα (Plasticity), όπως αναφέραμε και στο κεφάλαιο 2.8, εκφράζεται από το εμβαδό που περικλείει η καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης και είναι το ποσό της ενέργειας που παραμένει στο προς μέτρηση υλικό μετά τη διαδικασία της νανοδιείσδυσης. Με άλλα λόγια η πλαστικότητα σχετίζεται με το έργο που δαπανάται για την πλαστική παραμόρφωση σε σχέση με το συνολικό έργο που δαπανάται σε έναν κύκλο φόρτισης - αποφόρτισης. Έτσι για κάθε καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης υπολογίστηκε το ποσοστό πλαστικότητας κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων, με μέγεθος σωματιδίων αλούμινας 2μm και 20nm (Σχ. 6.9a). Τα εμβαδά υπολογίστηκαν με μαθηματική ολοκλήρωση της περιοχής κάτω από τις καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης (βάθος διείσδυσης 200 nm).



(α)



(β)

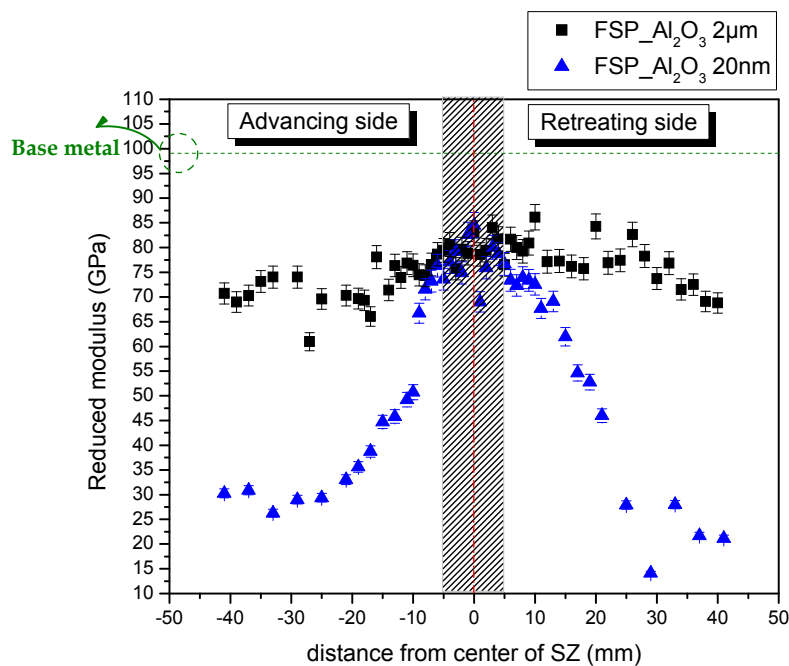
Σχήμα 6.9: (α) Διάγραμμα κατανομής της πλαστικότητας της εγκάρσιας διατομής των δοκιμίων που παρήχθησαν με προσθήκη σκόνης Al₂O₃ 2µm και 20nm μέσω της FSP και (β) Ραβδόγραμμα της διαφοράς της πλαστικότητας των προαναφερθέντων δοκιμίων εστιασμένο στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης.

Από το παραπάνω διάγραμμα παρατηρούμε ότι και τα δύο βέλτιστα δοκίμια παρουσιάζουν τιμές πλαστικότητας παραπλήσιες με αυτές του μετάλλου βάσης (Σχ. 6.9α). Εστιάζοντας, όμως, στην ζώνη ανάδευσης παρατηρούμε ότι το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm παρουσιάζει χαμηλότερες τιμές πλαστικότητας σε σχέση με το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων 2µm (Σχ. 6.9β). Το γεγονός αυτό υποδηλώνει ότι το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2µm έχει υποστεί μεγαλύτερη

υποβάθμιση των μηχανικών του ιδιοτήτων (σκληρότητα, μέγιστη αντοχή σε θραύση) σε σχέση με το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm.

Ακόμα ένα μείζονος σημασίας συμπέρασμα προκύπτει από το παραπάνω διάγραμμα. Σύμφωνα, λοιπόν, με το σχήμα 6.9α παρατηρείται σημαντική μείωση της πλαστικότητας εκατέρωθεν της ζώνης συγκόλλησης για το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm. Το γεγονός αυτό οφείλεται στην μεγαλύτερη ποσότητας σκόνης που εισάγεται στον ίδιο όγκο, για την περίπτωση μεγέθους αυτής 20nm, με αποτέλεσμα η κινητική ενέργεια που απαιτείται για την κίνηση αυτής της επιπλέον ποσότητας σωματιδίων να αφαιρείται από την αποδιδόμενη ενέργεια στο μητρικό υλικό.

Στη συνέχεια δίνεται το διάγραμμα μεταβολής του σύνθετου μέτρου ελαστικότητας (Reduced modulus) κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής για τα δύο βέλτιστα δοκίμια (Σχ 6.10).



Σχήμα 6.10: Διάγραμμα κατανομής του σύνθετου μέτρου ελαστικότητας της εγκάρσιας διατομής των δοκιμίων που παρήχθησαν με προσθήκη σκόνης Al₂O₃ 2μm και 20nm μέσω της FSP.

Συγκρίνοντας το σχήμα 6.10 με το σχήμα 6.9, παρατηρούμε παρόμοια συμπεριφορά του σύνθετου μέτρου ελαστικότητας και της πλαστικότητας. Το σύνθετο μέτρο ελαστικότητας υπολογίζεται, σύμφωνα με την σχέση 6.2, μέσω

της ακαμψίας της επαφής (contact stiffness, S), η οποία επηρεάζεται από την ελαστική ανάκαμψη του υλικού.

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} E_r \quad (6.2)$$

Με βάση τα παραπάνω, γίνεται αντιληπτό ότι η πλαστική παραμόρφωση επηρεάζει σε μεγάλο βαθμό το μέτρο ελαστικότητας με αποτέλεσμα να μη μπορούν να εξαχθούν σαφή συμπεράσματα για το σύνθετο μέτρο ελαστικότητας.

Ο λόγος της νανοσκληρότητας προς το μέτρο ελαστικότητας, H/E , παρουσιάζει σημαντικό ενδιαφέρον στην τριβολογία. Ο λόγος αυτός πολλαπλασιασμένος με ένα γεωμετρικό παράγοντα δίνει τον "δείκτη πλαστικότητας" ("plasticity index") ο οποίος περιγράφει τις ιδιότητες παραμόρφωσης επιφανειών [81]. Η συσχέτιση αυτή παρέχει μία εναλλακτική μέθοδο για τη μέτρηση του λόγου H/E στη μικρο- και νανο- κλίμακα για μέταλλα και κεραμικά. Επιπλέον, η νανοσκληρότητα H και το μέτρο ελαστικότητας E μπορούν να ληφθούν χρησιμοποιώντας την παραπάνω συσχέτιση μαζί με μία ευρύτατα γνωστή σχέση μεταξύ του E , της επιφάνειας επαφής και της αρχικής κλίσης της καμπύλης αποφόρτισης [82,83]. Το συνολικό έργο που δημιουργείται από την ακίδα, W_{tot} , η οποία προκαλεί ελαστοπλαστική συμπεριφορά σε ένα μέγιστο βάθος, και το έργο που μεταφέρεται από το δείγμα στην ακίδα κατά τη διάρκεια της αποφόρτισης, W_u , έχουν εξεταστεί από πληθώρα ερευνητών [82, 84, 84].

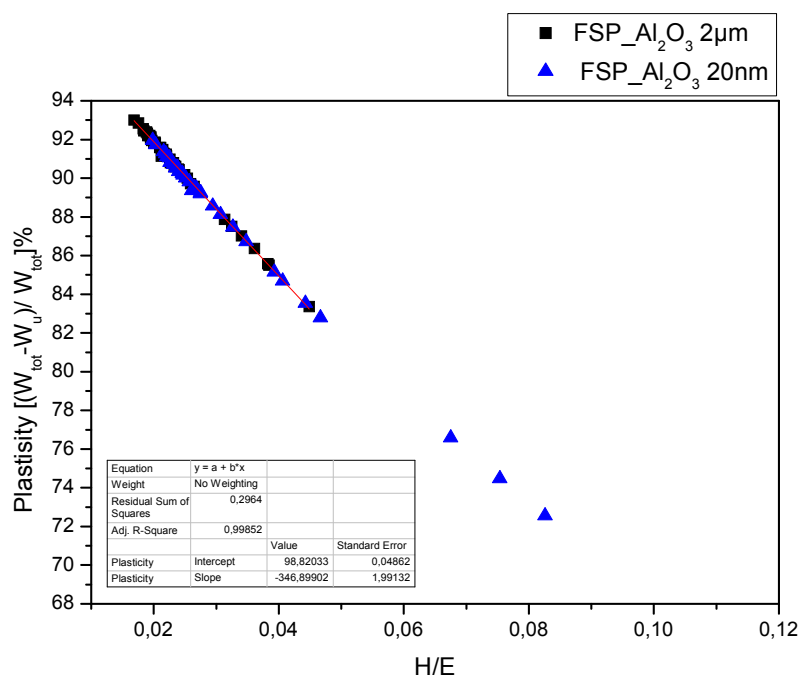
Βρέθηκε ότι μία αξιοσημείωτη σχέση να υπάρχει μεταξύ του έργου που παραμένει στο υλικό προς το συνολικό έργο για μία πλήρη διαδικασία φόρτισης-αποφόρτισης, $(W_{tot}-W_u)/W_{tot}$, και του όρου H/E^* [82], η οποία δίνεται παρακάτω:

$$\frac{H}{E^*} = \Pi_{\theta} \frac{(W_{tot} - W_u)}{W_{tot}} \quad (6.3)$$

όπου $E^* = E/(1-\nu^2)$.

Ο δείκτης θ , υποδηλώνει μία πιθανή εξάρτηση από τη γεωμετρία της ακίδας (από την γωνία του κεντρικού άξονα της ακίδας). Συγκεκριμένα, το σχήμα 6.11 δείχνει ότι για δεδομένη γεωμετρία ακίδας Berkovich υπάρχει μία προσεγγιστική γραμμική σχέση μεταξύ του H/E^* και $(W_{tot}-W_u)/W_{tot}$. Επομένως, η τιμή H/E^* μπορεί να εξαχθεί από τη μετρήσή του και W_u του W_{tot} , τα οποία μπορούν να υπολογιστούν από απλή μαθηματική ολοκλήρωση βασισμένη σε μετρήσεις φορτίου και μετατόπισης.

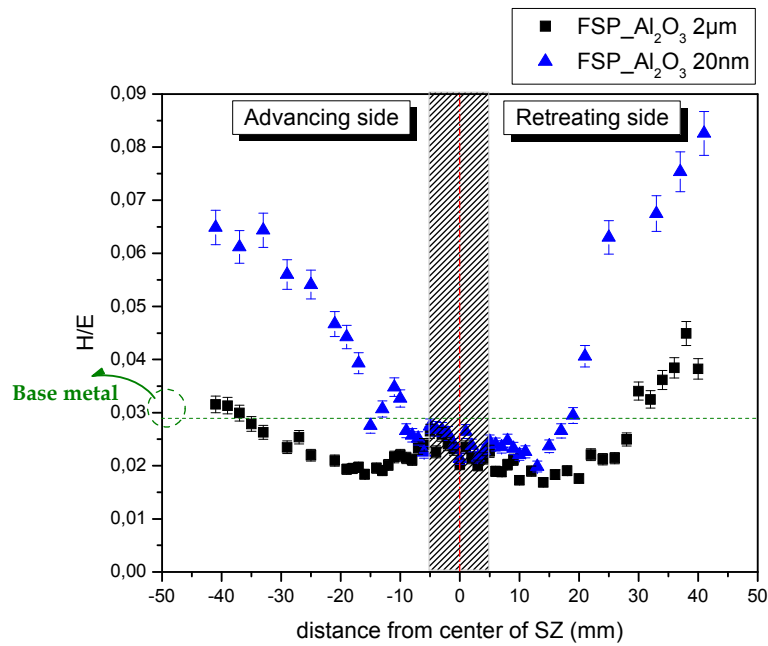
Στο σχήμα 6.11 παρατηρούμε ότι ο λόγος H/E^* είναι αντιστρόφως ανάλογος της πλαστικότητας $((W_{tot}-W_u)/W_{tot})$. Με βάση αυτήν την παρατήρηση μπορούμε να θεωρήσουμε ότι τα αποτελέσματα του λόγου H/E είναι αξιόπιστα [83,84,85].



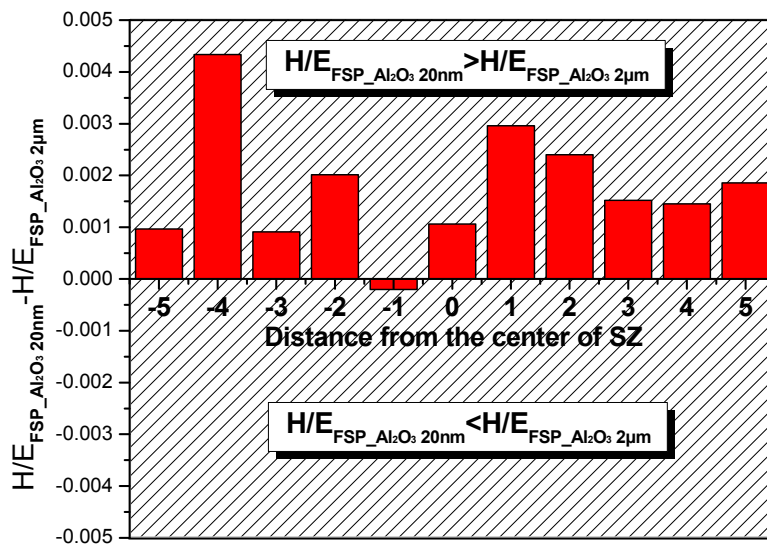
Σχήμα 6.11: Μεταβολή του λόγου H/E^* ως προς την πλαστικότητα για τα βέλτιστα δοκίμια με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μ m και 20nm.

Παρατηρώντας το παραπάνω διάγραμμα γίνεται αντιληπτό ότι όσο μειώνετε η πλαστικότητα αυξάνει η αντοχή σε μηχανική καταπόνηση.

Στη συνέχεια παρατίθενται το διάγραμμα του λόγου της σκληρότητας προς το μέτρο ελαστικότητας (H/E), κατά μήκος της εγκάρσιας διατομή, των βέλτιστων δοκιμίων, για μέγεθος σωματιδίων αλουμίνας 2 μ m και 20nm (Σχ. 6.11a) καθώς και μια πιο λεπτομερή ανάλυση στη ζώνη ανάδευσης με τη βοήθεια ραβδογράμματος (Σχ. 6.11β).



(α)



(β)

Σχήμα 6.12: (α) Διάγραμμα κατανομής του λόγου H/E της εγκάρσιας διατομής των δοκιμών που παρήχθησαν με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2µm και 20nm μέσω της FSP και (β) Ραβδόγραμμα της διαφορά του λόγου H/E των προαναφερθέντων δοκιμών εστιασμένο στην σύνθετη ζώνη ανάδευσης.

Οι αυξημένες τιμές του λόγου H/E που παρουσιάζονται στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm, σε σχέση με τις τιμές του συγκεκριμένου λόγο στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2µm, υποδηλώνουν μεγαλύτερη αντοχή σε μηχανική καταπόνηση. Το γεγονός αυτό, όπως προαναφέρθηκε και στην

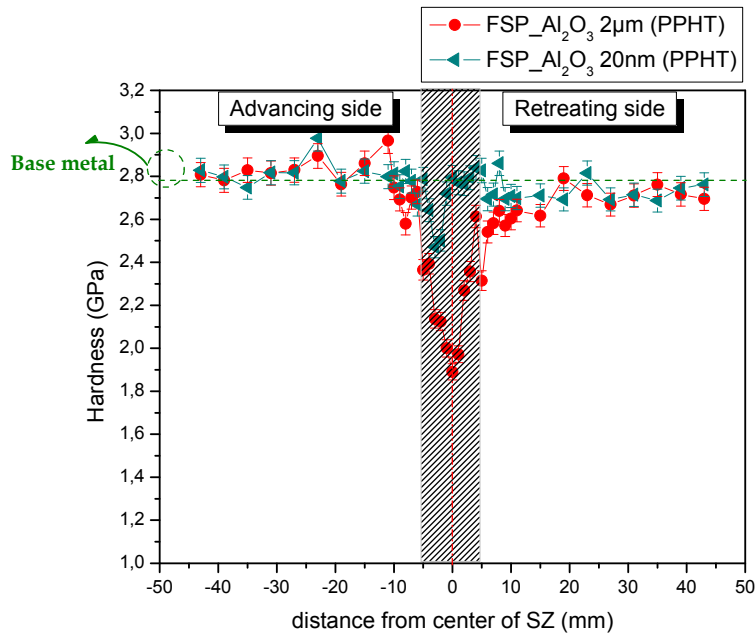
περίπτωση της ναοσκληρότητας, ερμηνεύεται με βάση την επίδραση του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης στους μηχανισμούς ισχυροποίησης που διέπουν τη συγκεκριμένη σύνθετη ζώνη.

6.6.2. Μελέτη της επίδρασης της θερμικής μετα-κατεργασίας στις νανομηχανικές ιδιότητες

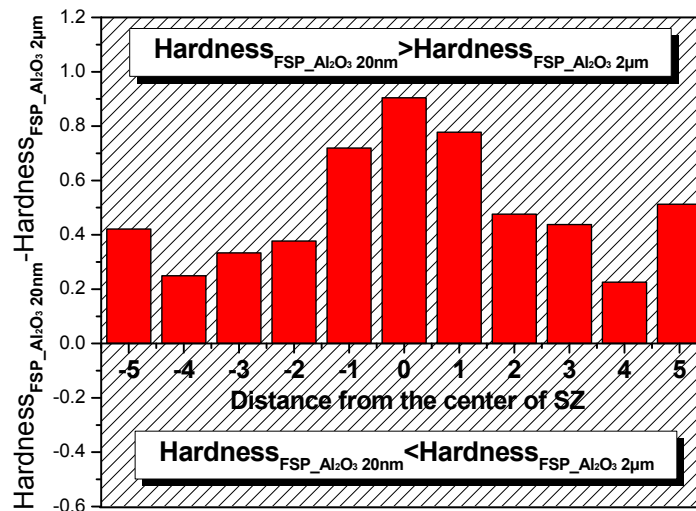
Επιδίωξη μας με τη θερμική μετα-κατεργασία (Postprocess heat treatment, PPHТ), που πραγματοποιήθηκε στα δύο βέλτιστα δοκίμια με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μm και 20nm, είναι η ισχυροποίηση, που θα επιτευχτεί, με κατακρήμνιση να λειτουργήσει συνδυαστικά με τους δύο μηχανισμούς ενίσχυσης που έχουμε επιβάλλει (ισχυροποίηση με μείωση του μεγέθους των κόκκων και με διασπορά μη διαπερατών σωματιδίων) καταλήγοντας σε ένα ισχυροποιημένο επιφανειακό σύνθετο στρώμα. Με σκοπό την πιο ολοκληρωμένη μελέτη της επίδρασης της θερμικής μετα-κατεργασίας στα δύο βέλτιστα σύνθετα όσο αφορά τις μηχανικές ιδιότητες, πραγματοποιήθηκε πέρα από τη μελέτη της μικροδομής και της μικροσκληρότητας, που αναλύθηκαν στο κεφάλαιο 6.5, περαιτέρω ανάλυση με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης. Πιο συγκεκριμένα, μελετήθηκε η ναοσκληρότητα, η πλαστικότητα, το μέτρο ελαστικότητας και ο λόγος H/E.

Τα αποτελέσματα των τιμών ναοσκληρομέτρησης που ελήφθησαν για τα δύο βέλτιστα δοκίμια, κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής, παρουσιάζονται στο σχήμα 6.13a ενώ στο σχήμα 6.13b παρουσιάζεται μια περαιτέρω ανάλυση εστιασμένη στην περιοχή της σύνθετης ζώνης ανάδευσης.

Σύμφωνα με το προαναφερθέν διάγραμμα είναι σαφές ότι το δοκίμιο με την προσθήκη σωματιδίων Al_2O_3 20nm εμφανίζει υψηλότερες τιμές μικροσκληρότητας στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης, έπειτα από την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασίας, σε σχέση με το δοκίμιο με προσθήκη σωματιδίων Al_2O_3 2 μm .



(α)



(β)

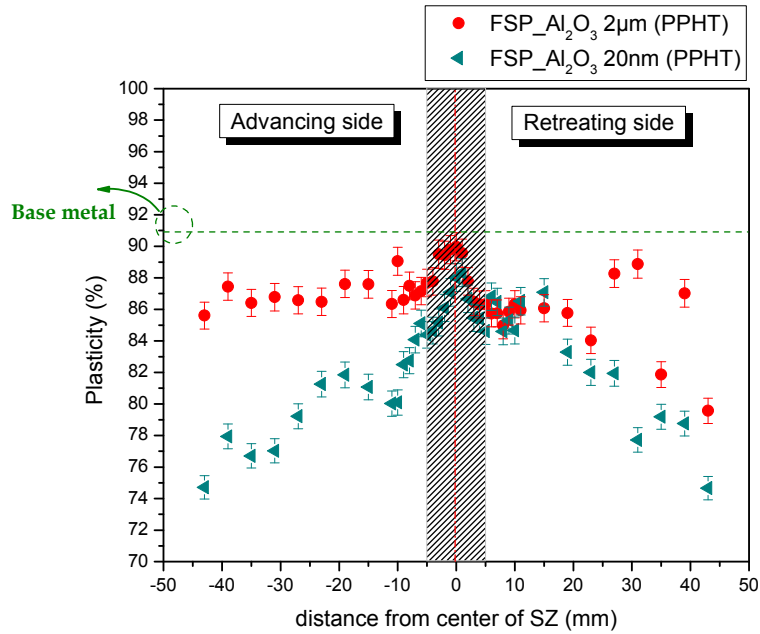
Σχήμα 6.13: (α) Προφίλ νανοσκληρότητας της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων με προσθήκη σκόνης Al₂O₃ 2µm και 20nm μετά την PPHT και (β) Ραβδόγραμμα της διαφοράς της νανοσκληρότητας των προαναφερθέντων δοκιμίων εστιασμένο στην σύνθετη ζώνη ανάδευσης.

Συγκρίνοντας το διάγραμμα του σχήματος 6.13α με αυτό του σχήματος 6.8α εξάγονται σημαντικά συμπεράσματα για τη συμπεριφορά των δύο βέλτιστων δοκιμίων μετά την πραγματοποίηση της θερμικής κατεργασίας. Πιο συγκεκριμένα, παρατηρείται και στα δύο δοκίμια σημαντική αύξηση της σκληρότητας στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία σε αρκετά σημεία ξεπερνάει και τις τιμές σκληρότητας του μετάλλου βάσης. Όπως αναφέραμε

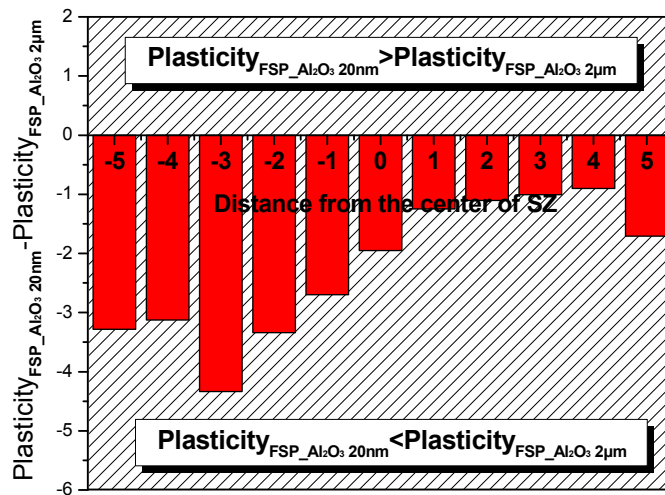
παραπάνω (Κεφ.6.2), η υπεργήρανση που λαμβάνει χώρα στην συγκεκριμένη ζώνη κατά την FSP, έχει ως αποτέλεσμα τα κατακρημνίσματα να χάνουν την πλεγματική τους συνέχεια με αποτέλεσμα τη μείωση της σκληρότητας. Με την επιβολή όμως της θερμικής μετα-κατεργασίας επέρχεται αποκατάσταση της δομής του κράματος στη συγκεκριμένη ζώνη. Ακόμα, από τη σύγκριση των παραπάνω διαγραμμάτων, παρατηρείται μεγάλη αύξηση των τιμών νανοσκληρότητας, στη ζώνη ανάδευσης, για το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm έπειτα από τη θερμική μετα-κατεργασία. Το γεγονός αυτό φανερώνει ότι έλαβε χώρα ένα μεγάλο ποσοστό κατακρήμνισης στη συγκεκριμένη σύνθετη ζώνη. Αντίθετα με τη συμπεριφορά του δοκιμίου που προαναφέρθηκε, το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2μm παρουσιάζει στη ζώνη ανάδευσης τιμές νανοσκληρότητας είτε παρόμοιες είτε ελάχιστα αυξημένες με αυτές που υπολογίστηκαν πριν τη θερμική μετα-κατεργασία. Η παραπάνω παρατήρηση υποδηλώνει ότι η κατακρήμνιση πραγματοποιήθηκε σε ελάχιστο ποσοστό.

Όλες οι παραπάνω παρατηρήσεις επιβεβαιώθηκαν και με τη μέθοδο της μικροσκληρομέτρησης εκτός από τη συμπεριφορά που παρουσίασε το δοκίμιο, με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2μm, στη ζώνη ανάδευσης μετά τη θερμική μετα-κατεργασία. Σύμφωνα με τη μικροσκληρόμετρηση στο συγκεκριμένο δοκίμιο επήλθε περαιτέρω μείωση της σκληρότητας μετά τη θερμική κατεργασία στη συγκεκριμένη ζώνη, αντίθετα οι τιμές νανοσκληρότητας είτε εμφανίστηκαν παρόμοιες είτε ελάχιστα αυξημένες. Η διαφοροποίηση αυτή πιθανώς οφείλεται στο χρόνο που μεσολάβησε ανάμεσα στις μετρήσεις μικρο- και νάνο-σκληρότητας (~14μέρες), με την τελευταία να έπεται της πρώτης. Το μεσοδιάστημα αυτό ενδεχομένως ήταν ικανό να οδηγήσει το συγκεκριμένο δοκίμιο σε φυσική γήρανση, με αποτέλεσμα να εμφανίσει μεγαλύτερο ποσοστό κατακρήμνισης.

Στη συνέχεια δίνεται το διάγραμμα μεταβολής της πλαστικότητας, κατά μήκος της εγκάρσιας διατομής, για τα δύο βέλτιστα δοκίμια έπειτα από τη θερμική μετα-κατεργασία (Σχ. 6.14).



(α)



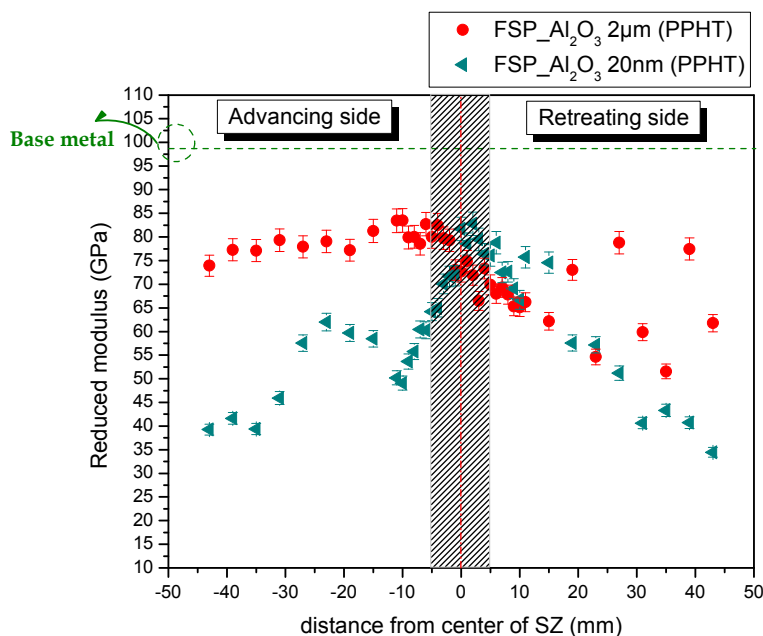
(β)

Σχήμα 6.14: (α) Διάγραμμα κατανομής της πλαστικότητας της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μm και 20nm μετά την PPHT και (β) Ραβδόγραμμα της διαφοράς της πλαστικότητας των προαναφερθέντων δοκιμίων εστιασμένο στην σύνθετη ζώνη ανάδευσης.

Από το παραπάνω διάγραμμα παρατηρούμε ότι και τα δύο βέλτιστα δοκίμια παρουσιάζουν τιμές πλαστικότητας μικρότερες από την τιμή πλαστικότητας του μετάλλου βάσης (Σχ. 6.9α). Με βάση την παραπάνω παρατήρηση εξαγάγουμε το συμπέρασμα ότι τα δύο βέλτιστα δοκίμια εμφανίζουν μικρότερη πλαστική παραμόρφωση κατά την νανοδιείσδυση, σε σχέση με το μέταλλο βάσης, μετά την θερμική μετα-κατεργασία (βλ. σχ. 6.6).

Συγκρίνοντας το ραβδόγραμμα του σχήματος 6.14β με το ραβδόγραμμα του σχήματος 6.9β παρατηρούμε ότι η διαφορά των τιμών των δύο δοκιμίων στη σύνθετη ζώνη παρουσιάζει μεγάλη αύξηση έπειτα από την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασίας. Το γεγονός αυτό επιβεβαιώνει όσα προαναφέρθηκαν για τη διαφορετική συμπεριφορά των δυο βέλτιστων δοκιμίων μετά τη θερμική κατεργασία.

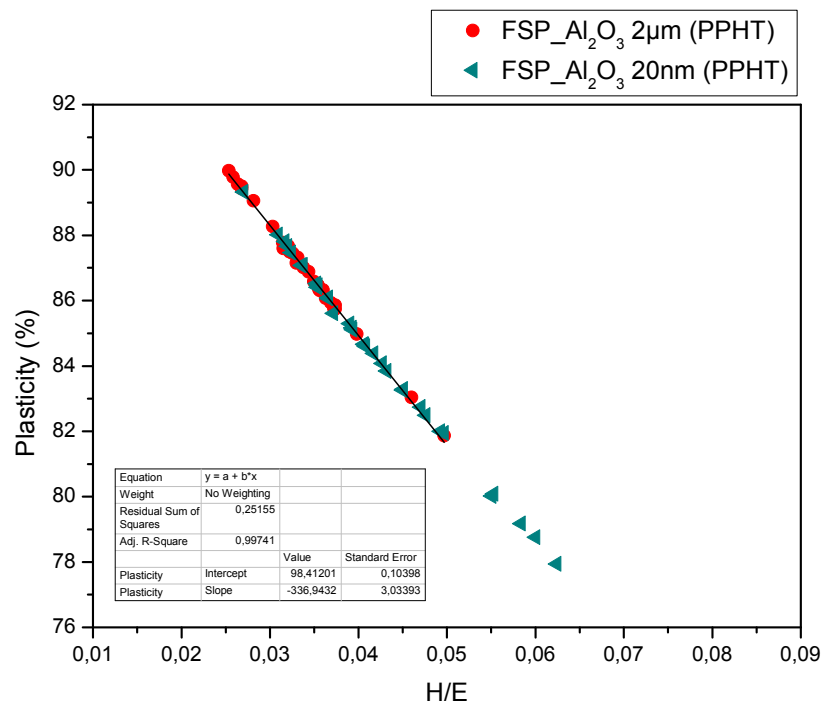
Στο Σχήμα 6.15 απεικονίζεται η κατανομή του μέτρου ελαστικότητας των δύο βέλτιστων δοκιμίων έπειτα από την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασίας.



Σχήμα 6.15: Διάγραμμα κατανομής του σύνθετου μέτρου ελαστικότητας της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μm και 20nm μετά την PPHT.

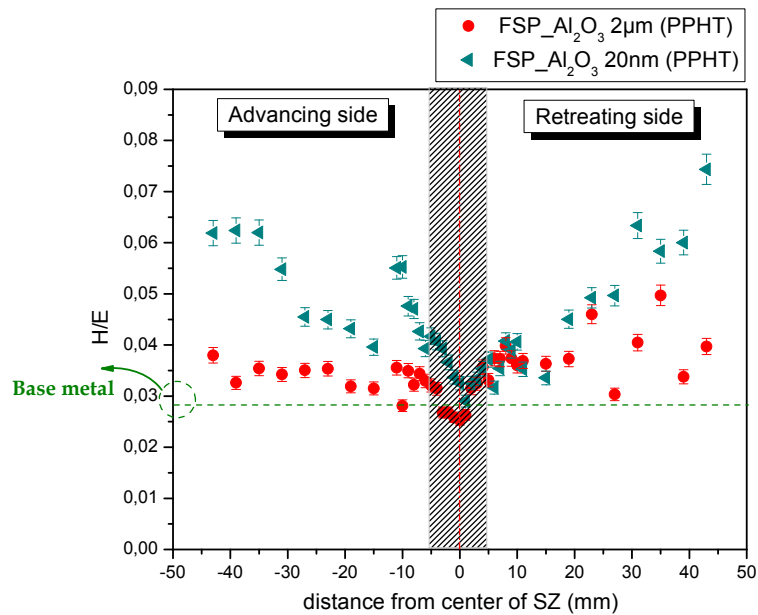
Συγκρίνοντας το σχήμα 6.15 με το σχήμα 6.14a, παρατηρούμε και μετά τη θερμική κατεργασία, τη μεγάλη επίδραση της πλαστικότητας στο σύνθετο μέτρο ελαστικότητας. Με βάση όσα προαναφέρθηκαν για τον τρόπο που επιδρά η πλαστικότητα στο σύνθετο μέτρο ελαστικότητας, καταλήγουμε στο συμπέρασμα ότι το μέτρο ελαστικότητας δεν μπορεί να δώσει αξιόπιστα αποτελέσματα.

Στο παρακάτω διάγραμμα (Σχ. 6.16) παρατηρούμε ότι και σε αυτήν την περίπτωση ο λόγος H/E^* είναι αντιστρόφως ανάλογος της πλαστικότητας $((W_{tot}-W_u)/W_{tot})$. Με βάση αυτήν την παρατήρηση, και με όσα προαναφέρθηκαν, μπορούμε να θεωρήσουμε τα αποτελέσματα του λόγου H/E αξιόπιστα και στη συγκεκριμένη περίπτωση.

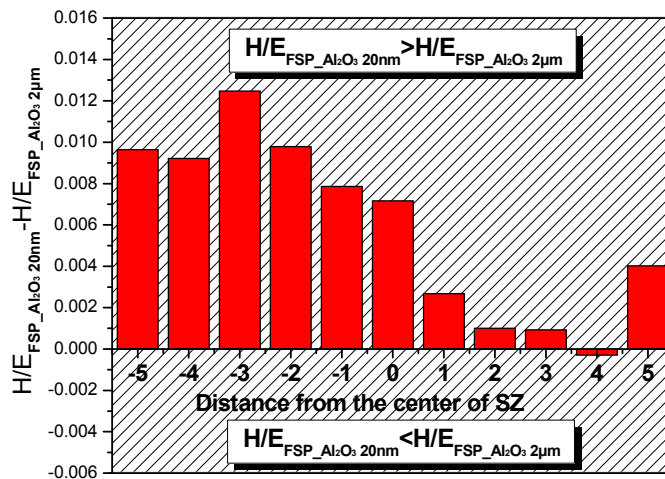


Σχήμα 6.16: Μεταβολή του λόγου H/E^* ως προς την πλαστικότητα για τα βέλτιστα δοκίμια με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μ m και 20nm μετά την PPHT.

Στη συνέχεια παρουσιάζεται το διάγραμμα του λόγου H/E για τα δύο βέλτιστα δοκίμια όπως υπολογίστηκε έπειτα από την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασίας.



(α)



(β)

Σχήμα 6.17: (α) Διάγραμμα κατανομής του λόγου H/E της εγκάρσιας διατομής των βέλτιστων δοκιμίων με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 2 μm και 20nm μετά την PPHT και (β) Ραβδόγραμμα της διαφορά του λόγου H/E των προαναφερθέντων δοκιμίων εστιασμένο στην σύνθετη ζώνη ανάδευσης.

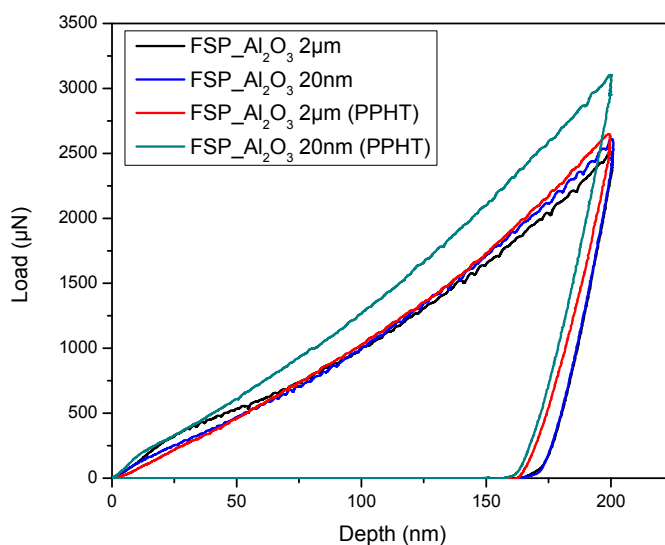
Συγκρίνοντας το διάγραμμα του σχήματος 6.15α με το διάγραμμα του σχήματος 6.12α παρατηρούμε ότι επήλθε μεγάλη αύξηση των τιμών του λόγου H/E μετά τη θερμική κατεργασία για το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm, το οποίο έχει υπερβεί και την τιμή του μετάλλου βάσης. Αντίθετα, το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μm , παρουσιάζει τιμές παραπλήσιες με αυτές που είχαν υπολογιστεί πριν την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασία, το οποίο οφείλεται, όπως προαναφέραμε, στο

μικρό ποσοστό κατακρήμνισης που παρουσίασε. Με βάση όσα προαναφέρθηκαν, αναμενόμενη είναι και η μεγάλη αύξηση της διαφοράς των λόγων H/E , που παρουσιάζεται για τα δύο βέλτιστα δοκίμια, μετά την πραγματοποίηση της θερμικής κατεργασίας (Σχ. 6.17β).

6.6.3. Συγκεντρωτικά αποτελέσματα

Στο σημείο αυτό σκόπιμο κρίθηκε να παρουσιαστούν συγκριτικά διαγράμματα των βέλτιστων δοκιμίων, πριν και μετά τη θερμική κατεργασία T_6 που τους επιβάλλαμε. Τα αποτελέσματα που θα παρουσιαστούν αφορούν το κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης καθώς σε όλο το μήκος της συγκεκριμένης ζώνης παρουσίασαν παρόμοια συμπεριφορά.

Παρακάτω παρουσιάζονται οι καμπύλες φορτίου-βάθους διείδυσης (φόρτισης-αποφόρτισης) για τα βέλτιστα δοκίμια με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης $2\mu\text{m}$ και 20nm (πριν και μετά τη θερμική κατεργασία, που προέκυψαν από την μέτρηση της μετατόπισης της ακίδας του εντυπωτή μέσα στο υλικό σε σχέση με το φορτίο που εφαρμόζεται. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης και για βάθος διείδυσης 200nm .

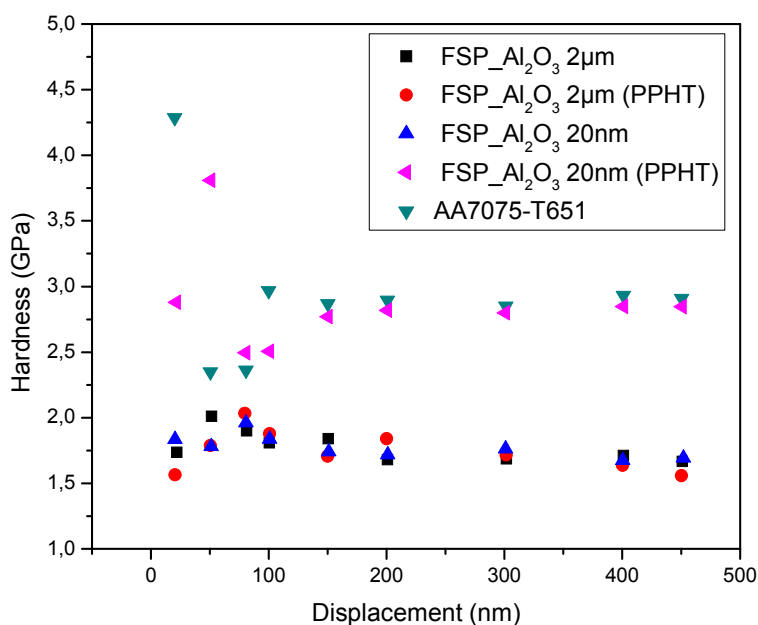


Σχήμα 6.18: Καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης για βάθος διείδυσης 200nm για τα δύο βέλτιστα δοκίμια πριν και μετά την PPHT, στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης, καθώς και του μετάλλου βάσης.

Από το παραπάνω διάγραμμα παρατηρούμε ότι για το βέλτιστο δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm (μετά τη θερμική κατεργασία) απαιτείται αρκετά υψηλότερο επιβαλλόμενο φορτίο για το ίδιο βάθος διείσδυσης, γεγονός που επιβεβαιώνει την αυξημένη σκληρότητα που παρουσίασε το συγκεκριμένο δοκίμιο.

Στο σχήμα 6.19 παρουσιάζονται οι τιμές νανοσκληρότητας που υπολογίστηκαν μέσω του μοντέλου Oliver-Pharr για τα δύο βέλτιστα δοκίμια (πριν και μετά τη θερμική κατεργασία) καθώς και για το μέταλλο βάσης στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης για διάφορα βάθη διείσδυσης.

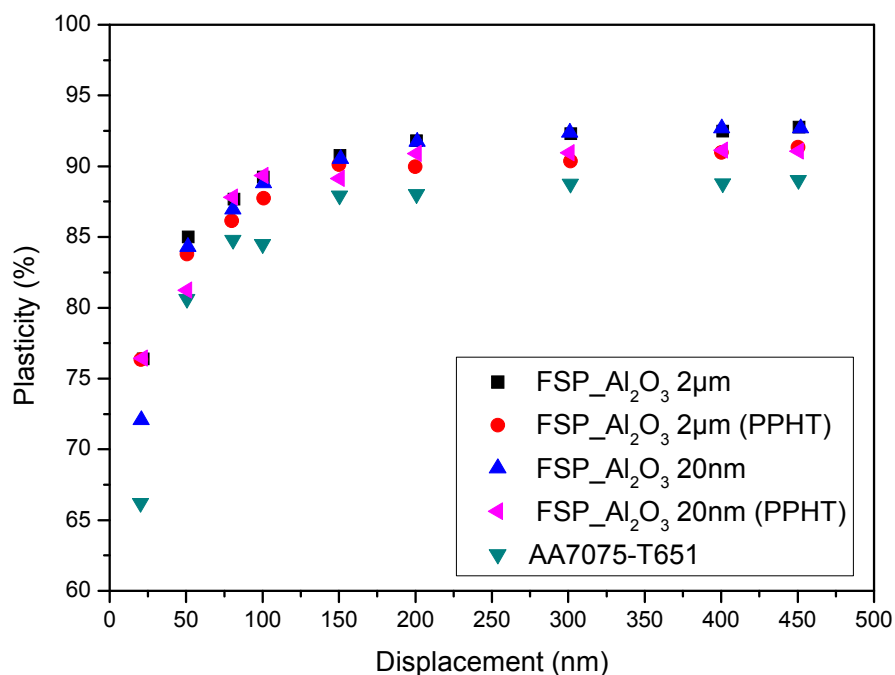
Από το προαναφερθέν διάγραμμα προκύπτει ότι η νανοσκληρότητα για μετατοπίσεις κοντά στην επιφάνεια παρουσιάζει διακυμάνσεις και στη συνέχεια σταθεροποιείται καταλήγοντας σε σταθερές τιμές νανοσκληρότητας, για βάθη διείσδυσης μεγαλύτερα των ~100nm. Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται indentation size effect (ISE), κατά το οποίο για ένα υλικό η τιμή της νανοσκληρότητας εξαρτάται από το μέγιστο φορτίο κατά τη μέτρηση. Επεισης έχει παρατηρηθεί ότι αυτή η διακύμανση της νανοσκληρότητας πιθανά οφείλεται στο συνδυασμό της επίδρασης του οξειδίου του ίδιου του μετάλλου (παθητικό στρώμα) και/ή των παραμένουσων τάσεων που εισάγονται στο υλικό κατά την λείανση και στίλβωση του δείγματος καθώς και της επίδρασης του σχήματος της αιχμής της ακίδας για μικρά βάθη διείσδυσης [86,87].



Σχήμα 6.19: Μεταβολή της νανοσκληρότητας για διάφορα βάθη διείσδυσης του μετάλλου βάσης καθώς και των δύο βέλτιστων δοκιμίων πριν και μετά την PPHT, στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης.

Από το παραπάνω διάγραμμα προκύπτει ότι το βέλτιστο δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm (μετά τη θερμική κατεργασία) παρουσιάζει μεγαλύτερη σκληρότητα από τη σκληρότητα του μετάλλου βάσης ενώ τα υπόλοιπα δοκίμια παρουσιάζουν σχεδόν παρόμοια σκληρότητα και η οποία είναι αρκετά μικρότερη από αυτήν του μετάλλου βάσης.

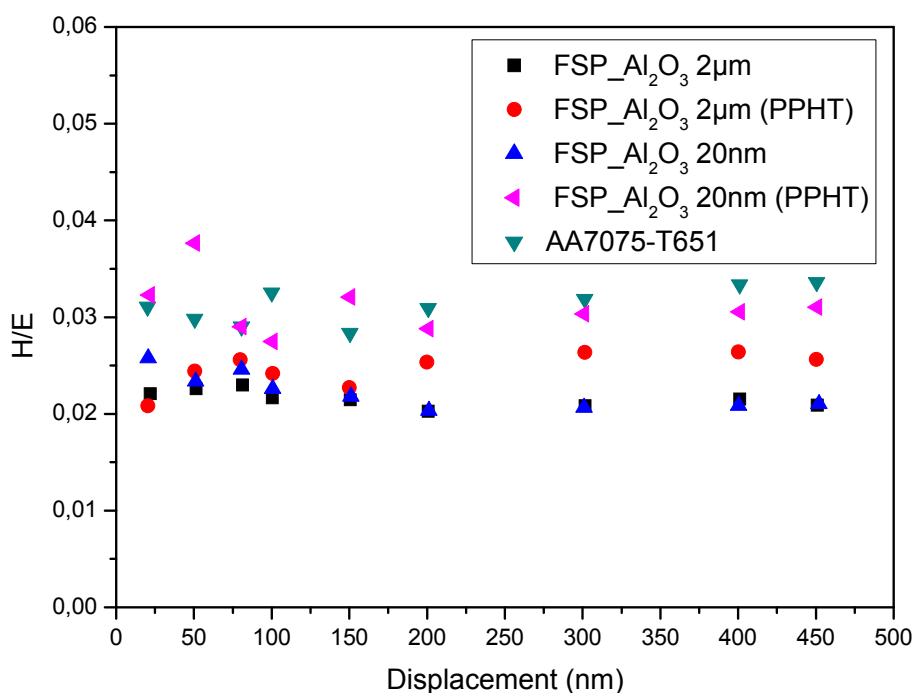
Ακολούθως παρουσιάζεται η πλαστικότητα των προς εξέταση δοκιμίων για διάφορα βάθη διείσδυσης (Σχ. 6.20). Από το διάγραμμα του σχήματος 6.20 προκύπτει ότι και η πλαστικότητα για μετατοπίσεις κοντά στην επιφάνεια παρουσιάζει διακυμάνσεις, οι οποίες εξομαλύνονται σε μεγαλύτερα βάθη.



Σχήμα 6.20: Μεταβολή της πλαστικότητας για διάφορα βάθη διείσδυσης του μετάλλου βάσης καθώς και των δύο βέλτιστων δοκιμίων πριν και μετά την PPHT, στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης.

Σύμφωνα με το διάγραμμα 6.20 παρατηρείται ότι το χαμηλότερο ποσοστό πλαστικής παραμόρφωσης και κατά συνέπεια την πιο ελαστική συμπεριφορά παρουσιάζει το δοκίμιο με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm (μετά τη θερμική κατεργασία), ενώ το δοκίμιο, που υπέστη θερμική μετακατεργασία, με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2μm έπεται με τιμές πλαστικότητας παραπλήσιες με αυτές που παρουσιάζει το μέταλλο βάσης.

Τέλος, παρουσιάζεται ο λόγος της σκληρότητας προς το μέτρο ελαστικότητας (H/E), όλων των δοκιμίων που επιλέχθηκαν να εξεταστούν περαιτέρω με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης, για διάφορα βάθη διείσδυσης (Σχ. 6.21).



Σχήμα 6.21: Μεταβολή του λόγου H/E για διάφορα βάθη διείσδυσης του μετάλλου βάσης καθώς και των δύο βέλτιστων δοκιμίων πριν και μετά την PPHT, στο κέντρο της σύνθετης ζώνης ανάδευσης.

Από το παραπάνω διάγραμμα παρατηρούμε ότι το μέγιστο λόγο H/E παρουσιάζει το δοκίμιο, που υπέστη θερμική μετα-κατεργασία, με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 20nm. Το γεγονός αυτό υποδηλώνει ότι παρουσιάζει και τη μεγαλύτερη αντοχή σε μηχανική καταπόνηση. Με βάση όλα τα παραπάνω γίνεται εμφανές ότι το συγκεκριμένο δοκίμιο είναι και το βέλτιστο όλης της παρούσας μελέτης.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7

ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

7. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Τα σημαντικότερα συμπεράσματα, τα οποία προέκυψαν από την εκπόνηση της παρούσας μεταπτυχιακής εργασίας συνοψίζονται στη συνέχεια.

- Η αύξηση της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου οδήγησε σε αύξηση της ομοιογένειας της σύνθετης ζώνης ανάδευσης.
- Η αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP προκάλεσε σημαντική μείωση του μεγέθους των συσσωματωμένων σωματιδίων, καθώς και πολύ καλή διασπορά των προαναφερθέντων στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης.
- Η προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης επέφερε σημαντική εκλέπτυνση του μεγέθους των κόκκων αυτής.
- Η αύξηση του κλάσματος όγκου των σωματιδίων ενίσχυσης οδήγησε σε περαιτέρω μείωση του μεγέθους των κόκκων στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης.
- Η μείωση του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης επέφερε περαιτέρω μείωση του μεγέθους των κόκκων της σύνθετης ζώνης ανάδευσης, καθώς και αύξηση της μικροσκληρότητας και των νανομηχανικών ιδιοτήτων αυτής.
- Η μικροσκληρότητα και οι νανομηχανικές ιδιότητες των σύνθετων ζωνών ανάδευσης, ανεξαρτήτως του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης, βρέθηκαν να είναι μειωμένες εν συγκρίσει με τις αντίστοιχες του μετάλλου βάσης, παρά τη μείωση του μεγέθους των κόκκων και την καλή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης.
- Η πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασία οδήγησε σε μικρή αύξηση του μεγέθους των κόκκων στη σύνθετη ζώνη ανάδευσης, ανεξαρτήτως μεγέθους σωματιδίων ενίσχυσης.

- Διαφορετική συμπεριφορά επέδειξα τα δοκίμια, με διαφορετικό μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης, κατά την υποβολή τους σε θερμική κατεργασία σκλήρυνσης με κατακρήμνιση, όσον αφορά τις μηχανικές τους ιδιότητες.
- Η εφαρμογή της θερμικής μετα-κατεργασίας οδήγησε σε αύξηση της μικροσκληρότητας και σε βελτίωση των νανομηχανικών του ιδιοτήτων, όσο αφορά το σύνθετο με ενίσχυση σωματιδίων Al_2O_3 20nm, φθάνοντας τις τιμές του μετάλλου βάσης.
- Στην περίπτωση του δοκιμίου με μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης 2 μ m, η θερμική μετα-κατεργασία επέφερε περαιτέρω μείωση της σκληρότητας ενώ όσον αφορά τις νανομηχανικές ιδιότητες παρουσίασε τιμές παραπλήσιες ή ελάχιστα αυξημένες σε σχέση με αυτές που παρατηρήθηκαν πριν να πραγματοποιηθεί η προαναφερθείσα κατεργασία.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 8

ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ
ΕΡΕΥΝΑ

8. ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ ΕΡΕΥΝΑ

Στην παρούσα μεταπτυχιακή εργασία επιτεύχθηκε η παραγωγή επιφανειακά σύνθετου υλικού με διασπορά σωματιδίων αλούμινας (Al_2O_3) σε μήτρα κράματος αλουμινίου AA7075-T651, με τη χρήση της κατεργασία διατριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Processing, FSP), με σκοπό τη μελέτη αυτού καθώς και τη μελέτη και τη σύγκριση των ιδιοτήτων των σύνθετων επιφανειών πριν και μετά την πραγματοποίηση της θερμικής μετακατεργασίας.

Βέβαια στο χρόνο που αναλογούσε για την εκπόνηση της μεταπτυχιακής αυτής εργασίας, δεν ήταν δυνατόν να εξεταστούν όλες οι επιστημονικές πτυχές του θέματος. Για το λόγο αυτό προτείνονται ορισμένα θέματα, που θα μπορούσαν να αποτελέσουν έναυσμα για περαιτέρω έρευνα.

- Μελέτη της αντοχής του επιφανειακού νανο-συνθέτου AA7075-T651/ Al_2O_3 σε κόπωση, εφελκυσμό και τριβή.
- Μελέτη της υποβάθμισης των μηχανικών ιδιοτήτων του κατεργασμένου δοκιμίου με χρήση της FSP, με και χωρίς τη προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης, συναρτήση της θερμοκρασίας λειτουργίας .
- Κατασκευή σύνθετου επιφανειακού στρώματος, με την ίδια διαδικασία, όμως με διαφορετικά σωματίδια ενίσχυσης (όπως SiC, TiC, ZrO_2 και SiO_2) και μελέτη της επίδρασης αυτών στη μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες.
- Μελέτη της ίδιας διαδικασίας κατασκευής επιφανειακού συνθέτου σε ανοιπημένο κράμα AA7075 και έπειτα εφαρμογή της θερμικής κατεργασίας T6 ώστε η όλη διαδικασία να είναι αποδοτικότερη.

- Μελέτη της ίδιας διαδικασίας κατασκευής επιφανειακού συνθέτου σε κράματα αλουμινίου τα οποία δεν υφίστανται σκλήρυνση με θερμική κατεργασία, και στα οποία οι μηχανισμοί ενίσχυσης που επιβάλλουμε με μείωση του μεγέθους των κόκκων και με προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης αναμένεται να αυξήσουν σημαντικά τις ιδιότητες του κράματος.
- Περαιτέρω μελέτη της μικροδομής των επιφανειακών σύνθετων υλικών που κατασκευάστηκαν με διαφορετικό μέγεθος σωματιδίων ενίσχυσης (Al_2O_3 2 μm και 20nm) με σκοπό την κατανόηση του λόγου του διαφορετικού ποσοστού κατακρήμνισης που επιτεύχθηκε για τα δύο προαναφερθέντα δοκίμια μετά την πραγματοποίηση της θερμικής μετα-κατεργασίας.
- Εξαγωγή καμπυλών τάσης-παραμόρφωσης από τις καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης που μας δίνει η τεχνική της νανοδιείσδυσης.
- Σύνδεση μικρο- και νανο- μηχανικών ιδιοτήτων.
- Μελέτη της κατανομής των τάσεων κάτω από την ακίδα και των χρονόεξαρτημένων μεταβλητών (π.χ. ρυθμός φόρτισης, ερπυσμός) κατά την νανοδιείσδυση.
- Μοντελοποίηση της επίδρασης των παραμέτρων της κατεργασίας στην διάδοση θερμότητας.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 9

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

9. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Γιάννης Δ. Χρυσουλάκης, Δημήτρης Ι. Παντελής «Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών», Εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα (2008).
- [2] I.J. Polmear, *Light Alloys*, 2nd ed., Edward Arnold, London, (1989).
- [3] E.A. Starke Jr., J.T. Staley, *Prog. Aerospace Sci.*, 32, 131, (1995).
- [4] X.M. Li, M.J. Starink, *Mater. Sci. Technol.*, 17, 1324, (2001).
- [5] W. Cassada, J. Liu, J.T. Staley, *Adv. Mater. Process.*, 12, 27, (2000).
- [6] X. Z. Li, V. Hansen, J. Gjønnes, L. R. Wallenberg, *Acta Mater.*, 47, 2651-2659, (1999).
- [7] L. K. Berg, J. Gjønnes, V. Hansen, X. Z. Li, M. Knutson-Wedel, G. Waterloo, D. Schryvers, L. R. Wallenberg, *Acta Mater.*, 49, 3443-3451, (2001).
- [8] Gang Sha, Alfred Cerezo, *Acta Mater.*, 52, 4503-4516, (2004).
- [9] Deschamps, Y. Brechet, F. Livet, *Mater. Sci. Technol.*, 15, 993-1000, (1999).
- [10] D. Dumont, A. Deschamps, Y. Brechet, *Mater. Sci. Eng. A*, 356, 326-336, (2003).
- [11] A.K. Vasudevan, R.D. Doherty, *Acta Metallurgy*, 35, 1173-1219, (1987).
- [12] Xigang Fan, Daming Jiang, Qingchang Meng, Li Zhong, *Mater. Letters*, 60, 1475-1479, (2006).
- [13] F.-Y Xie, T Kraft, Y Zuo, C.-H Moon, Y.A Chang, *Acta Mater.*, 47, 489, (1999).
- [14] Gang Sha, Alfred Cerezo, *Acta Mater.*, 52, 4503-4516, (2004).
- [15] J.S. Robinson, *Mater. Sci. Technol.*, 19, 1697, (2003).
- [16] L. L. Rokhlin, T. V. Dobatkina, N. R. Bochvar, E. V. Lysova, *J. Alloys Compd.*, 367, 10, (2004).
- [17] A.Scialpi, L.AC. DE Filippis, P. Cuomo and P.Di Summa “Micro friction stir welding of 2024-6082 aluminium alloys” *Welding International* Vol.1, No.1, 16-22, (January 2008).
- [18] “Advanced Technique for non-destructive testing of friction stir welding of metals” L.S.Rosado, T.G.Santos, M. Piedade, P.M.Ramos, P.Vilaca, Accepted manuscript (08/02/2010)
- [19] Δ.Ι.Παντελής «Επιστήμη και τεχνική των συγκολλήσεων» , 8^ο εξαμήνου Θεματικής ενότητας Β, Αθήνα, (Μάρτιος 2009)
- [20] R.S.Mishra, Z.Y.Ma, *Mater. Sci. Eng. R50*, 1-78, (2005).

- [21] “Modern Welding Technology” Sixth edition Howard B. Cary, Scott C. Helzer
- [22] Y.Li, E.A.Trillo, L.E.Murr, J. Mater. Sci. Lett. 19, 1047, (2000).
- [23] Y.Li, L.E.Murr, J.C.McClure, Mater. Sci. Eng. A 271, 213, (1999).
- [24] K.Elangovan, V.Balasubramanian, Journal of Materials Processing Technology 200, 163-175, (2008).
- [25] K.Elangovan, V.Balasubramanian, Materials and Design 29, 362-373, (2008).
- [26] Rajiv S. Mishra and Murray W. Mahoney, Friction Stir Welding and Processing, ASM International, Ch.14, p.290, (2007).
- [27] Π. Ι. Σαράφογλου, Μεταπτυχιακή Εργασία “Μελέτη Επιφανειακής Κραμάτωσης Μέσω Κατεργασίας Τριβής με Ανάδευση (FSP)”, Ε.Μ.Π., Αθήνα (2011).
- [28] T. R. McNelley, “Friction stir processing (FSP): refining microstructures and improving properties.” Revista de Matelurgia, Vol.46.
- [29] C.G.Rhodes, M.W.Mahoney, W.H.Bingel, R.A.Spurling, C.C.Bampton, Scripta Mater.36, 69, (1997).
- [30] G.Liu, L.E.Murr, C.S.Niou, J.C.McClure, F.R.Vega, Scripta Mater.37, 355, (1997).
- [31] K.V.Jata, K.K.Sankaran, J.J.Ruschau, Metall. Mater. Trans. A 31, 2181, (2000).
- [32] Y.S.Sato, H.Kokawa, M.Enmoto, S.Jogan, Metall. Mater. Trans. A 30, 2429, (1999).
- [33] M.W.Mahoney, C.G.Rhodes, J.G.Flintoff, R.A.Spurling, W.H.Bingel, Metall. Mater. Trans. A 29, 1955, (1998).
- [34] B.Heinz, B.Skrotzki, Metall. Mater. Trans. B 33 (6), 489, (2002).
- [35] William D. Callister, Jr., “Επιστήμη και Τεχνολογία των Υλικών”, 5^η Έκδοση, Εκδόσεις Τζιόλα, (2008).
- [36] A. T. Kermanidis, Post Graduate Lecture Notes “Mechanical Behavior of Composite Materials”, Mechanical and Industrial Engineering Department, University of Thessaly, ch.VI, p. 120-138, (2007).
- [37] Π. Ζώταλη, Μεταπτυχιακή Εργασία “Νανομηχανικές ιδιότητες λεπτών υμενίων νιτριδίων μεταβατικών μετάλλων”, Ε.Μ.Π., Αθήνα 2009.

- [38] Π. Διαμαντόπουλος, Διπλωματική Εργασία “Σύνθεση & μελέτη μηχανικών ιδιοτήτων προηγμένων υλικών: Υλικά διαβαθμισμένης δομής & συγκολλημένα κράματα με την τεχνική συγκόλλησης δια της τριβής μέσω ανάδευσης”, Ε.Μ.Π., Αθήνα 2010.
- [39] *Metals Handbook*, Vol. 8: Mechanical Testing and Evaluation, ASM International, (2000).
- [40] B. Poon, A Critical Appraisal of Nanoindentation with Application to Elastic-Plastic and Soft Materials, PhD Thesis, California Institute of Technology, California, (2009).
- [41] Κ.Α. Χαριτίδης, Νανοδομές και Νανοϋλικά: Σύνθεση, Ιδιότητες και Εφαρμογές, Εκδόσεις ΕΜΠ, Αθήνα, σσ.107-142, (2007).
- [42] L. Hay and G.M. Pharr, Instrumented Indentation Testing, in *Metals Handbook*, Vol. 8: Mechanical Testing and Evaluation, ASM International, pp.232-243, (2000).
- [43] Y.V. Milman, Plasticity Characteristic Obtained by Indentation, *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol.41, p.074013, (2008).
- [44] M. F. Doerner and W. D. Nix, A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, Vol.1, pp. 601-609, (1986).
- [45] W. C. Oliver and G. M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, Vol.7, pp.1564-1583, (1992).
- [46] K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 11-104, (1985).
- [47] I.N. Sneddon, The Relation between Load and Penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile, *International Journal of Engineering Science*, Vol.3, pp. 47-57, (1995).
- [48] G. M. Pharr, W. C. Oliver, and F. R. Brotzen, On the generality of the relationship between contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, *Journal of Materials Research*, Vol.7, pp. 613-618, (1992).
- [49] A. Bolshakov, W.C. Oliver and G.M. Pharr, An explanation for the shape of nanoindentation unloading curves based on finite element simulation, Fall

- meeting of the Materials Research Society (MRS), Boston, MA (United States), (28 Nov - 9 Dec 2001).
- [50] J. Woirgard, J.-C. Dargenton, An alternative method for penetration depth determination in nanoindentation measurements, *Journal of Materials Research*, Vol.12, pp.2455-2458, (1996).
- [51] M. Martin, M. Troyon, Fundamental relations used in nanoindentation: Critical examination based on experimental measurements, *Journal of Materials Research*, Vol.17, p.2227, (2002).
- [52] R. B. King, Elastic analysis of some punch problems for a layered medium, *International Journal of Solids Structure*, Vol.23, No 12, pp.1657-1664, (1987).
- [53] G. G. Bilodeau, Regular pyramid punch problem, *Journal of Applied Mechanics*, Vol.59, pp. 519-523, (1992).
- [54] J.J. Vlassak and W.D. Nix, Measuring the Elastic Properties of Anisotropic Materials by Means of Indentation Experiments, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.42, p. 1223, (1994).
- [55] A.E. Giannakopoulos, P.L. Larsson, E. Soderlund, et al., Analysis of Berkovich Indentation, *International Journal of Solids Structure*, Vol.33, pp.221-248, (1996).
- [56] H. Gao and T.W. Wu, A note on the elastic contact stiffness of a layered medium, *Journal of Materials Research*, Vol.8, pp. 3229-3233, (1993).
- [57] M. T. Hendrix, The use of shape correction factors for elastic indentation measurements, *Journal of Materials Research*, Vol.10, pp. 255-258, (1995).
- [58] W.C. Oliver, Alternative Technique for Analyzing Instrumented Indentation Data, *Journal of Materials Research*, Vol.16, p.3202, (2001).
- [59] M. Troyon and L. Huang, Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area, *Surface and Coatings Technology*, Vol.201, pp.1613-1619, (2006).
- [60] T.Y. Tsui, W.C. Oliver and G.M. Pharr, Indenter geometry effects on the measurements of mechanical properties by nanoindentation with sharp indenters, *Materials Research Society (MRS) Symposium Proceedings*, San Francisco, CA (United States), p.147, (1997).
- [61] A. Bolshakov, W.C. Oliver and G.M. Pharr, Inaccuracies in Sneddon's solution for elastic indentation by a rigid cone and their implications for

- nanindentation data analysis, Spring meeting of the Materials Research Society (MRS), San Francisco, CA (United States), (8-12 Apr 1996).
- [62] J.C. Hay and G.M. Pharr, Critical issues in measuring the mechanical properties of hard films on soft substrates by nanoindentation techniques, Fall meeting of the Materials Research Society, Boston, MA (United States), (1-5 Dec 1997).
- [63] V. Marx and H. Balke, A Critical Investigation of the Unloading Behavior of Sharp Indentation, *Acta Metallurgica*, Vol.45, No.9, pp.3791-3800, (1997).
- [64] Y. V. Milman, B. A. Galanov and S. I. Chugunova, Plasticity Characteristic Obtained Through Hardness Measurement, *Acta Mater.*, Vol.41, No.9, pp. 2523-2532, (1993).
- [65] W.W. Gerberich, J.C. Nelson, E.T. Lilleodden, P. Anderson, J.T. Wyrobek, *Acta Mater.* 44 (9), 3585-3598, (1996).
- [66] A.B. Mann, J.B. Pethica, *Langmuir* 12 (19), 4583-4586, (1996).
- [67] K.W. McElhany, J.J. Vlassak, W.D. Nix, *J. Mater. Res.* 13, 1300, (1998).
- [68] Y. Morisada, H. Fujii, T. Nagaoka, M. Fukusumi, *Mater. Sci. Eng. A*, 433, 50-54, (2006).
- [69] A. Shafiei-Zarghani, S.F. Kashani-Bozorg, A. Zarei-Hanzaki, *Mater. Sci. Eng. A*, 500, 84-91, (2009).
- [70] A.J. Ardell, *Metall. Mater. Trans. A*, 16, 2131-2165, (1985).
- [71] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, *Mater. Sci. Eng. R*, 50, (2005) 1-78, (2005).
- [72] C.J. Lee, J.C. Huang, P.J. Hsieh, *Scripta Mater*, 54, 1415-1420, (2006).
- [73] M. Sharifitabar, A. Sarani, S. Khorshahian, M. Shafiee Afarani, *Mater. Des.*, 32, 4164-4172, (2011).
- [74] Li SX, Cui GR. *J Appl Phys*, 101, 1-6, (2007).
- [75] Y. Mazaheri, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, *Journal of Materials Processing Technology*, 211, (2011) 1614- 1619, (2011).
- [76] A. Barcellona, G. Buffa, L. Fratini, D. Palmeri, *Journal of Materials Processing Technology* 177, 340-343, (2006).
- [77] W.J. Arbegast, P.J. Hartley, in: *Proceedings of the Fifth International Conference on Trends in Welding Research*, Pine Mountain, GA, USA, June 1-5, 1998, p. 541.
- [78] Shaowen Xu, Xiaomin Deng, *Acta Mater.*, 56, 1326-1341, (2008).

- [79] Olivier Lorrain, Vronique Favier, Hamid Zahrouni, Didier Lawrjaniec, *Journal of Materials Processing Technology*, 210, 603–609, (2010).
- [80] ASM Handbook, Volume 9, *Metallography and Microstructure*, 1697, (2004).
- [81] Greenwood, J.A. and Williamson, J.B.P., *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 295, No. 1442, 300-319, (1966).
- [82] Cheng, Y.-T. and Cheng, C.-M., *Appl. Phys. Lett.*, 73, No. 5, pp.614-616, (1998).
- [83] Cheng, C.-M. and Cheng, Y.-T., *Appl. Phys. Lett.*, 71, No. 18, 2623-2625, (1997).
- [84] Cheng, Y.-T. and Cheng, C.-M., *J. Mater. Res. Rapid Commun.*, 4, No. 9, 3493-3496, (1999).
- [85] Cheng, Y.-T. and Cheng, C.-M., *Surface and Coatings Technology*, 133-134, 417-424, (2000).
- [86] S. Lucas, J. Chevallier, *Surface and Coatings Technology*, 65, 128-132, (1994).
- [87] C.A. Charitidis, *Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 28, 51–70, (2010).