

ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ (ΔΠΜΣ)

«ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ»

Βελτιστοποίηση και παραγωγή συνθέτων υλικών αλούμινας / μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας διά τριβής με ανάδευση (FSP)

Μεταπτυχιακή Εργασία

Σπυρίδων Α. Αλεξανδράτος,

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων-Μεταλλουργός ΕΜΠ

Επιβλέπων Καθηγητής: Δ.Ι. Παντελής, Καθηγητής ΕΜΠ

AOHNA 2013

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ (ΔΠΜΣ)

«ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ»

Βελτιστοποίηση και παραγωγή συνθέτων υλικών αλούμινας / μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας διά τριβής με ανάδευση (FSP)

Μεταπτυχιακή Εργασία

Σπυρίδων Α. Αλεξανδράτος,

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων-Μεταλλουργός ΕΜΠ

Τριμελής Εξεταστική Επιτροπή: Δ.Ι. Παντελής, Καθηγητής ΕΜΠ Κ.Α. Χαριτίδης, Καθηγητής ΕΜΠ

Δ.Ε. Μανωλάκος, Καθηγητής ΕΜΠ

AOHNA 2013

Πρόλογος

Η παρούσα εργασία πραγματοποιήθηκε στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας (ENT) της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου κατά την διάρκεια του ακαδημαικού έτους 2012-2013. Με το πέρας της μεταπτυχιακής μου εργασίας, θα ήθελα να ευχαριστήσω όλους τους ανθρώπους που συνέβαλαν με κάθε τρόπο στην ολοκλήρωσή της.

- Τον κ. Δημήτριο Ι. Παντελή (Καθηγητής ΕΜΠ), για την εμπιστοσύνη που μου έδειξε αναθέτοντας μου την εργασία αυτή, για την επίβλεψη, τον πολύτιμο χρόνο που μου προσέφερε και το ενδιαφέρον του σε όλη την διάρκεια της ενασχόλησης μου στο Εργαστήριο.
- Τα υπόλοιπα μέλη της τριμελούς μου επιτροπής, τον κύριο Κωνσταντίνο Α. Χαριτίδη (Καθηγητής ΕΜΠ) και τον κύριο Δημήτριο Ε. Μανωλάκο (Καθηγητής ΕΜΠ) που δέχτηκαν να με τιμήσουν με την παρουσία τους στην επιτροπή αξιολόγησης της μεταπτυχιακής μου εργασίας.
- Τους Υποψήφιους Διδάκτορες Νίκο Δανιόλο και Πάνο Καρακίζη για την υποστήριξη τους στην αντιμετώπιση των όποιων δυσκολιών και τη συνολική τους βοήθεια κατά τη διεξαγωγή της μεταπτυχιακής εργασίας.
- Τους φίλους και συναδέλφους Βαϊα Αντωνακάκη και Παναγιώτη Διαμαντόπουλο για τις πολύτιμες συμβουλές τους και την παρεχόμενη βοήθειά τους.
- Τον φίλο και συνάδελφο Γιάννη Παπαντωνίου, στον οποίο οφείλω ιδιαίτερες ευχαριστίες για την άριστη συνεργασία, αλλά και την ηθική και πρακτική συμπαράσταση του σε όλη τη διάρκεια της μεταπτυχιακής εργασίας.
- Όλο το προσωπικό του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας (ΕΝΤ) και συγκεκριμένα στους ερευνητές Χαρά Σαράφογλου, Βέρα Μπουγιούρη και Λίλα Κιοσίδου, καθώς επίσης και τους τεχνικούς Χάρη Ξάνθη και Θανάση Μαρκουλή, οι οποίοι καθ' όλη τη διάρκεια της

συνεργασίας μας δημιούργησαν ένα ευχάριστο κλίμα και ένα άνετο περιβάλλον, μέσα στο οποίο μπόρεσα να εργαστώ και να επεκτείνω τις γνώσεις μου.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω την οικογένειά μου για την στήριξη που μου προσέφερε σε όλα τα επίπεδα. Επίσης, ευχαριστώ τους φίλους μου και συμφοιτητές μου για την ηθική κι έμπρακτη συμπαράσταση τους.

Περίληψη

Σκοπός της παρούσας μεταπτυχιακής εργασίας είναι η παραγωγή και η βελτιστοποίηση επιφανειακά σύνθετου υλικού μήτρας κράματος αλουμινίου ΑΑ7075-Ο με προσθήκη νανοσωματιδίων αλούμινας (Al₂O₃), μέσω της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (Friction Stir Processing).

Η εισαγωγή των νανοσωματιδίων ενίσχυσης πραγματοποιήθηκε με τη διάνοιξη αυλακίων στο μητρικό κράμα, στα οποία τα νανοσωματίδια τοποθετήθηκαν εκ των υστέρων. Αρχικά, πραγματοποιήθηκε παραμετροποίηση σε κράμα αλουμινίου 5083-Η111, μελετώντας τη βέλτιστη γεωμετρία των αυλακίων από την οποία προέκυψε η αρτιότερη κατανομή των σωματιδίων στο μητρικό υλικό.

Στην συνέχεια, με δεδομένη την γεωμετρία των αυλακίων, μελετήθηκε η εύρεση των βέλτιστων παραμέτρων για το κράμα αλουμινίου ΑΑ7075-Ο. Η επίδραση των παραμέτρων στην κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης και στη ροή του υλικού εξετάστηκε μακροσκοπικά με τη χρήση οπτικού στερεοσκοπίου.

Η επίδραση της προσθήκης νανοσκόνης αλούμινας (Al₂O₃) στο κράμα αλουμινίου AA7075-O μελετήθηκε περαιτέρω, στη βέλτιστη κατανομή που προέκυψε με τη βοήθεια οπτικής μικροσκοπίας και μικροσκληρομετρήσεων. Η εισαγωγή σωματιδίων ενίσχυσης οδήγησε σε μείωση του μεγέθους των κόκκων και αύξηση της μικροσκληρότητας.

Προκειμένου να αυξηθεί περαιτέρω η σκληρότητα του σύνθετου επιφανειακού στρώματος εφαρμόστηκε η θερμική κατεργασία T6, με σκοπό την ισχυροποίηση μέσω κατακρήμνισης. Μολονότι η θερμική μετακατεργασία αύξησε τη σκληρότητα του μετάλλου βάσης, η σκληρότητα στη ζώνη ανάδευσης παρουσίασε μικρή μείωση.

6

Summary

The thesis presented aims at producing and optimization of AA7075 matrix surface composite with the addition of alumina (AI_2O_3) nanoparticles, using Friction Stir Processing (FSP).

The introduction of reinforcement nanoparticles was performed by opening grooves on the matrix alloy, in which nanoparticles were placed. The optimum geometry of the grooves which resulted in the most complete distribution of particles inside stir zone was studied first for aluminum alloy 5083-H111.

Subsequently, the optimum combination of process parameters on aluminum 7075-O was studied, as the optimum geometry of the grooves was taken for granted. The impact of parameters on the reinforcement particle distribution and on the material flow was examined macroscopically by using an optical stereoscope.

The optimum distribution obtained was further investigated regarding the impact of introducing alumina (AI_2O_3) nano-powder to the aluminum alloy 7075-O using optical microscopy and microhardness measurements. The introduction of reinforcement particles resulted in a reduction of grain size and in an increase of microhardness.

In order to further increase the surface hardness of the composite layer a T6 heat treatment was implemented for the purpose of precipitation strengthening. Although the thermal post-treatment increased the hardness of the base metal, the hardness in the stir zone was slightly decreased.

Περιεχόμενα

1	To A	λουμίνιο	. 11
	1.1	Γενικά στοιχεία για το αλουμίνιο	. 11
	1.2	Κράμα αλουμινίου 7075	. 14
	1.3	Κράμα αλουμινίου 5083	. 15
2	Μηγ	(ανισμοί Ισχυροποίησης	. 16
	2.1	Εργοσκλήρυνση	. 17
	2.2	Πολλαπλασιασμός διαταραχών	. 18
	2.3	Ισχυροποίηση από όρια κόκκων	. 19
	2.4	Ισχυροποίηση από κατακρήμνιση λόγω γήρανσης και διασπορά δευτερευουσώ	v
φάσεων			. 22
3	Σύν	θετα Υλικά	. 26
	3.1	Εισαγωγή στα Σύνθετα Υλικά	. 26
	3.2	Σύνθετα υλικά με ενίσχυση κόκκου	. 28
	3.3	Σύνθετα υλικά με ενίσχυση διασποράς	. 29
4 Διαδικασία δια τριβής με ανάδευση (FSP)			. 30
	4.1	FSW	. 30
	4.2	FSP	. 31
	4.3	Γεωμετρία εργαλείου	. 31
	4.4	Παράμετροι συγκολλήσεων	. 32
	4.5	Ροή Μετάλλου	. 33
	4.6	Εξέλιξη της μικροδομής	. 36
5	Βιβλιογραφική Ανασκόπηση		. 41
6 Πειραματική Διαδικασία		ραματική Διαδικασία	. 64
	6.1	Παρασκευή σύνθετων υλικών	. 64
	6.2	Προετοιμασία και εξέταση δοκιμίων	. 74
7 Διερεύνηση εισαγωγής σωματιδίων ενίσχυσης		εύνηση εισαγωγής σωματιδίων ενίσχυσης	. 82
	7.1	Εισαγωγή Σωματιδίων Ενίσχυσης	. 82
	7.2	Αποτελέσματα Πειραματικής Διαδικασίας το κράματος 5083-Η111	. 87
8	Βελ	τιστοποίηση Παραμέτρων στο κράμα αλουμινίου 7075-Ο	. 92
	8.1	Παράμετροι Πειραματικής Διαδικασίας	. 92
	8.2	Μακροσκοπικά Αποτελέσματα	. 93
	8.3	Μεταλλογραφικός έλεγχος με οπτικό μικροσκόπιο	100
	8.4	Αποτελέσματα Μικροσκληρομετρήσεων	108

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση

9	Συμπεράσματα	114
В	ιβλιογραφία	116

Θεωρητικό Μέρος

1 Το Αλουμίνιο

1.1 Γενικά στοιχεία για το αλουμίνιο

Το αλουμίνιο [1] ανήκει στην κατηγορία των ελαφρών μετάλλων καθώς χαρακτηρίζεται από μια σχετικά χαμηλή πυκνότητα (2.7 g/cm3). Το καθαρό αλουμίνιο είναι μέταλλο ελαφρύ και πολύ όλκιμο [2]. Οι μηχανικές του ιδιότητες δεν εξαρτώνται μόνον 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, υπόψιν της χαμηλής του πυκνότητας, το αλουμίνιο χαρακτηρίζεται ως καλύτερος αγωγός. Εχει μεγάλη χημική συγγένεια με το οξυγόνο και αν αφεθεί στον αέρα οξειδώνεται ταχέως, δίνοντας ένα λεπτό επιφανειακό και συνεχές στρώμα Al₂O₃, το οποίο είναι αδιαπέραστο από το οξυγόνο και προσφέρει στο μέταλλο αντιοξειδωτική προστασία.

Πολλά από τα κράματα του αλουμινίου μορφοποιούνται εύκολα εξαιτίας της υψηλής τους ολκιμότητας. Αυτό διαπιστώνεται και από τα φύλλα αλουμινίου (αλουμινόχαρτα) τα οποία μπορεί προέρχονται από έλαση του καθαρού αλουμινίου. Εξαιτίας της κρυσταλλικής δομής FCC η ολκιμότητα του αλουμινίου διατηρείται μέχρι αρκετά χαμηλές θερμοκρασίες. Το βασικό μειονέκτημα του αλουμινίου είναι το χαμηλό σημείο τήξης [600°C (1220 °F)], το οποίο θέτει περιορισμούς στη μέγιστη θερμοκρασία χρήσης του.

Η μηχανική αντοχή του αλουμινίου είναι δυνατό να βελτιωθεί με ψυχρηλασία και με κραμάτωση, εντούτοις και οι δύο κατεργασίες τείνουν να μειώσουν την αντίστασή του στη διάβρωση. Μεταξύ των κυρίων κραματικών στοιχείων είναι ο χαλκός, το μαγνήσιο, το πυρίτιο, το μαγγάνιο και ο ψευδάργυρος. Σε μονοφασικά κράματα τα οποία δεν επιδέχονται σε θερμική κατεργασία, η αύξηση της αντοχής τους επιτυγχάνεται με ισχυροποίηση μέσω στερεού διαλύματος. Άλλα κράματα καθίστανται θερμικώς κατεργάσιμα (δεκτικά σε σκλήρυνση με κατακρήμνιση) μέσω κραμάτωσης. Σε αρκετά από αυτά τα κράματα η σκλήρυνση μέσω κατακρήμνισης επιτυγχάνεται με κρημνίσματα δύο στοιχείων, εκτός του αλουμινίου, τα οποία σχηματίζουν ένα διαμεταλλικό συστατικό όπως το MgZn₂.

Γενικά, τα κράματα αλουμινίου διακρίνονται σε χυτά ή διαμόρφωσης. Η σύσταση και στους δύο τύπους δηλώνεται με ένα τετραψήφιο αριθμό ο οποίος υποδηλώνει τις κύριες προσμίξεις, και σε ορισμένες περιπτώσεις το βαθμό καθαρότητας. Για χυτά κράματα τα δύο τελευταία ψηφία χωρίζονται με τελεία. Μετά από αυτά τα ψηφία ακολουθεί μια παύλα και ο προσδιορισμός της βασικής κατεργασίας (temper designation) ένα γράμμα και πιθανά ένας μονοψήφιος έως τριψήφιος αριθμός, με τον οποίο προσδιορίζεται η μηχανική ή/και η θερμική κατεργασία που έχει υποστεί το κράμα. Για παράδειγμα, F, H, και Ο αναπαριστούν αντιστοίχως καταστάσεις των κραμάτων μόλις έχουν παρασκευαστεί, ενδοτράχυνσης και ανόπτησης. Τ3 σημαίνει ότι το κράμα έχει υποστεί κατεργασία διαλύματος, ψυχρηλατηθεί και στη συνέχεια έχει υποστεί φυσική γήρανση (σκλήρυνση μέσω γήρανσης). Μια θερμική κατεργασία διαλύματος ακολουθούμενη από τεχνητή γήρανση υποδηλώνεται με T6.

Η σημασία των κραμάτων αλουμινίου για την κατασκευαστική βιομηχανία είναι πολύ μεγάλη, διότι παρουσιάζουν υψηλό ειδικό μέτρο ελαστικότητας (Ε/ρ) και υψηλή ειδική μηχανική αντοχή (σ_{TS}/p), σε σχέση με τα άλλα μέταλλα και κράματα. Έχουν, επίσης, καλή αντοχή σε διάβρωση. Ανάμεσα στις πιο κοινές εφαρμογές των κραμάτων αλουμινίου περιλαμβάνονται δομικά στοιχεία αεροσκαφών, δοχεία αναψυκτικών, αμαξώματα λεωφορείων, και εξαρτήματα αυτοκινήτων (σώματα μηχανών, έμβολα και συστήματα πολλαπλής διανομής).

Κράματα αλουμινίου:

Η συνήθης παραγωγή των κραμάτων αλουμινίου ακολουθεί τη διαδικασία της τήξης, της κραματοποίησης με την προσθήκη στοιχείων καθώς και της χύτευσης. Τα στοιχεία που χρησιμοποιούνται για την παραγωγή των τυπικών βιομηχανικών κραμάτων αλουμινίου είναι τα εξής:

 Ο Χαλκός (Cu): σε ποσοστό 12% προκαλεί βελτίωση της μηχανικής αντοχής και της κατεργασιμότητάς του. Η σκλήρυνση του επιτυγχάνεται με κατακρήμνιση.

Το Μαγγάνιο (Mn): βελτιώνει την ολκιμότητα και σε συνδυασμό με τον σίδηρο, την χυτευσιμότητα.

 Το Πυρίτιο (Si): βελτιώνει κατά πολύ τη χυτευσιμότητα και την αντοχή σε διάβρωση.

 Το Μαγνήσιο (Mg): βελτιώνει τη μηχανική αντοχή και την αντοχή σε διάβρωση. Σε ποσοστό μεγαλύτερο από 6% προκαλεί σκλήρυνση με κατακρήμνιση.

• Ο Ψευδάργυρος (Zn): μειώνει τη χυτευσιμότητα αλλά σε συνδυασμό με άλλα στοιχεία προσθήκης, βελτιώνει τη μηχανική αντοχή.

• Ο Σίδηρος (Fe): σε μικρά ποσοστά βελτιώνει την αντοχή και τη σκληρότητα καθώς και τις πιθανότητες θερμής ρωγμάτωσης κατά τη χύτευση.

Το παραγόμενο διεθνώς αλουμίνιο χωρίζεται σε δύο μεγάλες κατηγορίες:

 Το αλουμίνιο κατεργασίας που με έλαση ή διέλαση ή άλλη μηχανική κατεργασία οδηγεί στα τελικά προϊόντα. Ο κύριος ρόλος των προσθηκών είναι η ενίσχυση της σκληρότητας (αντοχής σε θραύση).

2. Το χυτό αλουμίνιο, που χρησιμοποιείται για την απευθείας παραγωγή τεμαχίων τελικών προϊόντων. Η κατηγορία αυτή χρησιμοποιεί μεγαλύτερο ποσοστό προσθηκών από την προηγούμενη με σκοπό την ευκολότερη χύτευση της τελικής μορφής.

Τα κράματα αλουμινίου που αφορούν στο αλουμίνιο κατεργασίας τυποποιούνται διεθνώς, ανάλογα με τα βασικά στοιχεία κραμάτωσης, στις παρακάτω σειρές:

1. ΣΕΙΡΑ 1000: κράματα με περιεκτικότητα σε αλουμίνιο πάνω από 99%.

- 2. ΣΕΙΡΑ 2000: κράματα αλουμινίου χαλκού.
- 3. ΣΕΙΡΑ 3000: κράματα αλουμινίου μαγγανίου.
- 4. ΣΕΙΡΑ 4000: κράματα αλουμινίου πυριτίου.
- 5. ΣΕΙΡΑ 5000: κράματα αλουμινίου μαγνησίου.
- 6. ΣΕΙΡΑ 6000: κράματα αλουμινίου μαγνησίου πυριτίου.
- 7. ΣΕΙΡΑ 7000: κράματα αλουμινίου ψευδαργύρου μαγνησίου.

- 8. ΣΕΙΡΑ 8000: κράματα αλουμινίου κασσιτέρου.
- 9. ΣΕΙΡΑ 9000: διάφορα κράματα αλουμινίου (λιθίου, σιδηρούχα κτλ.).

Τα κράματα που περιλαμβάνει η κάθε σειρά τυποποιούνται ονοματολογικά με διαφοροποίηση του 2ου/3ου/και 4ου ψηφίου της σειράς.

1.2 Κράμα αλουμινίου 7075

Το κράμα αλουμινίου 7075 αποτελεί το κυριότερο μέλος στα κράματα της σειράς 7000 ή 7xxx. Ο ψευδάργυρος και το μαγνήσιο αποτελούν τα πρωταρχικά κραματικά στοιχεία προσθήκης σε αυτή τη θερμικά κατεργάσιμη σειρά. Οι εφαρμογές του λόγω της υψηλής αναλογίας αντοχή προς πυκνότητα και της σκλήρυνσης με κατακρήμνιση επεκτείνονται στην αεροναυπηγική, στην βιομηχανία όπλων και σε οπλικά συστήματα σχεδιασμού. Κράματα αυτής της σειράς είναι, επίσης καλά για τη δημιουργία αθλητικών ειδών και βιδών (βίδα – παξιμάδι) κτλ.

Ο κατάλληλος έλεγχος της θερμοκρασίας και του χρόνου γήρανσης σε αυτό το κράμα είναι απαραίτητος για να ληφθεί το επιθυμητό μέγεθος και πυκνότητα των κατακρημνισμάτων. Η συνήθης διαδικασία κατακρήμνισης του κράματος ΑΑ7075 σε θερμοκρασίες μικρότερες από την καμπύλη διαλυτοποίησης (GP zone solvus) είναι η εξής: υπέρκορο στερεό διάλυμα \rightarrow ζώνες Guinier Preston (GP) \rightarrow η' \rightarrow η [3] Τα σωματίδια η' σχηματίζονται στα πρώτα στάδια της τεχνητής γήρανσης και είναι μετασταθή. Τα σωματίδια η είναι η σταθερή τεταρτοταγής φάση που περιέχει AI, Zη, Mg και Cu βασίζόμενη σε ένα στερεό διάλυμα MgZn₂. Η στοιχειομετρία της φάσης η μπορεί να περιγραφεί είτε ως Mg(Zη, AI, Mg)₂ ή ως Mg (Zη₂, AIMg) [4,5]. Εκτός από τις φάσεις η' και η, κατακρημνίζονται επίσης από το στερεό διάλυμα και οι φάσεις Mg₂Al₃, Al₂Cu και Al₃₂Zn₄₉ [6] . Ωστόσο, η μετασταθής φάση η' και η σταθερή φάση η είναι τα κύρια κατακρημνίσματα που προκαλούν σκλήρυνση στα κράματα που έχουν υποστεί γήρανση με την κατεργασία T6 και υπεργήρανση με την κατεργασία T7 [7]. Άλλες ενώσεις σχηματίζονται λόγω της παρουσίας άλλων στοιχείων που έχουν προστεθεί σκοπίμως στο κράμμα ή αποτελούν ακαθαρσίες σε αυτά συμπεριλαμβάνονται τα εξής: Cr, Ti, Zr, Mn και Fe. Αυτά τα σωματίδια είναι συνήθως πολύ μικρά σε μέγεθος αν συγκριθούν με τις συστατικές φάσεις που μπορεί να έχουν

μέγεθος όσο μερικές δεκάδες μικρόμετρα. Αυτά τα σωματίδια σχηματίζονται κατά τη διάρκεια της στερεοποίησης και εξακολουθούν να υφίστανται μετά από μία επακόλουθη θερμική κατεργασία [8].

1.3 Κράμα αλουμινίου 5083

Πριν τη βελτιστοποίηση και την παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας / μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο πραγματοποιήθηκε παραμετροποίηση σε κράμα αλουμινίου 5083-Η111

Το κράμα αλουμινίου 5083 ανήκει στα κράματα αλουμινίου σειράς 5xxx (Al-Mg) τα οποία χρησιμοποιούνται ιδιαίτερα στην αεροδιαστημική βιομηχανία λόγω της καλής διαμορφωσιμότητας, συγκολλησιμότητας καθώς και στην υψηλή μηχανική αντοχή αλλά και στην υψηλή αντοχή στη διάβρωση. Αυτά τα κράματα δεν είναι θερμικά κατεργάσιμα. Συνεπώς οι μέθοδοι εργοσκλήρυνσης και της εκλέπτυνσης των κόκκων χρησιμοποιούνται ως μηχανισμοί ισχυροποίησης στην παραγωγή τους.

Ωστόσο, τα κράματα Al-Mg χάνουν την αντοχή τους και την σκληρότητά τους, ειδικά στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη (HAZ) των συγκολλήσεων, λόγω του θερμικού κύκλου κατά τη διάρκεια της διαδικασίας συγκόλλησης. Οι μηχανικές ιδιότητες μειώνονται εξαιτίας της ανακρυστάλλωσης και της μεγέθυνσης των κόκκων που προκαλείται από τον θερμικό κύκλο. Έτσι, η διαδικασία συγκόλλησης επηρεάζει μηχανική συμπεριφορά του υλικού εισάγοντας μεταλλουργικές αλλαγές και παράγοντας πεδία εσωτερικών τάσεων.

Μια αποτελεσματική εναλλακτική μέθοδος για την αύξηση της αντοχής των κραμάτων αλουμινίου περιλαμβάνει την προσθήκη κάποιου κατάλληλου κράματικού στοιχείου, όπως La, Ce, Y και ιδιαίτερα το Sc. Ένα άλλο στοιχείο του οποίου η προσθήκη μπορεί να βελτιώσει τις ιδιότητες των κραμάτων αλουμινίου είναι το Έρβιο (Er) [9-12].

2 Μηχανισμοί Ισχυροποίησης [13]

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 όρια 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 προβάλει 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 εργοσκλήρυνση, 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.
- Ν Ισχυροποίηση από όρια κόκκων, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλουν τα όρια των κόκκων στην ολίσθηση των διαταραχών.
 Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το μέγεθος των κόκκων.
- ν. Ισχυροποίηση από κατακρήμνιση λόγω γήρανσης και διασπορά δευτερευουσών φάσεων, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλουν 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.

2.1 Εργοσκλήρυνση

Όταν ένα μέταλλο υφίσταται πλαστική παραμόρφωση η αντίσταση που προβάλει 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 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 εργοσκλήρυνσης είναι σύνθετο και δεν έχει αναπτυχθεί ακόμη μια ενιαία θεωρία που να το περιγράφει επακριβώς.

2.2 Πολλαπλασιασμός διαταραχών

Η πυκνότητα διαταραχών σε έναν μεταλλικό κρύσταλλο που έχει ανοπτηθεί για επαρκή χρόνο είναι της τάξεως των 10⁶ mm/mm³. Παραμορφώνοντας πλαστικά τον κρύσταλλο η τιμή αυτή αυξάνεται σημαντικά και μπορεί να φτάσει μέχρι και 10⁹ 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 (σχήμα 2.1). Σύμφωνα με το μηχανισμό αυτό, ένα τμήμα διαταραχής ΑΒ 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 $T = (G \cdot b)/L$ 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 γ 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 τ = (G·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 2-1: Πηγή πολλαπλασιασμού των διαταραχών σύμφωνα με το μοντέλο Frank – Reed

2.3 Ισχυροποίηση από όρια κόκκων

Τα όρια κόκκων παρεμποδίζουν την ολίσθηση των διαταραχών, αφού κατά μήκος των ορίων 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 όρια.

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

$$\sigma_y = \sigma_o + k_o \cdot \frac{1}{\sqrt{d}} \tag{2.1}$$

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 σχήμα 2.2.



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

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 2.3α 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 2.3β). Η τάση αυτή ισούται με:

$$\sigma_s = n \cdot \sigma_a \tag{2.2}$$

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

$$n = \frac{L \cdot \tau_{\alpha}}{G \cdot b} \pi (1 - \nu) \tag{2.3}$$

Από τις Εξισώσεις (2.2) και (2.3) προκύπτει ότι:

$$\tau_{\alpha} = \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_s}{\pi \cdot (1-\nu)}\right]^{1/2} \cdot d^{-1/2}$$
(2.4)

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 2.3) 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 (2.4) γίνεται:

$$\sigma_{y} = \sigma_{o} + M \cdot \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_{s}}{\pi \cdot (1 - \nu)}\right]^{1/2} \cdot d^{-1/2}$$
(2.5)

Θέτοντας ως $k_{o} = M \cdot \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_{s}}{\pi \cdot (1 - v)}\right]^{1/2}$ η εξίσωση (2.5) παίρνει την τελική μορφή της σχέσης Hall - Petch που είδαμε στην εξίσωση (2.1). Το k_{o} εξαρτάται από τη θερμοκρασία, λόγω της θερμοκρασιακής εξάρτησης του μέτρου διάτμησης G.



Σχήμα 2-3 Σχηματική αναπαράσταση ερμηνείας της σχέσης Hall – Petch.

2.4 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 Jμ διεργασίες πυρηνοποίησης και ανάπτυξης κόκκων, γνωστές από тη 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 (σχήμα 2.4), τα οποία αλληλεπιδρούν με τα αντίστοιχα τασικά πεδία των διαταραχών και έτσι παρεμποδίζουν την ολίσθησή τους.



Σχήμα 2-4 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:

$$\Delta \tau = k_1 \cdot \sqrt{f \cdot r} \tag{2.6}$$

όπου, Δτ 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, k₁ 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 διαταραχή "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:

$$T_{max} = \frac{G * b}{L} \tag{2.7}$$

όπου, L: η απόσταση ανάμεσα στα σωματίδια (σχήμα 2.5).

Η εξίσωση 2.7 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 Α και Β του σχήματος 2.5 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 <u>μηχανισμός Οrowan</u>. Η δημιουργία των βρόγχων μειώνει την "ελεύθερη" απόσταση μεταξύ των σωματιδίων και έτσι η απαιτούμενη διατμητική τάση της εξίσωσης 2.7 συνεχώς αυξάνεται, γεγονός που οδηγεί σε εργοσκλήρυνση. Η αύξηση της αντοχής που προκύπτει από τον μηχανισμό Οrowan ισούται με:

$$\Delta \tau = k_3 \frac{\sqrt{f}}{r} \tag{2.8}$$

όπου, k_{3:} μία σταθερά

f: το κλάσμα όγκου και

r: το μέσο μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης

Η εξίσωση 2.8 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. 2.7, 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 2-5 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 σωματίδίων. Το διάγραμμα του σχήματος 2.6 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 2-6 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.

3 Σύνθετα Υλικά [14]

3.1 Εισαγωγή στα Σύνθετα Υλικά

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 απαιτούνται στην αεροδιαστημική, στις υποβρύχιες χρήσεις και στις μεταφορές. Για παράδειγμα οι μηχανικοί αεροσκαφών ψάχνουν συνεχώς για δομικά υλικά τα οποία έχουν χαμηλές πυκνότητες, είναι ανθεκτικά, δύσκαμπτα, αντέχουν στην απόξεση και στην κρούση και δεν διαβρώνονται εύκολα. Αυτός είναι ένας μάλλον τρομακτικός συνδυασμός χαρακτηριστικών. Συνήθως τα ανθεκτικά υλικά είναι σχετικά πυκνά: επίσης η αύξηση της αντοχής ή της δυσκαμψίας συνήθως έχει ως αποτέλεσμα τη μείωση της αντοχής σε κρούση.

Ο συνδυασμός και το εύρος ιδιοτήτων των υλικών έχουν επεκταθεί και ακόμη επεκτείνονται με την εξέλιξη των σύνθετων υλικών. Γενικά, 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**, καλύτεροι συνδυασμοί ιδιοτήτων διαμορφώνονται με τον επιλεκτικό συνδυασμό δύο ή και περισσότερων διακριτών υλικών. Βελτίωση στις ιδιότητες επίσης επιτυχάνεται για πολλά σύνθετα υλικά.

Όλων των ειδών τα σύνθετα υλικά έχουν ήδη αναλυθεί, σε αυτά συγκαταλέγονται τα κράματα μετάλλων πολλών φάσεων, τα κεραμικά και πολυμερή. Για παράδειγμα, οι περλιτικοί χάλυβες έχουν μία μικροδομή η οποία αποτελείται από εναλλασσόμενα στρώματα του α φερρίτη και του σεμεντίτη. Τα συνδυασμένα μηχανικά χαρακτηριστικά του περλίτη (η σχετική μεγάλη ολκιμότητα και αντοχή) είναι ανώτερα από εκείνα της καθεμίας από τις συνιστώσες φάσεις του. Υπάρχει επίσης ένας μεγάλος αριθμός συνθέτων υλικών τα οποία συναντώνται στη φύση.

Ένα σύνθετο υλικό είναι ένα πολυφασικό υλικό το οποίο παρασκευάζεται τεχνητά εν αντιθέσει με εκείνα τα οποία συναντώνται στη φύση ή

σχηματίζονται με φυσικό τρόπο. Επιπρόσθετα, οι συνιστώσες φάσεις πρέπει να είναι χημικά ανόμοιες και να διαχωρίζονται με μία διακριτή επιφάνεια. Έτσι, πολλά κράματα μετάλλων και πολλά κεραμικά δεν συγκαταλλέγονται σε αυτόν τον ορισμό διότι οι πολλαπλές φάσεις των 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 μία νέα γενεά υλικών. Τα περισσότερα σύνθετα υλικά έχουν δημιουγηθεί 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 μία από αυτές ονομάζεται μήτρα η οποία είναι συνεχής και περιβάλλει την άλλη φάση η οποία ονομάζεται διεσπαρμένη φάση. Οι ιδιότητες των σνθέτων υλικών είναι συνάρτηση των ιδιοτήτων των συνιστωσών τους φάσεων, των σχετικών ποσοτήτων και της γεωμετρίας της διασπαρμένης φάσης. Η «γεωμετρία της διασπαρμένης φάσης» σε αυτό το πλαίσιο σημαίνει το σχήμα των κόκκων, την κατανομή και τον προσανατολισμό τους.



Σχήμα 3-1 Σχήμα ταξινόμησης των διαφόρων ειδών σύνθετων υλικών

Ένας απλός τρόπος για την ταξινόμηση των σύνθετων υλικών φαίνεται στο σχήμα 3.1 και αποτελείται από τρεις κατηγορίες: ενίσχυση κόκκων, ενίσχυση ινών και δομικά σύνθετα υλικά. Επίσης, δύο τουλάχιστον υποκατηγορίες

υπάρχουν για το καθένα από αυτά. Η διεσπαρμένη φάση στα σύνθετα υλικά είναι ίδια σε όλους τους άξονες (με άλλα λόγια, οι διαστάσεις των κόκκων είναι περίπου η ίδια για όλες τις διευθύνσεις). Για τα ινώδη σύνθετα υλικά, η διεσπαρμένη φάση έχει τη γεωμετρία της ίνας (με άλλα λόγια, ο λόγος μήκους της ίνας προς τη διάμετρο είναι μεγάλος). Τα δομικά σύνθετα υλικά είναι συνδυασμοί των συνθέτων και ομογενών υλικών. Το υπόλοιπο αυτού του κεφαλαίου θα βασιστεί σε αυτό το σχήμα ταξινόμησης.

3.2 Σύνθετα υλικά με ενίσχυση κόκκου

Όπως φαίνεται στο σχήμα 3.1 τα σύνθετα υλικά ενίσχυσης μεγάλων κόκκων και εκείνα της ενίσχυσης με διασπορά είναι δύο υποδιαιρέσεις των κοκκωδών σύνθετων υλικών. Η διάκριση μεταξύ αυτών γίνεται με βάση το ενισχυτικό υλικό ή τον 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 φάση ενίσχυσης είναι σκληρότερη και δυσκαμπτότερη από τη μήτρα. Οι κόκκοι ενίσχυσης τείνουν να εμποδίζουν την κίνηση της μητρικής φάσης στη γειτνίαση του κάθε κόκκου. Στην ουσία η μήτρα μεταφέρει μέρος της τάσης που ασκείται 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 της μήτρας και του κόκκου.

Για ενίσχυση με διασπορά, οι κόκκοι είναι συνήθως πολύ μικρότεροι και έχουν διαμέτρους μεταξύ 0,01 και 0,1 μm (10 και 100 nm). 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 διαταραχών. Έτσι, η πλαστική παραμόρφωση εμποδίζεται ούτως ώστε η αντοχή σε διαρροή και σε εφελκυσμό όπως επίσης και η σκληρότητα να βελτιώνεται.

3.3 Σύνθετα υλικά με ενίσχυση διασποράς

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

Η αντοχή σε υψηλή θερμοκρασία των κραμάτων νικελίου μπορεί να βελτιωθεί σημαντικά με την προσθήκη περίπου 3% κατ' όγκο του οξειδίο του θορίου (ThO₂)με τη μορφή ψιλόκοκκης διασποράς. Αυτό το υλικό είναι γνωστό ως νικέλιο με διασπορά θορίου (ή TD). Το ίδιο φαινόμενο παράγεται στο σύστημα αλουμινίου – οξειδίου του αλουμινίου. Στην περίπτωση αυτή προκαλείται ο σχηματισμός ενός πολύ λεπτού και συγκολλητικού στρώματος οξειδίου του αλουμινίου στην επιφάνεια πάρα πολύ μικρών (πάχους 0,1 έως 0,2 μm) νιφάδων αλουμινίου, τα οποία είναι διεσπαρμένα εντός της μεταλλικής μήτρας του αλουμινίου (SAP).

4 Διαδικασία δια τριβής με ανάδευση (FSP) [15]

4.1 FSW

Η μέθοδος συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction stir welding) επινοήθηκε για πρώτη φορά το έτος 1991 στο Βρετανικό Ινστιτούτο Συγκολλήσεων (The Welding Institute, TWI) [16, 17]. Είναι μία καινοτομική μέθοδος συγκόλλησης κατά την οποία ένα μη καταναλισκώμενο περιστρεφόμενο εργαλείο με έναν ειδικά σχεδιασμένο πείρο και περιαυχένιο εισέρχεται στο σημείο ένωσης δύο πλακών και μετατοπίζεται κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης (σχήμα 4.1).



Σχήμα 4-1 Σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου FSW

Το εργαλείο εξυπηρετεί δύο βασικές λειτουργίες: (α) την θέρμανση του προς συγκόλληση τεμαχίου, και (β) την ανάδευση του υλικού των τεμαχίων που οδηγεί στη συγκόλλησή τους. Η θερμότητα παρέχεται στο τεμάχιο συγκόλλησης από την τριβή μεταξύ του εργαλείου και του τεμαχίου και την πλαστική παραμόρφωση που υφίσταται το τεμάχιο εργασίας. Η τοπική θέρμανση του δοκιμίου μαλακώνει το υλικό γύρω από τον πείρο και σε συνδυασμό με την περιστροφή του εργαλείου προκαλείται ανάμιξη του υλικού. Ως αποτέλεσμα αυτής της διαδικασίας προκύπτει μια συγκόλληση «στερεάς κατάστασης». Λόγω των διαφόρων γεωμετρικών χαρακτηριστικών του εργαλείου, η ροή του υλικού γύρω από τον πείρο μπορεί να είναι αρκετά περίπλοκη [18]. Κατά τη διάρκεια της κατεργασίας FSW, το υλικό υποβάλλεται σε έντονη πλαστική παραμόρφωση σε υψηλή θερμοκρασία, με αποτέλεσμα

την παραγωγή των λεπτών και ισομεγέθων ανακρυσταλλωμένων κόκκων [15,16,19,20]. Η λεπτή μικροδομή στις συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση παράγει πολύ καλές μηχανικές ιδιότητες.

4.2 FSP

Η κατεργασία δια τριβής με ανάδευση αποτελεί μία αναδυόμενη και αποτελεσματική τεχνική στερεάς κατάστασης που στοχεύει στη βελτίωση και ομογενοποίηση της μικροδομής ενός μετάλλου.

Η κατεργασία δια τριβής με ανάδευση (FSP) αναπτύχθηκε πρόσφατα από τους Mishra et al. [21, 22] ως ένα γενικό εργαλείο για την τροποποίηση της μικροδομής με βάση τις αρχές της FSW. Σε αυτή την περίπτωση, ένα περιστρεφόμενο εργαλείο εισάγεται σε ένα τεμάχιο για προκειμένου να ενισχυθούν οι ιδιότητες το μητρικού υλικου χωρίς αυτό να φτάσει στο σημείο τήξης. Αυτή η τεχνική έχει χρησιμοποιηθεί για την παραγωγή σύνθετου στην επιφάνεια του υποστρώματος αλουμινίου [23], την ομογενοποίηση κράματος αλουμινίου [24], την τροποποίηση της μικροδομής της μεταλλικής μήτρας σύνθετων υλικών [25] και την ενίσχυση των ιδιοτήτων στα κράματα αλουμινίου [26].

4.3 Γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου είναι πολύ σημαντικός παράγοντας κατά την εξέλιξη της διαδικασίας της FSW. Ο σχεδιασμός του εργαλείου αποτελεί βασικό παράγοντα στη ροή του υλικού και διέπει το ρυθμό με τον οποίο διεξάγεται η συγκόλληση. Ένα εργαλείο FSW αποτελείται από ένα περιαυχένιο και έναν πείρο, όπως φαίνεται στο Σχήμα 4-2. Όπως προαναφέρθηκε, το εργαλείο εκτελεί δύο βασικές λειτουργίες α) τοπική θέρμανση του δοκιμίου, β) ανάδευση του υλικού των τεμαχίων που οδηγεί στη συγκόλλησή τους. Στα πρώτα στάδια της διαδικασίας, όπου ο πείρος εισχωρεί στο υλικό, η θερμότητα προκύπτει ως αποτέλεσμα της τριβής ανάμεσα στον πείρο και το προς συγκόλληση υλικό. Επιπρόσθετα, κάποια ποσότητα θερμότητας παράγεται λόγω πλαστικής παραμόρφωσης του υλικού. Ο πείρος εισχωρεί στο υλικό τόσο ώστε το περιαυχένιο να ακουμπήσει την επιφάνεια του προς συγκόλληση υλικού. Η τριβή που αναπτύσσεται μεταξύ του υλικού και του περιαυχενίου προσδίδει το μεγαλύτερο ποσοστό θερμότητας.

Ανάλογα με τη γεωμετρία του πείρου και του περιαυχενίου αναπτύσσονται διαφορετικά ποσά θερμότητας, γι' αυτό η γεωμετρία τους παίζει μεγάλο ρόλο. Η διάμετρος του περιαυχενίου, επίσης, αποτελεί έναν περιορισμό στον όγκο του υλικού που θερμαίνεται. Για το λόγο αυτό ο λόγος διαμέτρων περιαυχενίου/πείρου θα πρέπει να είναι τέτοιος ώστε να εξασφαλίζει την απαραίτητη θερμότητα πλαστικοποίησης του όγκου του υλικού που τίθεται προς ανάδευση από τον πείρο. Σε αντίθετη περίπτωση αναμένεται η εμφάνιση ατελειών στη συγκόλληση. Εύλογα προκύπτει ότι πολύ μεγάλοι λόγοι διαμέτρων περιαυχενίου/πείρου πρέπει να αποφεύγονται εξαιτίας της υποβάθμισης των μηχανικών ιδιοτήτων που συνοδεύουν τις θερμικά επηρεασμένες περιοχές των συγκολλήσεων. 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 αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια της διαδικασίας, διέπονται από τον σχεδιασμό του εργαλείου.



Σχήμα 4-2 Σχηματική αναπαράσταση του εργαλείου FSW

4.4 Παράμετροι συγκολλήσεων

Στην κατεργασία FSW, δύο παράμετροι είναι πολύ σημαντικοί: ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου (v, rpm) με δεξιόστροφη ή αριστερόστροφη κατεύθυνση και η ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου (n, mm/min) κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης. Η περιστροφή του εργαλείου έχει ως αποτέλεσμα την ανάδευση και ανάμιξη του υλικού γύρω από τον περιστρεφόμενο πείρο και η κατεύθυνση του εργαλείου μεταφέρει το αναδευόμενο υλικό από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου ολοκληρώνοντας κατ' αυτόν τον τρόπο τη διαδικασία συγκόλλησης. Υψηλότεροι ρυθμοί περιστροφής του εργαλείου παράγουν υψηλότερη θερμοκρασία λόγω της υψηλότερης θερμότητας από την τριβή καταλήγοντας σε εντονότερη ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Ωστόσο, είναι αξιοσημείωτο ότι η τριβή λόγω επαφής της επιφάνειας του εργαλείου με το κατεργαζόμενο τεμάχιο είναι αυτή που διέπει την παροχή θερμότητας.

Εκτός από το ρυθμό περιστροφής του εργαλείου και την ταχύτητα πρόωσης, μια άλλη σημαντική παράμετρος της διαδικασίας, είναι η γωνία κλίσης του άξονα του εργαλείου σε σχέση με την επιφάνεια του αντικειμένου. Μία κατάλληλη κλίση του άξονα προς την οπίσθια κατεύθυνση εξασφαλίζει ότι το περιαυχένιο του εργαλείου συγκρατεί το αναδευόμενο υλικό και το μεταφέρει αποτελεσματικά από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου. Επιπλέον, το βάθος διείσδυσης του πείρου εντός των τεμαχίων (penetration depth) είναι σημαντική για την παραγωγή ποιοτικών συγκολλήσεων. Το βάθος διείσδυσης του πείρου συνδέεται με το ύψος του πείρου. Όταν το βάθος διείσδυσης είναι πολύ μικρό, το περιαυχένιο του εργαλείου δεν έρχεται σε επαφή με την αρχική επιφάνεια του τεμαχίου. Έτσι, το περιαυχένιο αδυνατεί να κινήσει το αναδευόμενο υλικό αποτελεσματικά από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου, με αποτέλεσμα την παραγωγή συγκολλήσεων με ατέλειες όπως αυλακώσεις στην επιφάνεια. Όταν το βάθος της διείσδυσης είναι πάρα πολύ μεγάλο, το περιαυχένιο του εργαλείου βυθίζεται εντός του τεμαχίου δημιουργόντας υπερβολικό γρέζι (flash) στα άκρα της συγκόλλησης. Σε αυτή την περίπτωση παράγεται μία κοίλη συγκόλληση, οδηγώντας σε τοπική μείωση του πάχους των συγκολλημένων πλακών.

4.5 Ροή Μετάλλου

Η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση είναι αρκετά περίπλοκη κι εξαρτάται από την γεωμετρία του εργαλείου, τις παραμέτρους της διαδικασίας, και το υλικό που πρόκειται να συγκολληθεί. Η κατανόηση των χαρακτηριστικών της ροής του υλικού είναι μείζονος σημασίας για τον βέλτιστο σχεδιασμό του εργαλείου και την απόδοση της κατεργασίας.

Οι έρευνες των Reynolds et al. [27-29] ισχυρίζονται ότι, όλες οι συγκολλήσεις παρουσίάζουν κάποια κοινά χαρακτηριστικά ροής. Επίσης συμπεραίνουν ότι η ροή δεν είναι συμμετρική γύρω από την κεντρική γραμμή συγκόλλησης. Το μεγαλύτερο μέρος του υλικού μετακινείται σε μία τελική θέση πιο πίσω από την αρχική του θέση και μόνο μια μικρή ποσότητα του υλικού της προωθούμενης πλευράς μεταφέρεται σε μία τελική θέση μπροστά από την αρχική του. Η προς τα πίσω κίνηση του υλικού περιορίζεται σε ένα μήκος όσο η διάμετρος πείρου πίσω από την αρχική του θέση. Επιπλέον, παρατήρησαν ότι υπάρχει μια πολύ καλά καθορισμένη διεπιφάνεια μεταξύ της προωθούμενης και της υποχωρούσας πλευράς, αποδεικνύοντας ότι το υλικό δεν αναδεύεται εγκαρσίως της διεπαφής κατά τη διάρκεια της διαδικασίας FSW. Τρίτον, το υλικό ωθείται προς τα κάτω σχετικά με την προώθηση της πλευρά και κινείται προς την κορυφή στην πλευρά υποχωρώντας κατά τη διάμετρο πείρου. Αυτό δείχνει ότι η ανάδευση του υλικού πραγματοποιείται μόνο στην κορυφή της συγκόλλησης, όπου η μεταφορά υλικού επηρεάζεται άμεσα από τον περιστρεφόμενο περιαυχένιο το οποίο μεταφέρει το υλικό από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη. Ένα άλλο συμπέρασμα είναι ότι η ποσότητα υλικού που μετατοπίζεται κάθετα στην υποχωρούσα πλευρά είναι αντιστρόφως ανάλογη με ρυθμό συγκόλλησης (ταχύτητα πρόωσης/ ταχύτητα περιστροφής). Τέλος, η μεταφορά υλικού εγκαρσίως της κεντρικής γραμμής συγκόλλησης γίνεται μεγαλύτερη με την αύξηση της διαμέτρου του πείρου όταν ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου και η ταχύτητα πρόωσης παραμένουν σταθερές.

Arbegast [30] πρότεινε ότι η προκύπτουσα μικροδομή 0 και тα χαρακτηριστικά ροής του μετάλλου κατά την FSW είναι όμοια με εκείνα της θερμής διέλασης και σφυρηλάτησης. Επομένως, η διαδικασία FSW μπορεί να μοντελοποιηθεί διακρίνοντας πέντε συμβατικές ζώνες: α) ζώνη προθέρμανσης (preheat zone), β) ζώνη αρχικής παραμόρφωση (initial deformation zone), γ) ζώνη διέλασης (extrusion zone), δ) ζώνη σφυρηλάτησης (forging zone), $\kappa \alpha \epsilon$) $\zeta \omega \nu \eta \mu \epsilon \tau \alpha \theta \epsilon \rho \mu \alpha \nu \sigma \eta \varsigma / \alpha \pi \delta \psi \nu \epsilon \eta \varsigma$ (post heat/cool down zone) (Σχήμα 4-3).



Σχήμα 4-3 Ζώνες που δημιουργούνται κατά την κίνηση του εργαλείου στη μέθοδο FSW.

Στην πρώτη ζώνη, η θερμοκρασία αυξάνεται λόγω της τριβής ανάμεσα στο περιστρεφόμενο εργαλείο και της αδιαβατικής θέρμανσης εξαιτίας της παραμόρφωσης του υλικού. Η θερμότητα που αναπτύσσεται σε αυτή την ζώνη καθορίζεται από τις θερμικές ιδιότητες του υλικού και την την ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου. Καθώς το εργαλείο κινείται προς τα εμπρός σχηματίζεται μια αρχική ζώνη παραμόρφωσης.

Το υλικό σε αυτή τη ζώνη ωθείται τόσο προς τα πάνω στην ζώνη του περιαυχενίου (shoulder zone), όσο και προς τα κάτω μέσα στην ζώνη εξώθησης, όπως φαίνεται στο σχήμα 4.3. Μία μικρή ποσότητα του υλικού παραμένει στη ζώνη στροβιλισμού κάτω από τον πείρο. Στη ζώνη διέλασης το υλικό ρέει γύρω από τον πείρο από το μπροστινό μέρος προς τα πίσω. Μία κρίσιμη ισόθερμη σε κάθε πλευρά του εργαλείου ορίζει το πλάτος της ζώνης διέλασης, όπου τα μεγέθη των τιμών τάσης και θερμοκρασίας είναι ανεπαρκή για να επιτρέψει τη ροή μετάλλου. Μετά τη ζώνη διέλασης εντοπίζεται η ζώνη σφυρηλάτησης όπου το υλικό από το μπροστινό μέρος του εργαλείου συμπιέζεται στην κοιλότητα που προκύπτει από τη μετατόπιση του πείρου υπό συνθήκες υδροστατική πίεσης κατά την πρόωση του εργαλείου. Το περιαυχένιο του εργαλείου περιορίζει το υλικό σε αυτή την κοιλότητα και εφαρμόζει μία κάθετη δύναμη σφυρηλάτησης. Υλικό από τη ζώνη του περιαυχενίου μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη. Πίσω από την ζώνη σφυρηλάτησης βρίσκεται η ζώνη θέρμανσης / ψύξης όπου το υλικό ψύχεται υπό παθητικές ή εξαναγκαστικές συνθήκες ψύξης.

Συνοψίζοντας, η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW είναι μία πολύπλοκη και μία δύσκολη σε κατανόηση διαδικασία. Είναι σημαντικό να επισημάνθεί ότι υπάρχουν πολλοί παράγοντες που μπορούν να επηρεάσουν τη ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW. Αυτοί οι παράγοντες περιλαμβάνουν τη γεωμετρία του εργαλείου (γεωμετρία πείρου και περιαυχενίου, αναλογία διαστάσεων πείρου και περιαυχενίου), οι παράμετροι συγκόλλησης (ρυθμός περιστροφής του εργαλείου και η δεξιόστροφη ή αριστερόστροφη κατεύθυνση, η ταχύτητα πρόωσης, το βάθος διέισδυσης και η γωνία του εργαλείου με το τεμάχιο προς συγκόλληση), το είδος του υλικού, η θερμοκρασία του τεμαχίου, κλπ. Είναι πολύ πιθανό ότι η ροή του υλικού εντός της ζώνης συγκόλλησης (nugget) κατά την FSW συνίσταται από διάφορες ανεξάρτητες διαδικασίες παραμόρφωσης.

4.6 Εξέλιξη της μικροδομής

Η συμβολή της έντονης πλαστικής παραμόρφωσης και η έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες που λαμβάνουν χώρα στη ζώνη ανάδευσης κατά τη διάρκεια της FSW/FSP έχουν ως αποτελέσμα την ανακρυστάλλωση και την ανάπτυξη δομής εντός της ζώνης ανάδευσης [20,31-34] καθώς και τη διάλυση και επαναδημιουργία λεπτομερών κατακρημνισμάτων (coarsening) εντός και γύρω από τη ζώνη ανάδευσης [31-34]. Ανάλογα με τον χαρακτηρισμό της μικροδομής των κόκκων και των κατακρημνισμάτων μπορούν να διακριθούν τρεις ζώνες, η ζώνη ανάδευσης (nugget), η θερμο-μηχανικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΜΕΖ TMAZ) και η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (HAZ) όπως φαίνεται στο σχήμα 4.4. Οι αλλαγές μικροδομής σε διάφορες ζώνες έχουν σημαντική επίδραση στις μηχανικές ιδιότητες των κατεργασμένων υλικών.

Ζώνη ανάδευσης (stir zone)

Η έντονη πλαστική παραμόρφωση και η θερμότητα από την τριβή κατά τη διάρκεια της FSW / FSP έχουν ως αποτέλεσμα τη δημιουργία μιας λεπτόκοκκης ανακρυσταλλωμένης μικροδομής εντός της ζώνης ανάδευσης. Αυτή η περιοχή αναφέρεται συνήθως ως ζώνη ανάδευσης ή δυναμικά ανακρυσταλλωμένη ζώνη (DXZ). Στο εσωτερικό των ανακρυσταλλωμένων κόκκων συνήθως υπάρχει χαμηλή πυκνότητα διαταραχών [16,19]. Η διεπιφάνεια μεταξύ της ανακρυσταλλωμένης ζώνης και της θερμο-μηχανικά
επηρεασμένης ζώνης είναι σχετικά διάχυτη στην υποχωρούσα πλευρά του εργαλείου, αλλά αρκετά έντονη στην προωθούμενη πλευρά της συγκόλλησης [35].



Σχήμα 4-4 Διάφορες ζώνες μικροδομής σε FSP κατεργασμένο κράμα Al7075-T651 (σπειροειδής πείρος, 400rpm, 51 mm/min)

Το σχήμα της ζώνης συγκόλλησης καθορίζεται ανάλογα με τις παραμέτρους της κατεργασίας, τη γεωμετρία του εργαλείου τη θερμοκρασία του τεμαχίου εργασίας, και τη θερμική αγωγιμότητα του υλικού. Οι ζώνες συγκόλλησης μπορούν να ταξινομηθούν σε δύο τύπους σχημάτων, σε σχήμα λεκάνης όπου η ζώνη διευρύνεται κοντά στην άνω επιφάνεια και σε ελλειπτικό σχήμα. Χαμηλές ταχύτητες περιστροφής καταλήγουν σε ζώνες συγκόλλησης με σχήμα λεκάνης, ενώ υψηλότερες ταχύτητες περιστροφής με εργαλείο της ίδιας γεωμετρίας προσδίδουν στην ζώνη συγκόλλησης ελλειπτικό σχήμα [36]. Αυτό υποδηλώνει ότι μεταβάλλοντας τις παραμέτρους της κατεργασίας προκύπτουν ζώνες συγκόλλησης με διαφορετικά σχήματα.

Είναι ευρέως αποδεκτό ότι η δυναμική ανακρυστάλλωση κατά την FSW / FSP, οδηγεί σε παραγωγή λεπτών και ισομεγέθων κόκκων στην ζώνη συγκόλλησης [20,30-34]. Έχει διαπιστωθεί [37-39] ότι το μέγεθος των ανακρυσταλλωμένων κόκκων μπορεί να μειωθεί με ελάττωση του ρυθμού περιστροφής του εργαλείου διατηρώντας σταθερή την ταχύτητα πρόωσης [32, 37-40] ή ελλατώνοντας το λόγο ρυθμού περιστροφής εργαλείου / ταχύτητα πρόωσης [41].

Επίσης η αύξηση του βαθμού παραμόρφωσης που συντελείται κατά την FSW / FSP οδηγεί σε μείωση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων σύμφωνα με τις γενικές αρχές της ανακρυστάλλωσης [42]. Συνεπώς, η διακύμανση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων εξαρτάται από το

ποια παράμετρος (ταχύτητα περιστροφής ή ταχύτητα πρόωσης) έχει κυρίαρχο ρόλο.

Το μέγεθος των κόκκων τείνει να αυξηθεί κοντά στην κορυφή της ζώνης συγκόλλησης και μειώνεται σε κάθε σημείο που απομακρύνεται από το κέντρο της ζώνης συγκόλλησης ανάλογα με τις διακυμάνσεις της θερμοκρασίας [31-34]. Το Σχήμα 4-5 δείχνει την κατανομή των μεγεθών των κόκκων σε διαφορετικές θέσεις της ζώνης συγκόλλησης σε κατεργασμένο με FSP κράμα αλουμινίου 7050 [43]. Το μέσο μέγεθος κόκκου κυμαίνεται από 3,2 μm στο κάτω μέρος έως 5,3 μm στην κορυφή και 3,5 μm στην υποχωρούσα πλευρά έως 5,1 μm στην προωθούμενη πλευρά. Αυτή η μεταβολή στο μέγεθος κόκκου από το κάτω προς το επάνω μέρος του πυρήνα συγκόλλησης πιστεύεται ότι συνδέεται με τη διαφορά στο προφίλ θερμοκρασίας και την απαγωγή θερμότητας στην ζώνη συγκόλλησης. Επειδή το κάτω μέρος των τεμαχίων βρίσκεται σε επαφή με την πλάκα υποσήριξης, η μέγιστη θερμοκρασία είναι χαμηλότερη και ο θερμικός κύκλος είναι μικρότερος σε σύγκριση με την κορυφή του πυρήνα. Ο συνδυασμός χαμηλότερης θερμοκρασίας και μικρότερου χρόνου θερμικής επιρροής στο κάτω μέρος της ζώνης συγκόλλησης επιβραδύνει αποτελεσματικά την ανάπτυξη των κόκκων και οδηγεί σε μικρότερους ανακρυσταλλωμένους κόκκους. Είναι προφανές ότι με την αύξηση του πάχους της πλάκας, η διαφορά θερμοκρασίας μεταξύ του κάτω μέρους και της κορυφής του πυρήνα συγκόλλησης αυξάνεται, με αποτέλεσμα να παρατηρείται αυξημένη διαφορά στο μέγεθος κόκκου.

Η αύξηση της θερμοκρασίας στην ζώνη συγκόλλησης έως τους 400-550 °C [16, 19, 34, 47, 40], εκτός από τη μεταβολή στο μέγεθος κόκκων, μπορεί να επιφέρει τη διάλυση των κατακρημνισμάτων και την επαναδημιουργία λεπτότερων εντός της μήτρας αλουμινίου ανάλογα με τον τύπο του κράματος και τη μέγιστη θερμοκρασία. Οι Liu et al. [16] παρατήρησαν σε κράμα 6061Al-T6 ότι τα ομοιογενώς κατανεμημένα κατακρημνίσμαται του τεμαχίου ήταν γενικά μικρότερα από εκείνα της ζώνης συγκόλλησης. Ωστόσο, στην ζώνη συγκόλλησης υπήρχαν πολύ λιγότερα μεγάλα κατακρημνίσματα σε σχέση με το υλικό βάσης γεγονός που υποδηλώνει ότι κατά την FSW πραγματοποίούνται ταυτόχρονα διάλυση και επαναδημιουργία λεπτών κατακρημνισμάτων (coarsening).



Σχήμα 4-5 Κατανομή μεγέθους κόκκων σε διάφορες θέσεις του πυρήνα συγκόλλησης του κράματος ΑΙ7050

Θερμο-μηχανικά επηρεασμένη ζώνη

Μεταξύ του μητρικού υλικού και της ζώνης συγκόλλησης δημιουργείται μία μεταβατική ζώνη η οποία ονομάζεται θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ ή ΘMEZ) και είναι χαρακτηριστική της διαδικασίας FSW/FSP [19, 33, 34]. Η ζώνη αυτή υπόκειται τόσο σε παραμορφώσεις όσο και σε υψηλές θερμοκρασίες. Η χαρακτηριστική μικροδομή της ΘMEZ παρουσιάζεται στο σχήμα 4.6. Η ΘMEZ χαρακτηρίζεται από μια ιδιαίτερα παραμορφωμένη δομή. Οι επιμήκεις κόκκοι του μητρικού υλικού παραμορφώνονται ακολουθώντας μία ροή ανοδικής φοράς η οποία περιβάλλει τη ζώνη συγκόλλησης. Μολονότι η ΘMEZ υφίσταται πλαστική παραμόρφωση, οι τάσεις παραμόρφωσης δεν είναι επαρκείς για να προκαλέσουν ανακρυστάλλωση σε αυτή την ζώνη. Ωστόσο, η έκθεση σε υψηλή θερμοκρασία που παρουσιάζεται στο ποσοστό διάλυσης των κατακρημνισμάτων εξαρτάται φυσικά από τον θερμικό κύκλο που υπόκειται η ΘMEZ.



Σχήμα 4-6 Μικροδομή της Θερμο-μηχανικά Επηρεασμένης Ζώνης σε FSP 7075Al

Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (ΘΕΖ)

Πέρα από την θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ) βρίσκεται η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (HAZ ή ΘΕΖ). Αυτή η ζώνη υπόκειται στην επιρροή του θερμικού κύκλου, αλλά δεν υφίσταται καμία πλαστική παραμόρφωση (σχήμα 4.4). Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ) σε ένα θερμικά κατεργάσιμο κράμα αλουμινίου [44] ορίζεται ως η ζώνη που υφίσταται μια αύξηση της θερμοκρασίας πάνω από 250 °C. Η ΘΕΖ διατηρεί την ίδια δομή κόκκων, με αυτή του μητρικού υλικού. Ωστόσο, η έκθεση σε θερμοκρασίες άνω των 250 °C ασκεί σημαντική επιρροή στη δομή των κατακρημνισμάτων.

5 Βιβλιογραφική Ανασκόπηση

Οι Hossein Bisadi και Asghar Abasi [46] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για να μελετήσουν τη διασπορά και την ενσωμάτωση κεραμικών σωματιδίων TiB₂ με μέσο μέγεθος κόκκων 2,62 μm σε εμπορικό κράμα αλουμινίου 7075-Ο (AI-Zη-Mg, σε ανοπτημένη κατάσταση). Η εισαγωγή των σωματιδίων ενίσχυσης έγινε με τη δημιουργία μίας μικρού βάθους αυλάκωσης στο έλασμα του αλουμινίου πλάτους 1 mm και βάθους 2 mm. Μετά την τοποθέτηση της σκόνης TíB₂ στο αυλάκι τα δείγματα υποβλήθηκαν σε δύο περάσματα FSP.

Για την κατεργασία χρησιμοποιήθηκε ένα εργαλείο από σκληρυνόμενο χάλυβα H-13 το οποίο αποτελείτο από ένα περιαυχένιο διαμέτρου 16 χιλιοστών και έναν πείρο διαμέτρου 5,4 χιλιοστών και ύψους 3 χιλιοστών, αντίστοιχα. Η γωνία κλίσης του περιαυχενίου ορίστηκε στις 3°. Οι παράμετροι οι οποίες μελετήθηκαν ήταν ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου που ορίστηκε στα 450, 825, 1115 rpm και η ταχύτητα πρόωσης του περιστρεφόμενου εργαλείου 32 και 60 mm / min.



Σχήμα 5-1 Μικροδομή του ανοπτημένου αλουμινίου 7075-Ο

Στο σχήμα 5.1 το οποίο απεικονίζει τη μικροδομή, τα κατακρημνίσματα των ενώσεων MgZn εμφανίζονται ως σκουρόχρωμα σωματίδια εκ των οποίων τα περισσότερα επιμηκύνονται κατά τη φορά έλασης. Μετά την υποβολή του δοκιμίου στην κατεργασία FSP δεν παρατηρήθηκαν επιφανειακές ατέλειες ή ελαττώματα, όπως κενά και ρωγμές.



Σχήμα 5-2 Εγκάρσια τομή της FSP (a) mm 450 rpm και 32 mm / min, (b) 825rpm και 32 / min

Στο σχήμα 5.2, το δοκίμιο το οποίο παρασκευάστηκε με ταχύτητα περιστροφής 450 στροφές ανά λεπτό παρουσιάζει ανομοιογένεια κάτω από την επιφάνεια επαφής με το περιαυχένιο. Τα σωματίδια τείνουν να παραμείνουν συσσωματωμένα σε μία γραμμή που επιμηκύνεται από την προωθούμενη πλευρά προς την υποχωρούσα. Καθώς αυξάνεται η ταχύτητα περιστροφής στις 850 περιστροφές ανά λεπτό, η κατανομή των σωματιδίων βελτιώθηκε.



Σχήμα 5-3 Οπτική μικρογραφία της διεπαφής ζώνης, (α) 450 rpm και 32 mm / min (β) 1115 rpm και 32 mm / min

Το σχήμα 5.3 δείχνει την οπτική μικρογραφία της διεπιφάνειας μεταξύ του σύνθετου στρώματος και του υποστρώματος. Το επιφανειακό σύνθετο στρώμα εμφανίζεται να είναι πολύ καλά συνδεδεμένο με το υπόστρωμα

κράματος ΑΙ7075. Όπως προκύπτει από το σχήμα, η ανάδευση του υλικού και η πλαστική παραμόρφωση δεν είναι αρκετά ισχυρές με αποτέλεσμα τα σωματίδια σκόνης να κινούνται σε ομαδοποιημένο σχήμα διαμορφώνοντας ελλειπτικές δομές "onion rings" στον πυρήνα συγκόλλησης. Με την αύξηση της περιστροφής εργαλείου που προκαλεί αύξηση της τοπικής θερμοκρασίας, η ροή του υλικού και η κατανομή των σωματιδίων βελτιώνεται (σχήμα 5.3 (b)). Αυτό σημαίνει ότι, η ροή υλικού ενισχύεται με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής εξαιτίας της πλαστικής παραμόρφωσης και της αύξησης της θερμοκρασίας. Επίσης, από την παρατήρηση στο οπτικό μικροσκόπιο (σχήμα 5.3 (b)), η ζώνη ανάδευσης και η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ) είναι πολύ καλά ευδιακριτες.



Σχήμα 5-4 Εικόνες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης που δείχνουν (a)την κατανομή των σωματιδίων ΤίΒ₂ (b) τα διαλυμένα κατακρημνίσματα εντός του υποστρώματος

Η κατανομή των τεμαχιδίων TiB₂ (γκρι σωματίδια), τα οποία εμφανίζονται με γκρι χρώμα (σχήμα 5.4) είναι πολύ ομοιόμορφη και δεν παρατηρείται κάποιο ελάττωμα ή μικροπορώδες. Επιπλέον, από την εικόνα προκύπτει ότι τα σωματίδια TiB₂ έχουν καλή πρόσφυση με το υπόστρωμα. Μετά από δύο περάσματα με την FSP, τα κατακρημνίσματα διαλύονται στο υπόστρωμα του αλουμινίου, όπως απεικονίζονται στο σχήμα 5.4 (b).

Στο σχήμα 5.5 παρατηρείται ότι η σκληρότητα κατά Vickers ξεπερνά τα 100 HV σε όλες τις μελετώμενες περιπτώσεις, ενώ η μέση σκληρότητα του κράματος AI7075-O ήταν 64 HV. Από το διάγραμμα προκύπτει ότι η σκληρότητα του υλικού εξαρτάται από την ταχύτητα περιστροφής και

επηρεάζεται ακόμα περισσότερο από την ταχύτητα πρόωσης. Η υψηλότερη τιμή σκληρότητας είναι 179 HV και παρατηρήθηκε όταν η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου ήταν 1115 rpm και η ταχύτητα πρόωσης 60mm/min. Αντίστοιχα τα αποτέλεσμα των δοκιμών εφελκυσμού έδειξαν ότι η προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης αύξησε σημαντικά την αντοχή του σύνθετου από 91MPa σε 184MPa. Αυξάνοντας την ταχύτητα περιστροφής ενισχύθηκε η αντοχή, αλλά χωρίς να επηρεαστεί το όριο διαρροής του σύνθετου υλικού.



Σχήμα 5-5 Μικροσκληρότητα σε Vickers

Οι Don-Hyun CHOI et al. [47] ενσωμάτωσαν σκόνη SiC σε κράμα αλουμινίου A356 με τη χρήση της FSP για να ενισχύσουν τις μηχανικές του ιδιότητες. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε ήταν από σκληρυνόμενο εργαλειοχάλυβα H-13 με σπειροειδή πείρο. Η ταχύτητα περιστροφής ορίστηκε στις 1180 rpm και η ταχύτητα πρόωσης στα 127 mm/min. Τα σωματίδια ενίσχυσης τοποθετήθηκαν σε ένα αυλάκι βάθους 1 mm και πλάτους 2 mm. Προκειμένου να αποφευχθεί η εκτίναξη σκόνης κατά τη διάρκεια της κατεργασίας το κενό του αυλακίου έκλεισε με ταινία αλουμινίου. Τα πειράματα πραγματοποιήθηκαν με δύο περάσματα FSP.

Η ζώνη συγκόλλησης χωρίς την προσθήκη σωματιδίων SiC παρουσιάζει ένα ελλειπτικό σχήμα εντός του οποίου εμφανίζονται δακτύλιοι (onion rings), οι οποίοι σχηματίζονται λόγω της θερμότητας από την τριβή που προκαλεί το περιστρεφόμενο εργαλείο και της διέλασης του μετάλλου που προκαλείται από την κίνηση προς τα εμπρός [48]. Η μικροδομή του μετάλλου βάσης

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση

παρουσιάζει διαφορετική εικόνα από τη ζώνη συγκόλλησης. Στο μέταλλο βάσης παρατηρείται δενδριτική δομή σύστασης α-φάσης η οποία περιβάλλεται από μία ευκτητική φάση Al-Si υψηλότερης περιεκτικότητας σε Si. Μεταβαίνοντας στη ζώνη συγκόλλησης η δενδριτική μικροδομή εξαφανίζεται και λεπτότερα σωματίδια Si διασπείρονται σε ολόκληρη τη ζώνη συγκόλλησης. Παράπλευρα της ζώνης συγκόλλησης βρίσκονται OI θερμομηχανικά επηρεασμένες ζώνες υποχωρούσας της και της προωθούμενης πλευράς, των οποίων οι μικροδομές είναι διαφορετικές η μία από την άλλη. Στην προωθούμενη πλευρά παρατηρείται μία ευρύτερη περιοχή παραμόρφωσης, ενώ στην υποχωρούσα πλευρά εμφανίζεται μία πιο απότομη μετάβαση από το μέταλλο βάσης στη ζώνη συγκόλλησης.



Σχήμα 5-6 (a) Εγκάρσια τομή του κατεργασμένου με FSP A356 χωρίς προσθήκη SiC (b) εικόνα μικροσκοπίου από το μέταλλο βάσης (c) ζώνη συγκόλλησης (d) ΘΜΕΖ υποχωρούσα πλευρά, (e) ΘΜΕΖ προωθούμενη πλευρά



Σχήμα 5-7 (a) Εγκάρσια τομή του κατεργασμένου με FSP Α356 με προσθήκη SiC (b) ΘΜΕΖ υποχωρούσα πλευρά, (c) ζώνη συγκόλλησης, (d) ΘΜΕΖ προωθούμενη πλευρά.

Οι Don-Hyun CHOI et al. [47] παρατήρησαν ότι στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη τα σωματίδια SiC κατανέμονται σε επιμήκεις λωρίδες. Οι υψηλές τάσεις και η παραγόμενη θερμότητα από το περιστρεφόμενο εργαλείο είναι τα αίτια που προκαλούν την παραμόρφωση σε αυτήν την περιοχή, έτσι ώστε τα συσσωματωμένα τεμαχίδια να εκτείνονται στις διευθύνσεις των διατμητικών τάσεων.

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



Σχήμα 5-8 Μικροδομή ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης από κατεργασμένα με FSP δοκίμια A356 με (a,b,c) και χωρίς (d,e,f) χημική προσβολή: (a,d) μέταλλο βάσης χωρίς σωματίδια SiC, (b,e) Ζώνη Ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC και (c,f) ζώνη ανάδευσης με σωματίδια SiC.

Στο σχήμα 5.8 παρουσιάζονται οι εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας των μικροδομών του μετάλλου βάσης και της ζώνης ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC και με σωματίδια SiC. Στο μέταλλο βάσης τα σωματίδια Si διανέμονται μερικώς στην αρχική φάση α και σχηματίζουν μία ευτηκτική δομή. Τα σωματίδια του Si διασπείρονται ομοιογενώς στη ζώνη ανάδευσης και τα πλακοειδή σωματίδια παύουν να υφίστανται. Αυτό πιθανότατα να οφείλεται στο γεγονός ότι τα πλακοειδή σωματίδια Si διασπείρονται να εργαλείου. Επίσης, η ζώνη ανάδευσης με τα σωματίδια SiC φαίνεται να είναι σχεδόν ίδια σε σχήμα με τη ζώνη ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC, αλλά περισσότερα σωματίδια παρατηρούνται σε αυτήν την περιοχή σε σχέση με τη ζώνη ανάδευσης χωρίς

σωματίδια. Ωστόσο, ευτηκτικά σωματίδια Si και σωματίδια SiC έχουν σχεδόν το ίδιο σχήμα και την ίδια χημική σύσταση. Έτσι δεν είναι δυνατή η διάκριση των σωματιδίων Si και SiC από τη χημικά προσβεβλημένη μικροδομή. Από τις εικόνες της μικροδομής χωρίς χημική προσβολή (d)-(f) δεν παρατηρούνται σωματίδια στο μέταλλο βάσης και στη ζώνη ανάδευσης (στην κατεργασία χωρίς σωματίδια SiC), ωστόσο πολλά σωματίδια SiC παρατηρούνται στη ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου που παράχθηκε με προσθήκη σωματιδίων SiC. Πολλά από αυτά διανέμονται ομοιογενώς στη ζώνη ανάδευσης και τα μεγέθη αυτών των σωματιδίων βρέθηκαν να είναι 1-4μm. Φαίνεται ότι το διαφορετικό μέγεθος των σωματιδίων σχετίζεται με την ανάδευση του εργαλείου, όπου ισχυρές παραμορφώσεις στην ζώνη ανάδευσης προκαλούν την θραύση των σωματιδίων SiC.

Τα προφίλ σκληρότητας μετρήθηκε κατά μήκος της εγκάρσιας τομής των ζωνών ανάδευσης των δοκιμίων που παράχθηκαν με και χωρίς σωματίδια (σχήμα 5.9). Το μέταλλο βάσης παρουσιάζει ένα πολύ ευρύ φάσμα σκληρότητας, από περίπου 50 HV έως 65 HV. Το στερεό διάλυμα αλουμινίου το οποίο καταλαμβάνει ένα μεγάλο κλάσμα όγκου, είναι μαλακότερο από το στερεό διάλυμα πυριτίου. Στην κύρια φάση η σκληρότητα είναι περίπου 50 HV, ενώ κοντά στην ευκτητική φάση Al-Si, η σκληρότητα ανέρχεται πάνω από 60 HV. Ωστόσο, η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης παρουσιάζει περισσότερο ομοιόμορφες τιμές από ό, τι εκείνη του μετάλλου βάσης λόγω των λεπτότερων και πιο ομοιόμορφα διεσπαρμένων σωματιδίων Si. Η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC, η οποία κυμαίνεται από 60 HV έως 65 HV, είναι επίσης ομοιόμορφα κατανεμημένη και εμφανίζει μικρότερη διακύμανση. Σε σύγκριση, η ζώνη ανάδευσης που παράχθηκε με την προσθήκη σωματιδίων SiC παρουσιάζει υψηλότερες τιμές σκληρότητας σε ένα ευρύτερο φάσμα από 60 έως 85 HV. Αυτό το φαινόμενο μπορεί να οφείλεται στην καταστολή της ολίσθησης των ορίων των κόκκων (GBS) που προκαλείται από την παρουσία των σωματιδίων SiC και στη μείωση του μεγέθους των κόκκων.



Σχήμα 5-9 Κατανομή της σκληρότητας Vickers των κατεργασμένων με FSP A356 δοκιμίων με και χωρίς σωματίδια SiC.

Οι Jun Qu et al. [49] χρησιμοποίησαν την τεχνική FSP για να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα αλουμινίου με υψηλή συγκέντρωση σωματιδίων (>20 κ.ο.%) σε αλουμίνιο. Η παραγωγή του σύνθετου επιφανειακού στρώματος πραγματοποίηθηκε σε κράμα αλουμινίου 6061-T651 ενώ ως σωματίδια ενίσχυσης χρησιμοποιήθηκαν δύο πολύ μικρού μεγέθους σκόνες, Al₂O₃ (200 nm) και SiC (300 nm).

Οι Jun Qu et al. ισχυρίζονται ότι οι φαινομενικές πυκνότητες των κόνεων είναι σημαντικά χαμηλότερες από τις πυκνότητες των στερεών φάσεων της αλούμινας και του SiC. Επομένως το κλάσμα όγκου που προστίθεται f_{reservoir} πρέπει να είναι μεγαλύτερο από την επιθυμητή συγκέντρωση στη σύνθετη ζώνη f_v. Ο όρος f_{reservoir} είναι συνάρτηση του f_v, της φαινομενικής πυκνότητας της σκόνης ρ_{powder}, και της πυκνότητας της σκόνης σε χύδην μορφή (bulk) ρ_{bulk} όπως εκφράζεται στην εξίσωση [50]:

$$f_{reservoir} = \frac{f_v}{\left(\rho_{powder}/\rho_{bulk}\right) + f_v \left(1 - \left(\rho_{powder}/\rho_{bulk}\right)\right)}$$

Οι Jun Qu et al. διαπίστωσαν ότι η ανάμιξη των κόνεων με νερό μπορεί να αυξήσει τις φαινομενικές πυκνότητες των κόνεων Al₂O₃ και SiC σε 1,30 και

1,76 g/cm³ αντίστοιχα. Έτσι με τη δημιουργία αιωρημάτων μειώθηκε σημαντικά το απαιτούμενο κλάσμα όγκου f_{reservoir} και παρέχεται η δυνατότητα για υψηλότερες συγκεντρώσεις σωματιδίων στο σύνθετο επιφανειακό στρώμα. Ένα άλλο πλεονέκτημα του αιωρήματος είναι ότι μειώνεται η απώλεια σκόνης εξαιτίας της αιώρησης κατά την τοποθέτησή της και την κατεργασία.

Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία FSP αποτελείτο από ένα περιαυχένιο διαμέτρου 19,05 mm και έναν πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 6,35 mm και μήκους 4 mm. Οι παράμετροι επιλέχθηκαν ανάλογα με το μέγεθος σωματιδίων και την συγκέντρωση των σωματιδίων, η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου ήταν 1000-1800 rpm και το ποσοστό τροφοδοσίας 0,1-1 mm/s.

Τα σύνθετα επιφανειακά στρώματα που προέκυψαν με Al₂O₃ 25 κ.ο.% και με SiC 30 κ.ο.% παρουσίασαν τουλάχιστον 20% αύξηση στις τιμές σκληρότητας σε σχέση με το αρχικό κράμα. Όπως φαίνεται στο σχήμα, μία πιο μαλακή περιοχή περιβάλλει τη σύνθετη ζώνη στο εσωτερικό της οποίας παρουσιάζεται αυξημένη σκληρότητα. Η μειωμένη σκληρότητα υποδηλώνει την απώλεια της σκλήρυνσης που οφείλεται στα κατακρημνίσματα. Προκειμένου να αντισταθμιστεί η ανόπτηση κατά την κατεργασία FSP για την παραγωγή του σύνθετου επιφανειακού στρώματος Al-(25 κ.o.%) Al₂O₃ εφαρμόστηκε η θερμική κατεργασία T6. Η σκληρότητα των περισσότερων περιοχών μετά τη θερμική κατεργασία αυξήθηκε από τα 0,5-0,6 GPa σε 1,0-1,2 GPa ενώ σε ορισμένα σημεία παρουσιάζουν μειωμένη σκληρότητα, η οποία αποδόθηκε στην δημιουργία πόρων κατά την FSP.



Σχήμα 5-10 Χαρτογράφηση της σκληρότητας στην εγκάρσια τομή της σύνθετης επιφάνειας Al-Al₂O₃ (a) μετά την κατεργασία FSP (b) μετά την θερμική μετακατεργασία T6.

Οι Qiang Liu et al. [51] μελέτησαν τις μηχανικές ιδιότητες και τη μικροδομή που προέκυψε από την εισαγωγή νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWNCT) σε μήτρα αλουμινίου με την χρήση της FSP. Το μητρικό υλικό που χρησιμοποιήθηκε ήταν κράμα αλουμινίου 1016. Η εισαγωγή των νανοσωλήνων άνθρακα έγινε με την τοποθέτησή τους σε έξι οπές ίδιου βάθους (3,5 mm) και διαφορετικής διαμέτρου (0mm, 2mm, 4mm, 6mm, 8mm, 10mm) από τις οποίες πρόεκυψαν τα αντίστοιχα κλάσματα όγκου (κ.ο.% Al-MWNCT) 0%, 1,6%, 2,5%, 4,4%, 5,3% και 6%. Για την κατεργασία χρησιμοποιήθηκε ένα εργαλείο με περιαυχένιο διαμέτρου 26,8mm και πείρο διαμέτρου 12mm και μήκους 7,8mm. Οι παράμετροι που εφαρμόστηκαν ήταν ταχύτητα περιστροφής ίση με 950rpm, ταχύτητα πρόωσης 30mm/min και γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Για την ομοιόμορφη κατανομή των νανοσωλήνων άνθρακα στο υλικό διενεργήθηκαν πέντε περάσματα FSP. Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



Σχήμα 5-11 Μικροδομή των διαφρετικών ζωνών του παραγόμενου με FSP σύνθετου υλικού Al-MWNCT (a) εγκάρσια τομή του δοκιμίου (b)μέταλλο βάσης (c) ζώνη ανάδευσης (d) ζώνη παραμόρφωσης περιαυχενίου (e) θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη.

Το μέγεθος κόκκων που εντοπίστηκε στο σύνθετο υλικό μετά την FSP ήταν από 50-100 nm ενώ ταυτόχρονα παρουσιάστηκε υψηλή πυκνότητα διαταραχών. Η εισαγωγή των διαταραχών και η υπέρλεπτη κοκκομετρία οφείλεται στη δυναμική ανακρυστάλλωση, η οποία λαμβάνει χώρα κατά την κατεργασία FSP. Η εκλέπτυνση της δομής αποδίδεται επίσης και στην παρεμπόδιση που προκαλεί η παρουσία των νανοσωλήνων άνθρακα στην ανάπτυξη των κόκκων, το φαινόμενο αυτό είναι γνωστό ως pinning effect [52].

Όσον αφορά τη σκληρότητα του παραχθέντος υλικού από το σχήμα είναι χαρακτηριστικό ότι η αύξηση της ποσότητας νανοσωλήνων άνθρακα στο υλικό προκαλεί ταυτόχρονα αύξηση της μικροσκληρότητας. Αυτή η βελτίωση της σκληρότητας μπορεί να αποδοθεί στο συνδυασμό της εκλέπτυνσης των κόκκων και την ισχυροποίηση που προκαλείται από τους νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



Σχήμα 5-12 Μικροσληρότητα των σύνθετων υλικών Al-MWNCT με διαφορετική περιεκτικότητα σε MWNCT

Οι D. Khayyamin et al. [53] χρησιμοποίησαν την FSP για να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε χυτό κράμα μαγνησίου AZ91, ενσωματώνοντας σκόνη σωματιδίων SiO₂ με μέγεθος κόκκων 10nm. Η σκόνη SiO₂ εισήχθη σε αυλάκι 1mm x 2mm το οποίο αντιστοιχούσε σε κλάσμα όγκου 8%. Για να αποφευχθεί η εκτίναξη της σκόνης πραγματοποιήθηκε κλείσιμο του αυλακίου με εργαλείο χωρίς πείρο. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για τη δημιουργία του σύνθετου υλικού αποτελείτο από τετραγωνικό πείρο διαστάσεων 4.4mm x 4.4mm (διαμέτρου 6mm) και μήκους 4mm. Διατηρώντας σταθερές την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου στις 1250rpm και τη γωνία κλίσης του εργαλείου στις 3°, μελετήθηκε η επίδραση των πολλαπλών πάσων. Οι ταχύτητες πρόωσης που επιλέχθηκαν ήταν 20, 40 63 mm/min.

Όπως φαίνεται στο σχήμα, μετά την FSP τόσο η παρουσία των σωματιδίων ενίσχυσης SiO₂ τα οποία εμποδίζουν την ανάπτυξη των κόκκων όσο και η

δυναμική ανακρυστάλλωση επιφέρουν σημαντική μείωση στο μέγεθος κόκκων του μητρικού υλικού το οποίο αρχικά ήταν 140μm. Από το σχήμα συμπεραίνεται επίσης ότι η αύξηση της ταχύτητας πρόωσης (20, 40, 63 mm/min) επιφέρει περεταίρω μειώση του μεγέθους των κόκκων (14,12μm, 11,07μm και 8,27μm αντίστοιχα).



Σχήμα 5-13 Μικροδομή της ζώνης ανάδευσης των δοκιμίων που παράχθηκαν με ταχύτητα πρόωσης 20mm/min, 40mm/min και 60mm/min

Ταυτόχρονα με τη μείωση του μεγέθους κόκκων επιτυγχάνεται αύξηση της σκληρότητας φτάνοντας τα 108 HV που αντιστοιχεί στην ταχύτητα πρόωσης 63 mm/min. Σύμφωνα με την σχέση Hall Petch, η αντοχή και η σκληρότητα αυξάνεται όταν το μέσο μέγεθος κόκκων μειώνεται.



Σχήμα 5-14 Προφίλ σκληρότητας των δοκιμίων που παράχθηκαν με ταχύτητα πρόωσης 20mm/min, 40mm/min και 60mm/min

Αντίστοιχη μείωση του μεγέθους κόκκων και ταυτόχρονη αύξηση της σκληρότητας παρατηρήθηκε μετά την εφαρμογή του δεύτερου και τρίτου

περάσματος. Η αύξηση του αριθμού περασμάτων ομογενοποιεί την κατανομή των σωματιδίων στη μεταλλική μήτρα μειώνοντας το μέγεθος κόκκων. Η μέγιστη τιμή σκληρότητας στη συγκεκριμένη μελέτη επιτεύχθηκε στο δοκίμιο που παράχθηκε εφαρμόζοντας τρία περάσματα.



Σχήμα 5-15 Μικροδομή της ζώνης ανάδευσης των δοκιμίων που παράχθηκαν με την εφαρμογή (a) ενός, (b) δύο και (c) τριών περασμάτων



Σχήμα 5-16 Προφίλ σκληρότητας των δοκιμίων που παράχθηκαν με την εφαρμογή ενός, δύο και τριών περασμάτων

Οι Mazaheri et al. [54] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για να δημιουργήσουν ένα νανοσύνθετο επιφανειακό στρώμα εισάγοντας μίκρο και νανοσωματίδια Al₂O₃ σε κράμα αλουμινίου. Η σκόνη Al₂O₃ αναμίχθηκε σε σφαιρόμυλο επιτυγχάνοντας τη δημιουργία μιας σύνθετης σκόνης ΑΙ-5% κ.ο. Al₂O₃. Η σύνθετη σκόνη της οποίας η κοκκομετρία μετά από κοσκίνιση ήταν από 25μm έως 63μm αποτέθηκε σε υπόστρωμα κράματος αλουμινίου Α356-T6 με θερμικό ψεκασμό HVOF (high velocity oxy-fuel), έτσι ώστε να σχηματισθεί μία επικάλυψη πάχους 200μm. Οι επικαλυμμένες πλάκες υποβλήθησαν σε κατεργασία FSP με ταχύτητα περιστροφής 1600rpm, ταχύτητα πρόωσης 200mm/min και γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Το περιαυχένιο του εργαλείου είχε διάμετρο 18mm και αποτελείτο από έναν κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 3,6mm και μήκους 4mm. Μετά την εφαρμογή της FSP νανομεγέθους σωματίδια Al₂O₃ διανεμήθηκαν στη ζώνη ανάδευσης λόγω της εκδήλωσης έντονης ανάδευσης κατά τη διάρκεια της διαδικασίας. Το σύνθετο επιφανειακό στρώμα στο σχήμα εμφανίζεται πολύ καλά συνδεδεμένο με το υπόστρωμα του αλουμινίου και δεν παρουσιάζει ατέλειες.



Σχήμα 5-17 Εγκάρσια τομή νανοσύνθετης επιφάνειας A356/ Al₂O₃

Έχει αναφερθεί [55] ότι η FSP στο κράμα A356 προκαλεί μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης λόγω της διαλυτοποίησης των κατακρημνισμάτων που προκαλούν σκλήρυσνη. Η θερμότητα που παράγεται από την FSP αυξάνει τη θερμοκρασία στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη και στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη οδηγόντας σε ολική ή μερική διαλυτοποίηση των κατακρημνισμάτων σε κράματα που επιδέχονται θερμική κατεργασία. Όπως φαίνεται και στο προφίλ σκληρότητας που παρουσιάζεται στο σχήμα η σκληρότητα σε αυτές τις περιοχές μειώνεται. Ωστόσο, η

ενσωμάτωση σκόνης Al₂O₃ στο κράμα A356 και η αύξηση των διαταραχών που εισάγονται στη ζώνη ανάδευσης προκαλούν αύξηση της σκληρότητας. Επίσης, συμπεραίνεται ότι η σκληρότητα των επιφανειακών στρωμάτων αυξάνεται με τη μείωση μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης.



Σχήμα 5-18 Προφίλ σκληρότητας των δοκιμίων που παράχθηκαν με προσθήκη μικρο- και νανο- σκόνης Al₂O₃.

Οι Puviyarasan και Praveen [56] ενσωμάτωσαν σκόνη SiC ως σωματίδια ενίσχυσης σε κράμα αλουμινίου 6063-T4 μέσω της κατεργασίας FSP. Η σκόνη SiC είχε μέση διάμετρο 3μm και εισήχθη τοποθετώντας την σε ένα αυλάκι στο κέντρο του κάθε ελάσματος. Οι γεωμετρίες του αυλακίου που μελετήθηκαν ήταν πλάτους 1,2mm, 1,4mm, 1,8mm και βάθους 6mm. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία αποτελείτο από κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 6mm και περιαυχένιο διαμέτρου 18mm. Για την αποφυγή εκτίναξης σκόνης πραγματοποιήθηκε κλείσιμο των αυλακίων με εργαλείο χωρίς πείρο. Οι παράμετροι που ορίστηκαν ήταν η ταχύτητα περιστροφής η οποία παρέμεινε σταθερή στις 1000rpm ενώ η ταχύτητα πρόωσης μεταβάλλετο 30, 40 και 50mm/min.

Η ζώνη ανάδευσης των δοκιμίων που προέκυψαν από την FSP χαρακτηρίζεται από λεπτή και ισαξονική ανάπυξη κόκκων λόγω της δυναμικής ανακρυστάλλωσης. Η δαφορά στο μέγεθος κόκκων, η οποία παρατηρήθηκε μεταξύ των δοκιμίων, αποδόθηκε στη διαφορετική θερμότητα που παρέχεται στο υλικό όταν μεταβάλλεται η ταχύτητα πρόωσης. Έτσι με μείωση της ταχύτητας πρόωσης, αυξάνεται η εισροή θερμότητας προκαλώντας ανόπτηση και μεγαλύτερο μέγεθος κόκκων. Ταυτόχρονα το υλικό γίνεται πιο μαλακό και παρατηρείται καλύτερη διασπορά των σωματιδίων.



Σχήμα 5-19 Προφίλ σκληρότητας του κράματος 6063-Τ4 ενισχυμένου με σωματίδια SiC εφαρμόζοντας διαφορετική ταχύτητα πρόωσης

Με την προσθήκη των σωματιδίων το υλικό αύξησε τη σκληρότητα του από 40 σε 62 HV. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι με χαμηλότερη ταχύτητα πρόωσης οι τιμές σκληρότητας αυξάνουν.

Οι Deepak et al. [57] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για τη δημιουργία σύνθετης επιφάνειας αλουμινίου κράματος 5083 ενισχυμένου με σκόνη SiC. Η νανομεγέθης σκόνη, η οποία ενσωματώθηκε στο μεταλλικό υπόστρωμα ήταν της τάξης των 60-100nm. Το εργαλείο το οποίο χρησιμοποιήθηκε είχε περιαυχένιο διαμέτρου 12mm και πείρο διαμέτρου 4mm και μήκους 3,5mm. Η σκόνη τοποθετήθηκε με μορφή πάστας αναμεμιγμένη με κηροζίνη μέσα σε οπές οι οποίες διατρήθηκαν πάνω στο μέταλλο βάσης. Η κηροζίνη συμβάλλει στη συγκράτηση της σκόνης πάνω στο μέταλλο βάσης κατά την κατεργασία.

Οι παράμετροι που επιλέχθηκαν ήταν οι εξής: ταχύτητα πρόωσης 40mm/min και ταχύτητα περιστροφής 1200rpm.

Το αποτέλεσμα αυτής της κατεργασίας ήταν να αυξηθεί η σκληρότητα του υλικού από 49 HV σε 155 HV. Πιο αναλυτικά η μικροσκληρότητα του υλικού που προέκυψε παρουσιάζει μέγιστες τιμές εντός του πυρήνα συγκόλλησης και μειώνεται σημαντικά απομακρύνοντας από το κέντρο της ζώνης ανάδευσης.



Σχήμα 5-20 Προφίλ σκληρότητας κράματος 5083 ενισχυμένου με σκόνη SiC

Η Β. Αντωνακάκη [58] και ο Π. Διαμαντόπουλος [59] χρησιμοποιώντας την κατεργασία FSP μελέτησαν τη δημιουργία επιφανειακά σύνθετων υλικών, εισάγοντας αλούμινα κοκκομετρίας 30 nm και 50 nm σε μήτρα κράματος αλουμινίου 7075-T651. Η προσθήκη αλούμινας στο κράμα αλουμινίου πραγματοποιήθηκε ανοίγοντας αυλάκια διπλής γεωμετρίας, όπου ένα αυλάκι τύπου V πλάτους 2mm και βάθους 2mm δημιουργήθηκε στην υποχωρούσα πλευρά κι ένα αυλάκι ορθογωνικής γεωμετρίας στην προωθούσα πλευρά. Σε άλλη περίπτωση μελετήθηκε η προσθήκη σκόνης σε διπλά αυλάκια ορθογωνικής γεωμετρίας, όπου το αυλάκι της υποχωρούσα πλευράς είχε πλάτος 2mm και βάθος 2mm. Τα δύο ζέυγη αυλακίων αντιστοιχούσαν σε κλάσματα όγκου 11,5% και 13,8%. Για την κατεργασία FSP χρησιμοποίησαν εργαλείο με διάμετρο περιαυχενίου 22,9mm και πείρο τετραγωνικής

γεωμετρίας διαγωνίου 6mm και ύψους 3mm. Οι παράμετροι της κατεργασίας ήταν οι εξής: γωνία κλίσης εργαλείου 2°, ταχύτητα πρόωσης 30mm/min και ταχύτητα περιστροφής 1500mm/min. Η παραγωγή των σύνθετων υλικών έγινε με την εφαρμογή δύο διαδοχικών ομόρροπων περασμάτων FSP. Πριν την κατεργασία πραγματοποιήθηκε κλείσιμο των αυλακίων με εργαλείο που αποτελείτο από περιαυχένιο χωρίς πείρο.

Τα αποτελέσματα της κατεργασίας FSP έδειξαν ότι η προσθήκη 13,8% σκόνης Al₂O₃ 2μm, απέδωσε καλύτερη διασπορά (σχήμα 5.21) των σωματιδίων ενίσχυσης και μικρότερο μέγθος κόκκων (1,97μm) σε σχέση με το κλάσμα όγκου 11,5% (2,9μm). Επίσης, οι μετρήσεις σκληρότητας έδειξαν μία μικρή αύξηση (στα όρια του σφάλματος) με την παράλληλη αύξηση του κλάσματος όγκου.



Σχήμα 5-21 Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου (α)-(γ) της σύνθετης ζώνης ανάδευσης και (β)-(δ) της προωθούμενης πλευράς, του δοκιμίου που παράχθηκε με προσθήκη (α)-(β) 11,5% και (γ)-(δ) 13,8% σκόνης Al₂O₃ 2μm μέσω της FSP.

Και στις δύο περιτπωσεις των δοκιμίων που παράχθηκαν με διαφορετική κοκκομετρία σκόνης Al₂O₃ (2μm και 30 nm), η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε

μείωση στις τιμές σκληρότητας σε σχέση με την αρχική σκληρότητα του μετάλλου βάσης (σχήμα 5.22). Ωστόσο στη μεταξύ τους σύγκριση, το δοκίμιο με τη σκόνη μικρότερης κοκκομετρίας (30nm) εμφάνισε οριακά μεγαλύτερη σκληρότητα.



Σχήμα 5-22 Διάγραμμα κατανομής της μικροσκληρότητας των δοκιμίων που παρήχθησαν από τις βέλτιστες συνθήκες για FSP με προσθήκη κλάσματος όγκου 13,8% σκόνης Al2O3 2μm και 30nm.

Μετά την παραγωγή των σύνθετων υλικών με την κατεργασία FSP και την ανάλυση των αποτελεσμάτων ακολούθησε θερμική μετα-κατεργασία T6 (PPHT) στα βέλτιστα δοκίμια των δύο διαφορετικών κοκκομετριών σκόνης Al₂O₃. Στην περίπτωση του δοκιμίου που παράχθηκε με εισαγωγή σκόνης Al₂O₃ κοκκομετρίας 2μm, η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε μείωση στις τιμές σκληρότητας, όπως φαίνεται στο σχήμα 5.23α και αύξηση του μεγέθους κόκκων από 1,97μm σε 2,83 μm. Αντίστοιχα, στην περίπτωση του δοκιμίου που παράχθηκε με σκόνη Al₂O₃ κοκκομετρίας 30nm, η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε αύξηση του δοκιμίου που παράχθηκε με σκόνη Αl₂O₃ κοκκομετρίας 30nm, η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε αύξηση του δοκιμίου που παράχθηκε με σκόνη Al₂O₃ κοκκομετρίας 30nm, η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε αύξηση της σκληρότητας (σχήμα 5.23β) στα επίπεδα του μετάλλου βάσης και αύξηση της κοκκομετρίας από 1,25μm σε 2,19μm. Ωστόσο, αυτή η αύξηση δεν είναι αρκετά υψηλή ώστε ώστε να μπορεί να ερμηνευθεί τόσο από την επαναφορά της σκληρότητας του μητρικού υλικού της σύνθετης ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου στα επίπεδα του μετάλλου

βάσης, όσο και από τους μηχανισμούς ενίσχυσης που έχουμε επιβάλλει με την εκλέπτυνση των κόκκων και τη διασπορά σωματιδίων ενίσχυσης.



Σχήμα 5-23 Διαγράμματα κατανομής της μικροσκληρότητας των βέλτιστων δοκιμίων πριν και μετά την PPHT με σκόνη α) Al₂O₃ 2μm, β)Al₂O₃ 30nm.

Πειραματικό Μέρος

6 Πειραματική Διαδικασία

6.1 Παρασκευή σύνθετων υλικών

Η παραγωγή σύνθετων σύνθετων υλικών αποτελούμενα από μεταλλική μήτρα ενισχυμένη με κεραμικά σωματίδια πραγματοποιήθηκε με την κατεργασία δια τριβής με ανάδευση (Friction Stir Processing, FSP).

Τα πειράματα και ο χαρακτηρισμός των παραχθέντων υλικών διεξήχθησαν στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας της σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου.

Μηχανή FSP

Η μηχανή που χρησιμοποιήθηκε στη συγκεκριμένη πειραματική διαδικασία για την εκτέλεση των πειραμάτων FSP, ήταν μία κατάλληλα τροποποιημένη κάθετη φρέζα Universal Milling Machine (Cugir) FU-32 (σχήμα 6.1), με δυνατότητα ανάπτυξης ταχύτητας περιστροφής από 32rpm έως 1500 rpm και ταχύτητας πρόωσης από 19 mm/min έως 950 mm/min, καθώς και περιστροφής του κάθετου άξονα του εργαλείου έως 45° (δεξιά και αριστερά). Τα τεμάχια τοποθετούνται στην τράπεζα της μηχανής και συγκρατούνται ισχυρά από το σύστημα συγκράτησης που παρουσιάζεται στο σχήμα 6.1β. Στη συνέχεια, με ειδικούς μοχλούς μετακινείται η τράπεζα κατακόρυφα προς το εργαλείο συγκόλλησης, καθώς και δεξιά ή αριστερά από αυτό, ώστε να εισχωρήσει το εργαλείο στο τεμάχιο, στο κατάλληλο σημείο, και να ξεκινήσει η κατεργασία. Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



(α)



Σχήμα 6-1 (α) Διάταξη μηχανής FSP. (β)Τράπεζα της μηχανής FSP.

Μεθοδολογία Πειραματικού Μέρους

Αρχικά έγινε παραμετροποίηση σε κράμα αλουμινίου 5083-Η111 στο οποίο εξετάστηκε ο τρόπος εισαγωγής σωματιδίων ανοίγοντας αυλάκια διαφορετικής γεωμετρίας και τοποθετώντας σε αυτά τα σωματίδια ενίσχυσης. Η βέλτιστη γεωμετρία που προέκυψε από την παραμετροποίηση χρησιμοποιήθηκε στη συνέχεια για τη βελτιστοποίηση της παραγωγής σύνθετου υλικού μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο με εισαγωγή νανοσωματιδίων Al₂O₃. Η βελτιστοποίηση πραγματοποιήθηκε μεταβάλλοντας τις βασικές παραμέτρους (ταχύτητα πρόωσης και ταχύτητα περιστροφής) της διαδικασίας FSP με σκοπό την καλύτερη κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης στο παραγόμενο σύνθετο υλικό.

Υλικά

Για την παραμετροποίηση της παραγωγής σύνθετων υλικών μέσω της διαδικασίας FSP χρησιμοποιήθηκε κράμα αλουμινίου 5083-H111. Το κράμα ήταν σε μορφή ελάσματος με διαστάσεις 200x200x5 mm.

Όρια Χημικής Σύστασης											
Βάρος%	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Mg	ті	Zn	Άλλο Στοιχείο	Υπολειπόμενα Στοιχεία
5083 min	92.4	-	-	-	0.4	0.05	4.0	-	-	-	-
5083 max	95.6	0.4	0.4	0.1	1.0	0.25	4.9	0.15	0.25	0.05	0.15

Πίνακας 6-1 Όρια χημικής σύστασης του κράματος 5083

Με δεδομένο τον βέλτιστο τρόπο εισαγωγής των σωματιδίων ακολούθησε βελτιστοποίηση των παραμέτρων σε ανοπτημένο κράμα αλουμινίου 7075-Ο. Τα ελάσματα του κράματος 7075 ήταν εμπορικά διαθέσιμα σε κατάσταση T651 και ανοπτήθηκαν σε επαγωγικό φούρνο.

Η κατεργασία της ανόπτησης [60] περιλαμβάνει

- Παραμονή στους 425 °C για 2 ώρες
- ψύξη σε αέρα
- παραμονή στους 230 °C για 2 ώρες
- ψύξη σε αέρα

Πίνακας 6-2 Όρια Χημικής σύστασης κράματος 7075

Όρια Χημικής Σύστασης											
Βάρος%	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Άλλο Στοιχείο	Υπολειπόμενα Στοιχεία
7075 min	87.1			1.2	-	2.1	0.18	5.1	-		-
7075 max	91.4	0.40	0.50	2.0	0.30	2.9	0.28	6.1	0.20	0.05	0.15

Ως μέσο ενίσχυσης του σύνθετου επιφανειακού στρώματος χρησιμοποιήθηκαν σωματίδια αλούμινας (Al₂O₃) τα οποία παρουσιάζουν κατάλληλες ιδιότητες για τη δημιουργία σύνθετου υλικού μέσω της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση. Πιο συγκεκριμένα, χρησιμοποιήθηκε σκόνη αλούμινας της εταιρίας SIGMA-ALDRICH με κοκομετρία μικρότερη από 50 nm και καθαρότητας 99,5%. Η σκόνη όπως φαίνεται στο σχήμα 6.2 από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης λόγω της υγροσκοπικότητας σχηματίζει συσσωματώματα.



Σχήμα 6-2 Εικόνα SEM της νανοσκόνης αλούμινας που χρησιμοποιήθηκε

Η μέθοδος που χρησιμοποιήθηκε για την εισαγωγή των σωματιδίων ήταν αυτή της διάνοιξης αυλακίων παράλληλα με τις γραμμές έλασης των τεμαχίων και τα οποία στη συνέχεια πληρούνται με νανοσκόνη αλούμινας 30 nm με σκοπό τη διαπορά της στη ζώνη ανάδευσης κατά την κατεργασία δια τριβής με ανάδευση. Η διάνοιξη των αυλακίων πραγματοποιήθηκε με τη χρήση κάθετης φρέζας Ver-Mac JTM-4VS.

Το ποσοστό της φάσης ενίσχυσης που τοποθετείται στα αυλάκια και στην συνέχεια διασπείρεται στη ζώνη ανάδευση 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 (Vf).

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

Όπου Agrooves το εμβαδόν των αυλακίων, A_{SZ} το εμβαδόν της ζώνης ανάδευσης και L το μήκος των αυλακίων που επεκτείνονται στο τεμάχιο. Το

μήκος L είναι μία κοινή διάσταση για τα αυλάκια και τη ζώνη ανάδευσης κατά συνέπεια απαλείφεται από την εξίσωση.

Επομένως το κλάσμα όγκου των σωματιδίων απλοποιείται σύμφωνα με την παρακάτω εξίσωση:

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

Στον πίνακα 6.3 παρουσιάζονται οι διαφορετικές γεωμετρίες των αυλακίων και τα αντίστοιχα κλάσματα όγκου που μελετήθηκαν στο κράμα αλουμινίου 5083-H111. Στους πίνακες 6.4 και 6.5 παρουσιάζονται οι παράμετροι παραμετροποίησης του κράματος AA5083-H111 και οι παράμετροι βελτιστοποίησης του κράματος AA7075-O, αντιστοίχως.

- /	προω	θούμενη π	λευρά	υποχ	ωρούσα πλ	Απόσταση μεταξύ	Συνολικό	
Ι εωμετρια αυλακίων	βάθος (mm)	πλάτος (mm)	κλάσμα όγκου Vfadv	βάθος (mm)	πλάτος (mm)	κλάσμα όγκου V _{fret}	των άκρων (mm)	κλάσμα όγκου Vf
1	2	1,1	5,1%	2	1,1	5,1%	6	10,1%
2	1,1	2	5,1%	1,1	2	5,1%	6	10,1%
3	2	1,1	5,1%	1,1	2	5,1%	5,5	10,1%
4	1,1	2	5,1%	2	1,1	5,1%	5,5	10,1%
5	2	1,1	5,1%	2	1,1	5,1%	3,5	10,1%
6	2	1,1	5,1%	2	1,1	5,1%	4	10,1%
7	2	1,1	5,1%	2	1,1	5,1%	4,5	10,1%
8	1,1	2	5,1%	2	1,1	5,1%	5	10,1%
9	1,1	2	5,1%	2	1,1	5,1%	4,5	10,1%

Πίνακας θ	6-3 Г	εωμετρίες	αυλακίων	που	μελετήθηκαν
-----------	-------	-----------	----------	-----	-------------

δοκίμιο	ταχύτητα πρόωσης mm/min	ταχύτητα περιστροφής rpm	βάθος διείσδυσης mm	γωνία κλίσης	περάσματα	γεωμετρία αυλακίων
A1	30	1500	2,55	2	2	1
A2	30	1500	2,55	2	2	2
A3	30	1500	2,55	2	2	3
A4	30	1500	2,55	2	2	4
A5	30	1500	2,55	2	2	5
A6	30	1500	2,55	2	2	6
A7	30	1500	2,55	2	2	7
A8	30	1500	2,55	2	2	8
A9	30	1500	2,55	2	2	9

Πίνακας 6-4 Παράμετροι παραμετροποίησης κράματος αλουμινίου 5083-Η111

Πίνακας 6-5 Παράμετροι βελτιστοποίησης στο κράμα αλουμινίου 7075-Ο.

δοκίμιο	ταχύτητα πρόωσης mm/min	ταχύτητα περιστροφής rpm	βάθος διείσδυσης mm	γωνία κλίσης	περάσματα	γεωμετρία αυλακίων
B1	60	1500	2,60	2	2	8
B2	30	1500	2,60	2	2	8
B3	19	1500	2,60	2	2	8
B4	19	1180	2,60	2	2	8
B5	19	950	2,60	2	2	8
B6	19	450	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
B7	60	450	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
B8	38	600	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
В9	60	600	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
B10	85	600	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
B11	60	750	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
B12	85	750	2,60	2	2	χωρίς αυλάκια
B13	38	600	2,60	2	2	8
B14	60	600	2,60	2	2	8
B15	85	600	2,60	2	2	8
B16	60	750	2,60	2	2	8
B17	85	750	2,60	2	2	8

Γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου είναι ένας πολύ σημαντικός παράγοντας για τον έλεγχο της ροής του υλικού και την ομοιογένεια της κατανομής του υλικού ενίσχυσης. Το εργαλείο που επιλέχθηκε για όλα τα πειράματα αποτελείτο από επίπεδο περιαυχένιο διαμέτρου 22,9 mm και κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 6 mm και μήκους 3 mm.

Κατά την περιστροφή του εργαλείου ο κυλινδρικός πείρος με το σπείρωμα δέχεται περιμετρικά ομοιόμορφες τάσεις με αποτέλεσμα να ελαχιστοποιείται η παραμόρφωσή του όταν εφαρμόζεται σε πολλαπλά πειράματα. Η διατήρηση της γεωμετρίας του πείρου αποτελεί συγκριτικό πεονέκτημα για βιομηχανική χρήση σε σχέση με εργαλεία διαφορετικής γεωμετρίας. Επίσης το σπείρωμα κατά την περιστροφή του εργαλείου δημιουργεί μία κίνηση που ωθεί το υλικό προς το κάτω μέρος του πείρου με αποτέλεσμα να βελτιώνεται η ροή του υλικού. Το εργαλείο κατασκευάστηκε από θερμικά κατεργασμένο χάλυβα SVERKER 21 με σκληρότητα 61 HRC.



Σχήμα 6-3 Εργαλείο με κυλινδρικό πείρο και σπείρωμα



Σχήμα 6-4 Εικόνα του περιαυχενίου και του του κυλινδρικού πείρου με σπείρωμα.

Γωνία κλίσης του εργαλείου

Η γωνία κλίσης του εργαλείου καθορίζει τη γωνία κλίσης μεταξύ του άξονα του εργαλείου και του κατεργαζόμενου τεμαχίου. Η κατάλληλη επιλογή κλίσης διασφαλίζει ότι το περιαυχένιο μεταφέρει το υλικό πιο αποδοτικά από το εμπρός στο πίσω μέρος του πείρου και βελτιώνει την ποιότητα της επιφάνειας. Συνήθως η κλίση του εργαλείου δεν υπερβαίνει τις 5°.

Η κλίση 2° κρίθηκε ικανοποιητική για την εφαρμογή της στην πειραματική διαδικασία κατόπιν δοκιμής σε ελάσματα κραμάτων αλουμινίου 7075-Ο και 5083-Η111.

Πολλαπλά περάσματα

Η εφαρμογή πολλαπλών περασμάτων αποσκοπεί στη βελτίωση διαφόρων χαρακτηριστικών της FSP, όπως η δημιουργία μίας μεγαλύτερης σύνθετης ζώνης και η ομοιόμορφη λεπτομερή διασπορά των κεραμικών σωματιδίων [61].

Ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου

Καθώς αυξάνεται η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου, η πλαστική παραμόρφωση του υλικού γίνεται εντονότερη και παράλληλα αυξάνεται η παροχή θερμότητας επιτρέποντας την καλύτερη ανάμιξη του υλικού. Με αυτόν τον τρόπο επιτυγχάνεται ομοιόμορφη κοκκομετρία (ισαξονικοί κόκκοι), εκλέπτυνση των κόκκων του μητρικού υλικού, καλύτερη ομοιογένεια και δημιουργία κατακρημνισμάτων [62].
Επίσης η αύξηση της ταχύτητας περιστροφής τείνει να αυξήσει το πλάτος και το ύψος της ζώνης ανάδευσης (nugget) [63].

Ταχύτητα πρόωσης

Η ταχύτητα πρόωσης επηρεάζει κυρίως το ιξώδες του υλικού και τον χρόνο έκθεσης του σε θερμότητα λόγω τριβής. Οι χαμηλές ταχύτητες καταλήγουν σε μεγαλύτερη χρονική έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες που μπορεί να μην είναι επιθυμητές προκαλώντας ελαττώματα, ανάπτυξη κόκκων και συσσωματώματα. Η επιλογή της ταχύτητας πρόωσης εξαρτάται κυρίως από την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου με σκοπό να αποδοθεί η απαιτούμενη θερμότητα στο υλικό.

6.2 Προετοιμασία και εξέταση δοκιμίων

Κοπή

Ύστερα από την παραγωγή του σύνθετου υλικού πραγματοποιήθηκε κοπή του ελάσματος με τη χρήση δισκοτόμου του οίκου Struers τύπου Discotom 50. Τα δοκίμια κόπηκαν σε κατάλληλη γεωμετρία και με εγκάρσια τομή ως προς τη ραφή, ώστε να παρατηρηθεί η μικροδομή του υλικού που υπέστει κατεργασία.

Λείανση

Η λείανση και η στίλβωση είναι απαραίτητες διεργασίες, οι οποίες προηγούνται της χημικής προσβολής για να αποκαλυφθεί η μικροδομή και να παρατηρηθεί στο μικροσκόπιο. Κατά το στάδιο της λείανσης μειώνεται η τραχύτητα της επιφάνειας και εξαφανίζονται οι υπάρχουσες ανωμαλίες από την τομή της ραφής. Η λείανση των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε με τη χρήση περιστροφικού δίσκου πάνω στον οποίο τοποθετήθηκαν διαδοχικά λειαντικά χαρτιά αποτελούμενα από καρβίδια του πυριτίου κοκκομετρίας 500, 1200, 2000, 2400 και 4000 grit. Η περιστροφική ταχύτητα του συγκεκριμένου δίσκου έχει εύρος επιλογής από 50 έως 500 rpm ενώ η ταυτόχρονη παροχή νερού απομακρύνει πιθανά σωματίδια, τα οποία χαράσουν την επιφάνεια και αποτρέπει την ανάπτυξη θερμοκρασίας, η οποία μπορεί να επηρεάσει αρνητικά τη μικροδομή.

Στίλβωση

Με τη διαδικασία της στίλβωσης η επιφάνεια της τομής του δοκιμίου βελτιστοποιείται καθώς μικρές γραμμές, οι οποίες συνεχίζουν να υπάρχουν μετά την ολοκλήρωση της λείανσης εξαφανίζονται. Το αποτέλεσμα αυτής της διαδικασίας είναι μία λαμπερή και στιλπνή επιφάνεια, η οποία αντανακλά κάθετα όλες τις ακτίνες που προσπίπτουν πάνω της.

Η στίλβωση πραγματοποιήθηκε σε περιστρεφόμενο δίσκο στον οποίο τοποθετήθηκε ειδικό βελούδο DPNA και με τη χρήση πάστας αλούμινας 1μm και 0.1μm διαδοχικά. Μετά τη στίλβωση το δοκίμιο ξεπλένεται με νερό και διάλυμα αιθανόλης από το οποίο στεγνώνεται.

Χημική Προσβολή

Κατά τη διαδικασία της χημικής προσβολής, η επιφάνεια του δοκιμίου διαβρώνεται τοπικά με αποτέλεσμα την αποκαλυψη της μικροδομής και την εμφάνιση των ορίων των κόκκων του μετάλλου τα οποία προσβάλλονται σε μεγαλύτερο βαθμό από το υπόλοιπο μητρικό υλικό.

Κατά το στάδιο της χημικής προσβολής χρησιμοποιήθηκε και για τα δύο κράματα (5083-H111 και 7075-Ο) το διάλυμα "modified Poulton's reagent" στο οποίο πραγματοποιήθηκε εμβάτπιση για 5-8 δευτερόλεπτα Η σύσταση του συγκεκριμένου διαλύματος εμφανίζεται παρακάτω:

- 20ml Διάλυμα Poulton
- 10ml HNO3
- Διάλυμα 4,8 g Cr2O3 σε 16ml H2O

<u>Διάλυμα Poulton</u>

- 12ml HCl
- 1ml HF
- 6ml HNO3
- 1ml H2O

Τα δοκίμια του κράματος 7075 σε κατάσταση Τ6 εμβαπτίστηκαν για 15 δευτερόλεπτα σε διάλυμα Keller's με σύσταση 2 ml HF, 3 ml HCl, 20 ml HNO3 και 175 ml απιονισμένου H₂O [64].

Οπτική Στερεοσκοπία

Η οπτική στερεοσκοπία επιτρέπει τη μακροσκοπική εξέταση του δοκιμίου ως προς τη μορφολογία και το ανάγλυφο της επιφάνειας. Για την παρατήρηση των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε το οπτικό στερεοσκόπιο (Leica MZ6) του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας. Το συγκεκριμένο στερεοσκόπιο διαθέτει 5 διαφορετικές και ακριβείς μεγεθύνσεις ενώ ταυτόχρονα παρέχει τη δυνατότητα εστίασης (zoom) 6:1.



Σχήμα 6-5 Το οπτικό στερεοσκόπιο Leica MZ6

Οπτική Μικροσκοπία

Το οπτικό σύστημα που χρησιμοποιήθηκε για την οπτική παρατήρηση των δοκιμίων υπό μεγέθυνση με τη βοήθεια φωτός, ήταν το οπτικό μικροσκόπιο DMILM του οίκου Leica. Το μικροσκόπιο απότελείται από τέσσερα βασικά στοιχεία: μία πηγή φωτός, ένα συγκεντρωτικό φακό, έναν αντικειμενικό φακό και έναν προσοφθάλμιο φακό. Το αντικείμενο τοποθετείται πολύ κοντά στον αντικειμενικό φακό, ο οποίος απεικονίζει ένα πραγματικό είδωλό του. Το είδωλο μεγενθύνεται από τον προσοφθάλμιο φακό ο οποίος σχηματίζει ένα φανταστικό είδωλο σε μία απόσταση από το μάτι που βρίσκεται ανάμεσα στην ελάχιστη και μέγιστη απόσταση ευκρινούς όρασης [65]. Η παρατήρηση στο συγκεκριμένο μικροσκόπιο γίνεται μέσω ανακλώμενου φωτός. Οι ακτίνες ορατού φωτός προσπίπτουν στην προς εξέταση επιφάνεια του δοκιμίου και στη συνέχεια ανακλώνται ανάλογα με το ανάγλυφο της επιφάνειας που έχει προκύψει από τη χημική προσβολή.

Για τη λήψη και ανάλυση των εικόνων από το στερεοσκόπιο και το μικροσκόπιο χρησμοποιήθηκε το πρόγραμμα LEICA Application Suite.

Ηλεκτρονική Μικροσκοπία

Η μορφολογία του μέσου ενίσχυσης (αλούμινα) παρατηρήθηκε με ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης JSM-6390 του οίκου JEOL.

Κατά την ηλεκτρονική μικροσκοπία τα ηλεκτρόνια μίας μικρής διαμέτρου δέσμης προσπίπτουν στην επιφάνεια του δοκιμίου, διεγείρουν μία μικρή μάζα γύρω από το σημείο της σύγκρουσης και προκαλούν τη δευτερογενή εκπομπή ηλεκτρονίων χαμηλής ενέργειας (δευτερογενή ηλεκτρόνια secondary electrons). Η ένταση (δηλ. ο αριθμός ανά μονάδα χρόνου) των δευτερογενών ηλεκτρονίων που εκπέμπονται σχετίζεται κυρίως με την κλίση της επιφάνειας του δοκιμίου ως προς τον άξονα της προσπίπτουσας δέσμης. Τα ηλεκτρόνια αυτά συλλέγονται από ανιχνευτή (detector) και η παραγόμενη τάση ενισχύεται και διοχετεύεται στον καθοδικό σωλήνα. Η ένταση μεταβάλλεται ηλεκτρονικά ανάλογα με την ένταση της δέσμης των δευτερογενών ηλεκτρονίων. Έτσι, επάνω στην φθορίζουσα οθόνη σχηματίζεται ανάγλυφη η εικόνα της επιφάνειας που σαρώνεται στο δοκίμιο.

Τα κύρια μέρη ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης είναι:

- Η στήλη (ή κολόνα) του μικροσκοπίου (electron column)
- Ο θάλαμος του δοκιμίου (specimen chamber)
- Το σύστημα διουργίας κενού (vacuum pumping system)
- Το ηλεκτρονικό σύστημα ελέγχου (electronic control)
- Το σύστημα εικόνας (imaging system)

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



Σχήμα6-6 Διάγραμμα λειτουργίας μικροσκοπίου

Δευτερογενή ηλεκτρόνια

Όταν ένα δείγμα βομβαρδίζεται με ηλεκτρόνια, μέρος αυτών των ηλεκτρονίων συγκρούεται πραγματικά και μετατοπίζει τα ηλεκτρόνια από τις τροχιές (στιβάδες) που καταλαμβάνουν γύρω από τους πυρήνες των ατόμων που αποτελούν το δείγμα. Αυτή η ανελαστική σκέδαση των ηλεκτρονίων έχει ως αποτέλεσμα την παραγωγή δευτερογενών ηλεκτρονίων στα οποία οφείλεται η ισχυρότερη περιοχή του ενεργειακού φάσματος ηλεκτρονίων.

Η παραγωγή των δευτερογενών ηλεκτρονίων σχετίζεται πολύ με την τοπογραφία του δείγματος. Λόγω της χαμηλής ενέργειάς τους (5eV) μόνο τα δευτερογενή ηλεκτρόνια που βρίσκονται πολύ κοντά στην επιφάνεια του δείγματος (<10 nm) μπορούν να εξέλθουν του δείγματος και να εξεταστούν. Οποιαδήποτε αλλαγή στην τοπογραφία του δείγματος που είναι μεγαλύτερη από το βάθος διείσδυσης θα αλλάξει την παραγωγή των δευτερογενών ηλεκτρονίων λόγω της διαφορετικής απόδοσης στη συλλογή ηλεκτρονίων. Η συλλογή αυτών των ηλεκτρονίων πραγματοποιείται με τη χρήση ενός «συλλέκτη» συνδεδεμένου με τον ανιχνευτή δευτερογενών ηλεκτρονίων.

Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια αποτελούνται από υψηλής ενέργειας ηλεκτρόνια που προέρχονται από τη δέσμη ηλεκτρονίων, τα οποία ανακλώνται ή οπισθοσκεδάζονται από την αλληλεπίδραση με τον όγκο του δείγματος. Η παραγωγή οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων ποικίλλει άμεσα με τον ατομικό αριθμό του δείγματος. Αυτή η διαφορετική παραγωγή είναι η αιτία που τα στοιχεία υψηλότερου ατομικού αριθμού εμφανίζονται φωτεινότερα σε σχέση με τα στοιχεία χαμηλότερου ατομικού αριθμού. Αυτή η αλληλεπίδραση χρησιμοποιείται για να διαφοροποιήσει μέρη του δείγματος που έχουν διαφορετικό μέσο ατομικό αριθμό.

Σκληρότητα

Τα θερμικά και μηχανικά φορτία κατά τη διάρκεια μιας κατεργασίας επιφέρουν αλλαγές στις ιδιότητες του υλικού πολύ κοντά στην επιφάνεια, μία από τις σπουδαιότερες των οποίων είναι η σκληρότητα.

Ως σκληρότητα [66] ενός υλικού ορίζεται η αντίσταση που προβάλλει το υλικό αυτό, στην κάθετη διείσδυση ενός άλλου σώματος μεγαλύτερης σκληρότητας από αυτήν του εξεταζόμενου υλικού. Η σκληρότητα είναι τόσο μεγαλύτερη όσο μικρότερη είναι η διείσδυση του σκληρού υλικού αναφοράς και συνδέεται άμεσα με άλλες μηχανικές ιδιότητες του υλικού.

Μία από τις μεθόδους μέτρησης της σκληρότητας είναι η μέτρηση κατά Vickers. Στη μέθοδο αυτή εφαρμόζεται μία μικρή σταθερή δύναμη σε μία αδαμάντινη πυραμίδα, τετραγωνικής βάσης, της οποίας η γωνία κορυφής είναι 136° (είναι η γωνία που σχηματίζουν οι εφαπτόμενες στη σφαίρα Brinell όταν d/D=0,375 (σχήμα 6.7)). Το πηλίκο της δύναμης που χρησιμοποιήθηκε προς την επιφάνεια του αποτυπώματος που προκλήθηκε, μας δίνει το μέτρο της σκληρότητας.

Η σκληρότητα Vickers, για την κλίμακα από 5 έως 1000 Vickers δίνεται σε kg/mm² και υπολογίζεται από την σχέση:

HV
$$\eta VPN = \frac{F}{d^2} 2\eta \mu \frac{136^\circ}{2} = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

όπου *F* η εφαρμοζόμενη δύναμη (5-120kg) για 15 sec και d η μέση τιμή των δύο διαγωνίων του αποτυπώματος.





Οι τιμές Brinell (BHN) και Vickers (VPN) συμπίπτουν, σχεδόν, μέχρι περίπου την τιμή 400. Για τιμές σκληρότητας υψηλότερες των 400, η μέθοδος Vickers είναι ακριβέστερη.

Έλεγχος μικροσκληρότητας

Η μέτρηση της σκληρότητας των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε με μικροσκληρόμετρο Wolpert Wilson Instruments Model 402MVD με τη μέθοδο Vickers. Η μικροσκληρότητα των δοκιμίων μετρήθηκε με εφαρμογή φορτίου της τάξης των 300 g, το οποίο εφαρμόστηκε για 15 sec. Η κάθε σκληρομέτρηση πραγματοποιήθκε σε απόσταση τουλάχιστον x=300 μm από την προηγούμενη ικανοποιώντας την εμπειρική σχέση x≥2,5d όπου d η διάμετρος του αποτυπώματος έτσι ώστε η μέτρηση να μην επηρεάζεται από την προϋπάρχουσα πλαστική παραμόρφωση των γειτονικών περιοχών.

Η μικροσκληρομέτρηση επιτρέπει τη μελέτη της σκληρότητας σε μια πολύ μικρή περιοχή του υλικού. Επιτρέπει, για παράδειγμα, τον προσδιορισμό της σκληρότητας ενός κόκκου, διαμέτρου μερικών δεκάδων μικρομέτρων ή μιας πολύ μικρής επιφάνειας. Τα μετρούμενα δοκίμια θα πρέπει να έχουν εξαιρετικά λείες επιφάνειες και για τον σκοπό αυτό, υποβάλλονται σε κατάλληλη μεταλλογραφική προετοιμασία (λείανση και στίλβωση).

Ο προσδιορισμός της περιοχής μικροσκληρομέτρησης, καθώς επίσης και η μέτρηση των διαγωνίων του αποτυπώματος, γίνεται με τη βοήθεια οπτικού μικροσκοπίου (σχήμα 6.8).



Σχήμα 6-8 Αποτύπωμα από μικροσκληρομέτρηση κατά Vickers σε επιφάνεια δοκιμίου χυτοσιδήρου με σφαιροειδή γραφίτη, φερριτοπερλιτικής δομής

7 Διερεύνηση εισαγωγής σωματιδίων ενίσχυσης

7.1 Εισαγωγή Σωματιδίων Ενίσχυσης

Η βέλτιστη γεωμετρία των αυλακίων μελετήθηκε στο κράμα AA5083-H111 ως προς το βάθος τους, το πλάτος και τη μεταξύ τους απόσταση. Σε κάθε πείραμα τοποθετήθηκαν δύο παράλληλα αυλάκια, έτσι ώστε το ένα να παρέχει υλικό από την προωθούμενη πλευρά και το άλλο από την υποχωρούσα. Στα παρακάτω σχήματα απεικονίζεται η γεωμετρία των αυλακίων του κάθε δοκιμίου που αναφέρονται κατά αντιστοιχία στους πίνακες 6.3 και 6.4.

Κατόπιν δοκιμών σε ελάσματα χωρίς αυλάκια επιλέχθηκαν οι κατάλληλες συνθήκες, οι οποίες εφαρμόστηκαν στα πειράματα για την εύρεση της βέλτιστης γεωμετρίας των αυλακίων. Η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου που επιλέχθηκε ήταν 1500 rpm, με κλίση 2° και ταχύτητα πρόωσης 30 mm/min. Επίσης, κατά τη διάρκεια των πειραμάτων πραγματοποιήθηκαν δύο περάσματα με τις ίδιες συνθήκες προκειμένου να επιτευχθεί μία καλύτερη κατανομή της σκόνης.

Προκειμένου να περιοριστούν οι απώλειες της σκόνης κατά την περιστροφή του εργαλείου, πραγματοποιηθηκε κλείσιμο των αυλακίων εφαρμόζοντας τις ίδιες συνθήκες και χρησιμοποιώντας ένα εργαλείο το οποίο αποτελείτο από περιαυχένιο διαμέτρου 22,9 χωρίς πείρο.



(α)



(β)

Σχήμα 7-1 (α)Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α1 (β) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α2.







(β)

Σχήμα 7-2 (α)Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α3. (β) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α4.



(α)



(β)



(γ)

Σχήμα 7-3 (α) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α5 (β) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας του δοκιμίου Α6 (γ) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α7. Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



(α)



(β)

Σχήμα 7-4 (α) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α8. (β) Σχηματική απεικόνιση της γεωμετρίας των αυλακίων του δοκιμίου Α9.

7.2 Αποτελέσματα Πειραματικής Διαδικασίας το κράματος 5083-Η111

Με τη χρήση οπτικού στερεοσκοπίου μελετήθηκε η μορφολογία των δοκιμίων για την εύρεση της βέλτιστης γεωμετρίας των αυλακίων. Τα δοκίμια μελετώνται ως προς την ύπαρξη ατελειών, την κατανομή και τη διασπορά της νανοσκόνης αλούμινας.

Στο σχήμα 7.5 παρουσιάζονται τα δοκίμια που παράχθηκαν με την τοποθέτηση δύο βαθιών αυλακίων (A1) και δύο πλατιών αυλακίων (A2) των οποίων τα άκρα εφάπτονται στα άκρα του πείρου. Στην περίπτωση του δοκιμίου A1 (σχήμα 7.5α) η σκόνη κατανέμεται ομοιογενώς στο μεγαλύτερο μέρος της ζώνης ανάδευσης γεγονός που αποδεικνύεται από την εκλεπτυνση των κόκκων και τη χρωματική αντίθεση των εικόνων, καθώς η ζώνη ανάδευσης είναι εμφανώς πιο σκουρόχρωμη σε όλη την έκτασή της σε σχέση με το μέταλλο βάσης. Στη ζώνη ανάδευσης παρατηρείται επίσης μικρότερη κοκκομετρία, η οποία οφείλεται στη δυναμική ανακρυστάλλωση και την παρουσία σωματιδίων ενίσχυσης τα οποία εμποδίζουν την ανάπτυξη των κόκκων.

Αντιθέτως, η μεγαλύτερη κοκκομετρία που εμφανίζεται στην υποχωρούσα πλευρά κοντά στην επιφάνεια επαφής των δοκιμίων με το περιαυχένιο, οφείλεται στην απουσία σκόνης και την παρουσία συσσωματωμάτων. Σε αυτή τη θέση η ροή του υλικού ακολουθεί την κίνηση του περιαυχενίου εισάγωντας υλικό από το μέταλλο βάσης στη ζώνη ανάδευσης με φορά από την υποχωρούσα πλευρά προς την προωθούμενη. Χαρακτηριστικός της κίνησης του περιαυχενίου είναι και ο επιμήκης σχηματισμός των συσσωματωμάτων εξαιτίας των διατμητικών τάσεων που δέχεται το υλικό από το περιαυχένιο. Κοντά στη διεπιφάνεια του περιαυχενίου με το έλασμα, η κοκκομετρία είναι εξαιρετικά μικρή λόγω της πλαστικής παραμόρφωσης.

Στην υποχωρούσα πλευρά του δοκιμίου Α1 μία μικρή ποσότητα συσσωματωμάτων παρουσιάζεται επίσης στο κάτω μέρος της ζώνης ανάδευσης (σχήμα 7.5α). Η αυξημένη παρουσία συσσωματωμάτων στην υποχωρούσα πλευρά (retreating side ή R.S.) μπορεί να αποδοθεί στη μειωμένη διασπορά του υλικού, το οποίο έχει αρχικά τοποθετηθεί στο βαθύ αυλάκι της ίδιας πλευράς. Απομακρυνόμενοι από την επιφάνεια επαφής του

δοκιμίου με το περιαυχένιο, η επίδραση του πείρου στη μεταφορά υλικού είναι μεγαλύτερη στην προωθούμενη πλευρά σε σχέση με την υποχωρούσα πλευρά [67].

Αντίστοιχα στην περίπτωση του δοκιμίου A2 με δύο πλατιά αυλακία (σχήμα 7.5β) παρουσιάζεται ομοιόμορφη διασπορά της σκόνης, καθώς η ζώνη ανάεδευσης εμφανίζει διαφορετική κοκκομετρία σε σχέση με το μέταλλο βάσης και ίδια χρωματική αντίθεση σε μεγάλο μέρος της. Ωστόσο και σε αυτήν την περίπτωση εμφανίζονται συσσωματώματα κοντά στην επαφή του δοκιμίου με το περιαυχένιο.



Σχήμα 7-5 (α) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α1. (β) Εικόνα στερεοσκοπίου δοκιμίου Α2.

Στο σχήμα 7.6α φαίνεται το δοκίμιο Α3 που παράχθηκε με την τοποθέτηση ενός βαθιού αυλακίου στην προωθούμενη πλευρά (A.S.) και ενός πλατιού αυλακίου ίσου όγκου στην υποχωρούσα πλευρά (R.S.) (σχήμα 7.2α). Η διασπορά της σκόνης στην ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου Α3 (σχήμα 7.6α) παρουσιάζεται ικανοποιητική καθώς δεν εμφανίζονται συσσωματώματα. Ωστόσο η μεγάλη κοκκομετρία κοντά στην επιφάνεια του δοκιμίου υποδηλώνει πιθανότατα την απουσία σκόνης ανάδευσης στην υποχωρούσα πλευρά πλειρά.

Στο σχήμα 7.6β παρουσιάζεται το δοκίμιο Α4 που παράχθηκε με την τοποθέτηση ενός πλατιού αυλακίου στην προωθούμενη πλευρά και ενός βαθιού αυλακίου ίσου όγκου στην υποχωρούσα πλευρά. Και σε αυτή την

περίπτωση το υλικό εμφανίζει διαφορετική κοκκομετρία κοντά στην επιφάνεια του δοκιμίου ενώ παράλληλα στην ίδια περιοχή εντοπίζονται μικρά συσσωματώματα. Στην υπόλοιπη ζώνη ανάδευσης το υλικό δεν παρουσιάζει κάποια ατέλεια ή συσωμάτωμα.



Σχήμα 7-6 (α) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α3. (β) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α4.

Στις εικόνες του σχήματος 7.7 εμφανίζονται τα αποτελέσματα των δοκιμίων που προέκυψαν με την τοποθέτηση των άκρων των αυλακίων σε διαφορετικές αποστάσεις. Στο σχήμα 7.7α όπου τα άκρα των αυλακίων τοποθετήθηκαν σε απόσταση 3,5 mm (σχήμα 7.3α) εμφανίζονται έντονα συσσωματώματα της σκόνης στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης και κοντά στην επιφάνεια με συνέπεια να εμφανίζεται μικρή διασπορά της σκόνης στην υπόλοιπη ζώνη ανάδευσης. Στο σχήμα 7.7β παρουσιάζεται το δοκίμιο Α6 όπου η αποσταση των αυλακίων αυξάνεται (σχήμα 7.3β), η νανοσκόνη συσσωματώνεται πολύ κοντά στην επιφάνεια του δοκιμίου και στην προωθούμενη πλευρά (advancing side ή A.S.) κατανέμεται κυρίως υπό μορφή συσσωματωμάτων. Η περαιτέρω αύξηση της απόστασης μεταξύ των αυλακίων και η τοποθετήση σκόνης εγγύτερα στα άκρα του πείρου όπως στην περίπτωση του δοκιμίου Α7 (σχήμα 7.3γ) καταλήγει σε μία αρκετά βελτιωμένη κατανομή σκόνης και σε μία πιο ομοιόμορφη ζώνη ανάδευσης στην οποία τα συσσωματώματα εντοπίζονται λιγότερο έντονα κυρίως στην υποχωρούσα πλευρά.



Σχήμα 7-7 (α) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α5. (β) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α6. (γ) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α7.

Η ύπαρξη συσσωματωμάτων στην υποχωρούσα πλευρά του σχήματος 7.7γ μπορεί να αποδοθεί στην αρχική τοποθέτηση νανοσκόνης αλούμινας σε βάθος μεγαλύτερο από 1mm στην ίδια πλευρά. Αυτή η υπόθεση φαίνεται να ενισχύεται κι από το δοκίμιο του σχήματος 7.6α στο οποίο το βάθος του αυλακίου στην υποχωρούσα πλευρά δεν υπερβαίνει το 1 mm όπου μετά την κατεργασία FSP δεν παρουσιάζονται συσσωματώματα στην αντίστοιχη περιοχή.

Συγκρίνοντας και συνδυάζοντας τα προαναφερθέντα αποτελέσματα συμπεραίνεται ότι ο καταλληλότερος συνδυασμός γεωμετρίας στην προωθούμενη και στην υποχωρούσα πλευρά είναι αυτός που προκύπτει από ένα βαθύ αυλάκι στην προωθούμενη πλευρά και ένα πλατύ αυλάκι ίσου όγκου στην υποχωρούσα πλευρά. Ο συγκεκριμένος συνδυασμός αυλακίων καταλήγει σε ικανοποιητική κατανομή της σκόνης, χωρίς να παρουσιάζονται ατέλειες ή συσσωματώματα στην ζώνη ανάδευσης του υλικού, όπως φαίνεται στο σχήμα 7.6α. Επίσης, από τις μικρογραφίες των δοκιμίων Α5, Α6 και Α7 (σχήμα 7.7) προκύπτει ότι η σκόνη εμφανίζει καλύτερη διασπορά όταν τοποθετείται κοντά στα άκρα του πείρου και εντός αυτών. Έχονας αυτά τα δεδομένα υπόψιν στο επόμενο βήμα μελετήθηκε η βέλτιστη απόσταση μεταξύ των αυλακίων για τον καταλληλότερο συνδυασμό γεωμετρίας.

Στα δοκίμια του σχήματος 7.8, ένα βαθύ αυλάκι διαστάσεων 1mmx2mm δημιουργήθηκε στην προωθούμενη πλευρά και ένα πλατύ αυλάκι 2mmx1mm δημιουργήθηκε στην υποχωρούσα πλευρά. Η απόσταση μεταξύ των άκρων των δύο αυλακίων στο σχήμα 7.8α είναι 5 mm και στο σχήμα 7.8β είναι 4,5 mm. Στο σχήμα 7.8α, το δοκίμιο A8 εμφανίζει ομοιογένεια στην ζώνη ανάδευσης, καλή κατανομή και διασπορά της σκόνης χωρίς ατέλειες ή πολλά συσσωματώματα. Αντιθέτως, στο δοκίμιο A9 του σχήματος 7.8β εντοπίζονται μικρά συσσωματώματα στην προωθούμενη πλευρά κοντά στην επιφάνεια του δοκιμίου. Συγκρίνοντας αυτές τις εικόνες με αυτές του σχήματος 7.6α συμπεραίνεται ότι η βέλτιστη αποσταση μεταξύ των άκρων των αυλακίων είναι 5mm. Επομένως η βέλτιστη γεωμετρία για την καλύτερη κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης κρίνεται ότι είναι αυτή του δοκιμίου A8.



Σχήμα 7.8 (α) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α8. (β) Εικόνα στερεοσκοπίου από το δοκίμιο Α9.

8 Βελτιστοποίηση Παραμέτρων στο κράμα αλουμινίου 7075-Ο

8.1 Παράμετροι Πειραματικής Διαδικασίας

Η γεωμετρία του δοκιμίου A8 (σχήμα 7.4α) επιλέχθηκε ως βέλτιστη για την εισαγωγή νανοσκόνης αλούμινας στο κράμα αλουμινίου 7075-Ο ύστερα από την πειραματική διαδικασία που πραγματοποιήθηκε στο κράμα αλουμινίου 5083. Διατηρώντας σταθερή τη γεωμετρία διάνοιξης η οποία τροφοδοτεί τη ζώνη ανάδευσης με ένα κλάσμα όγκου σωματιδίων ενίσχυσης 10,1% μελετήθηκαν οι παράμετροι της ταχύτητας πρόωσης και ταχύτητας περιστροφής ως προς την ροή του υλικού.

Όπως αναφέρθηκε η πλαστική του παραμόρφωση και το ιξώδες του υλικού είναι ανάλογα της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου και της ταχύτητας πρόωσης αντίστοιχα. Επομένως η μεταβολή αυτών των παραμέτρων είναι κρίσιμη για την αναμιξιμότητα των σωματιδίων ενίσχυσης στο μητρικό υλικό. Οι συνθήκες οι οποίες εφαρμόστηκαν για τη διερεύνηση της κατανομής της σκόνης επιλέχθηκαν βάσει της μελέτης στο κράμα αλουμινίου 5083-Η111. Επιλέγοντας αρχικά ως σταθερή παράμετρο τη μέγιστη ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου (1500 rpm) και μεταβάλλοντας την ταχύτητα πρόωσης (19 mm/min, 30 mm/min, 60 mm/min) ερευνήθηκε η επίδραση της παροχής θερμότητας από το εργαλείο στη ροή του υλικού. Στη συνέχεια διατηρώντας σταθερή την ελάχιστη ταχύτητα πρόωσης της μηχανής (19 mm/min) και μεταβάλλοντας την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου (950 rpm, 1180 rpm) εξετάζεται η επιρροή της ταχύτητας περιστροφής στη ροή του υλικού. Η κλίση του εργαλείου παρέμεινε σταθερή (2°). Οι παράμετροι της πειραματικής διαδικασίας που αφορούν στο κράμα ΑΑ7075 αναφέρονται στον πίνακα 6.5.

Η σκόνη αποτέθηκε στα αυλάκια του ελάσματος κι ακολούθως πραγματοποιήθηκε κλείσιμο με ταχύτητα πρόωσης 30 mm/min και ταχύτητα περιστροφής 1500 rpm.

8.2 Μακροσκοπικά Αποτελέσματα

Όπως φαίνεται στα σχήματα 8.1α, 8.1β και 8.1γ, στα δοκίμια τα οποία παράχθηκαν με ταχύτητα περιστροφής 1500 rpm όσο μειώνεται η ταχύτητα πρόωσης η παροχή θερμότητας είναι αρκετά μεγάλη προκαλώντας πόρους και κενά στη ζώνη ανάδευσης. Το δοκίμιο Β1 (σχήμα 8.1α) παρουσιάζει ανομοιογένεια στην ζώνη ανάδευσης, καθώς τα σωματίδια ενίσχυσης εμφανίζουν μέτρια διασπορά στην προωθούμενη πλευρά και συσσωματώνονται στην υποχωρούσα πλευρά. Η αρχικά τοποθετημένη σκόνη στα αυλάκια δεν είναι ικανή να τροφοδοτήσει τη ζώνη ανάδευσης και να κατανεμηθούν ομοιόμορφα στην υποχωρούσα πλευρά. Το δοκίμιο B2 (σχήμα 8.1β), το οποίο αντιστοιχεί σε ταχύτητα πρόωσης 30 mm/min παρουσιάζει ατέλειες στην επιφάνεια, αλλά και κοντά σε αυτή, κάτι που οφείλεται στην υπερβολική θερμότητα, η οποία παρέχεται από την τριβή του περιαυχενίου με την επιφάνεια του μετάλλου βάσης. Η ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου Β3 (σχήμα 8.1γ) εμφανίζει μεγάλα κενά στο υλικό που υποδηλώνουν ότι η ανάδευση του υλικού είναι αρκετά έντονη, ώστε οι τάσεις που ασκούνται στο σε αυτό να είναι μεγαλύτερες από αυτές που απαιτούνται για την πλαστική παραμόρφωση του.

Συγκρίνοντας τα δοκίμια B3, B4 και B5 (σχήματα 8.1γ, 8.1δ και 8.1ε αντίστοιχα), που παράχθηκαν με ταχύτητες περιστροφής 1500 rpm, 1180rpm και 950 rpm αντίστοιχα και με ταχύτητα πρόωσης 19mm/min, παρατηρείται ότι με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής στα 1180 rpm η ζώνη ανάδευσης παρουσιάζει επιφανειακές ατέλειες, πόρους και συσσωματώματα τα οποία εντοπίζονται στην υποχωρούσα πλευρά. Αντιθέτως, το δοκίμιο B5 (σχήμα 8.1ε) που παράχθηκε με ταχύτητα περιστροφής 950 rpm δεν παρουσιάζει κάποιο ελάττωμα ή ατέλεια, ωστόσο η νανοσκόνη εντοπίζεται σε συσσωματώματα στην προωθούμενη πλευρά και σε απόσταση 1mm από την επιφάνεια του δοκιμίου.

Συνδυάζοντας τα αποτελέσματα του σχήματος 8.1, καταλήγουμε στο συμπέρασμα ότι για το κράμα αλουμινίου 7075-Ο, η υψηλή ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου και η χαμηλή ταχύτητα πρόωσης, παρέχουν μεγάλη θερμότητα με αποτέλεσμα η ζώνη ανάδευσης να εμφανίζει ατέλειες και ανομοιόμορφη κατανομή της σκόνης. Επομένως κρίθηκε αναγκαία η

επιλογή χαμηλότερων ταχυτήτων περιστροφής και πρόωσης. Για την επιλογή καινούργιων συνθηκών πραγματοποιήθηκαν πειράματα σε ελάσματα αλουμινίου 7075-Ο χωρίς την προσθήκη σκόνης.





R.S. A.S.

(ε)

Σχήμα 8-1 Εικόνες στερεοσκοπίου των τομών των δοκιμίων: (α) B1 (1500 rpm, 60mm/min), (β) B2 (1500 rpm, 30mm/min), (γ) B3 (1500 rpm, 19mm/min), (δ) B4 (1180 rpm, 19mm/min), (ε) B5 (950 rpm, 19 mm/min).

Από τα πειράματα που πραγματοποιήθηκαν χωρίς σκόνη με την εφαρμογή χαμηλής ταχύτητας περιστροφής (450 rpm) και με διαφορετικές ταχύτητες πρόωσης (19 mm/min, 60 mm/min) το υλικό δεν παρουσιάζει πόρους, ρωγμές ή άλλες ατέλειες. Η ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου B7 στο σχήμα 8.2β καθίσταται αρκετά ευδιάκριτη καταδεικνύοντας ότι τόσο η παροχή θερμότητας όσο και η πλαστική παραμόρφωση του υλικού είναι ικανές να προκαλέσουν καλή ανάμιξη των σωματιδίων ενίσχυσης εντός της ζώνης ανάδευσης. Επομένως, το εύρος τιμών της ταχύτητας πρόωσης που κυμαίνονται κοντά στα 60mm/min είναι επαρκές για την παραγωγή σύνθετου υλικού αλουμινίου/αλούμινας χωρίς ατέλειες και ελαττώματα. Παράλληλα έχει αναφερθεί ότι αυξάνοντας την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου βελτιώνεται η κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης στο συγκεκριμένο υλικό (ΑΑ 7075-Ο) [46] και επιτγχάνεται αύξηση της σκληρότητας.

Η εύρεση καινούργιων παραμέτρων επέβαλε την ανάγκη αναζήτησης βέλτιστων συνθηκών για κλείσιμο των αυλακίων, έτσι ύστερα από δοκιμές προέκυψε ο βέλτιστος συνδυασμός (ταχύτητα πρόωσης: 60mm/min, ταχύτητα περιστροφής: 600 rpm) για ποιοτικότερο κλείσιμο.



Σχήμα 8-2 Εικόνες στερεοσκοπίου από δοκίμια που παράχθηκαν χωρίς προσθήκη σκόνης: (α) B6 (450 rpm, 19 mm/min), (β) B7 (450 rpm, 60 mm/min).

Στα δοκίμια των σχημάτων 8.3 και 8.4, λόγω της απουσίας σκόνης δε μπορούν να εξαχθούν πολλά συμπεράσματα για τη ροή του υλικού. Ωστόσο από τις εικόνες αυτές προκύπτει ότι η ζώνη ανάδευσης δεν παρουσιάζει πόρους, ρωγμές ή αλλου είδους ατέλειες. Επίσης, η διαφοροποίηση στην κοκκομετρία εντός της ζώνης ανάδευσης δείχνει ότι η πλαστική παραμόρφωση που υφίστανται τα δοκίμια είναι ικανή να προκαλέσει καλή ανάμιξη της φάσης ενίσχυσης εντός της ζώνης ανάδευσης.



Σχήμα 8-3 Εικόνες στερεοσκοπίου των τομών των δοκιμίων που παράχθηκαν χωρίς την προσθήκης σκόνης: (α) B8 (600 rpm, 38 mm/min), (β) B9 (600 rpm, 60 mm/min), (γ) B10 (600 rpm, 85 mm/min).



Σχήμα 8-4 Εικόνες στερεοσκοπίου των τομών των δοκιμίων που παράχθηκαν χωρίς την προσθήκη σκόνης: (α) B11 (750 rpm, 60 mm/min), (β) B12 (750 rpm, 85 mm/min).

Στο σχήμα 8.5α εμφανίζεται το δοκίμιο B13 που αντιστοιχεί σε ταχύτητα περιστροφής 600 rpm και ταχύτητα πρόωσης 38 mm/min. Η διασπορά των σωματιδίων είναι ανομοιόμορφη, καθώς ένα μέρος αυτών εντοπίζεται με τη μορφή συσσωματωμάτων στο επιφανειακό στρώμα της προωθούμενης πλευράς. Αυτά τα συσσωματώματα πιθανότατα προέρχονται από την σκόνη που αρχικά έχει τοποθετηθεί κοντά στην επιφάνεια της υποχωρούσας πλευράς και μεταφέρεται με την επίδραση της κίνησης του περιαυχενίου στην προωθούμενη πλευρά. Αυξάνοντας την ταχύτητα πρόωσης (60 mm/min) το υλικό παρουσιάζει πιο ομοιόμορφη κατανομή, καθώς αυτές οι συμπαγείς μάζες σωματιδίων περιορίζονται σημαντικά και κατανέμονται σε απόσταση μεγαλύτερη από 1mm από την επιφάνεια όπως φαίνεται στο σχήμα 8.5β.

Περαιτέρω αύξηση της ταχύτητας (85 mm/min) έχει ως αποτέλεσμα την σωματιδίων ανομοιόμορφη διασπορά των στη ζώνη ανάδευσης. δημιουργώντας περιοχές πλούσιες σε σωματίδια και περιοχές χωρίς σωματίδια. Η παρεμβολή των σωματιδίων ενίσχυσης στο δυναμικά ανακρυσταλλωμένο κράμα δημιουργεί πολύπλοκες δίνες, σπειροειδή σχήματα και στροβιλισμό, τα όποια είναι χαρακτηριστικά της χαοτικά δυναμικής ανάμιξης [68-70]. Η χαοτικά δυναμική ανάμιξη του υλικού καταλήγει σε κατανομή της σκόνης που μοιάζει με επαναλαμβανόμενο γεωμετρικό σχήμα (φράκταλ) όπως φαίνεται στο σχήμα 8.5γ. Αυτή η απρόβλεπτη διασπορά του υλικού σε μία ευρεία ζώνη πίσω από τον πείρο καθιστά αδύνατο τον προσδιορισμό της αρχικής θέσης του υλικού.

Συγκρίνοντας τις τρεις εικόνες του σχήματος 8.5 παρατηρείται ότι το δοκίμιο του σχήματος 8.5β εμφανίζει την πιο ομοιόμορφη κατανομή σκόνης. Επιπροσθέτως προκύπτει ότι η ελάττωση της ταχύτητας πρόωσης αυξάνει την επιρροή του περιαυχενίου στη μεταφορά υλικού από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη.





Σχήμα 8-5 Εικόνες στερεοσκοπίου των τομών των δοκιμίων: (α) B13 (600 rpm, 38 mm/min), (β) B14 (600 rpm, 60 mm/min), (γ) B15 (600 rpm, 85 mm/min).

Στο σχήμα 8.6α παρατηρείται ότι η αύξηση της περιστροφής του εργαλείου (750 rpm) έχει ως συνέπεια τη συγκέντρωση μεγάλης ποσότητας σκόνης σε συμπαγείς μάζες εντοπισμένες στην προωθούμενη πλευρά εκτός του πυρήνα συγκόλλησης..

Συγκρίνοντας τα δοκίμια B15 και B17 (σχήματα 8.5γ και 8.6β), τα οποία παράχθηκαν με την ίδια ταχύτητα πρόωσης και με διαφορετική ταχύτητα περιστροφής προκύπτει ότι η χαοτική ανάμιξη του υλικού η οποία οφείλεται

στην ακανόνιστη ροή γίνεται ακόμα πιο έντονη με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής από 600 rpm σε 750rpm.

Εξετάζοντας όλες τις παραπάνω εικόνες και την ανάλυση αυτών, παρατηρείται ότι όταν η ταχύτητα πρόωσης και ταχύτητα περιτροφής λαμβάνουν αντίστοιχα τις τιμές 600 rpm και 60 mm/min, τα συσσωματώματα της σκόνης περιορίζονται σε πολύ μεγάλο βαθμό. Το δοκίμιο του σχήματος 8.5β μελετήθηκε περαιτέρω με οπτικό μικροσκόπιο ως προς την κατανομή της σκόνης και την κοκκομετρία του, καθώς και τη μεταβολή της σκληρότητάς του σε σχέση με το αντίστοιχο δοκίμιο που παράχθηκε χωρίς την προσθήκη σκόνης (σχήμα 8.3β).



Σχήμα 8-6 Εικόνες στερεοσκοπίου των τομών των δοκιμίων: (α) B16 (750 rpm, 60 mm/min), (β) B17 (750 rpm, 85 mm/min).

8.3 Μεταλλογραφικός έλεγχος με οπτικό μικροσκόπιο

Πριν την πραγματοποίηση των πειραμάτων με τη διαδικασία της FSP έγινε χαρακτηρισμός των υλικών που χρησιμοποιήθηκαν. Το μέταλλο βάσης ήταν κράμα αλουμινίου ΑΑ7075-T651 το οποίο υπέστη ανόπτηση (Ο) όπως προαναφέρθηκε. Για την επιβεβαίωση της κατεργασίας πραγματοποιήθηκε μικροσκληρομέτρηση από την οποία προέκυψε ότι η σκληρότητα του κράματος ήταν 70 HV. Στο σχήμα 8.7 του οπτικού μικροσκοπίου παρουσιάζεται η μικροδομή του κράματος που προέκυψε μετά την κατεργασία ανόπτησης. Με τη χρήση ειδικού προγράμματος του οπτικού μικροσκόπιου μετρήθηκε το μέσο μέγεθος κόκκων το οποίο ήταν 67,1 μm.



Σχήμα 8-7 Εικόνα οπτικού μικροσκοπίου του κράματος ΑΑ7075-Ο το οποίο χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο βάσης στην πειραμτική διαδικασία.

Το δοκίμιο B9 το οποίο υποβλήθηκε σε κατεργασία FSP χωρίς την προσθήκη σκόνης με ταχύτητα περιστροφής 600rpm και ταχύτητα πρόωσης 60mm/min μελετήθηκε στο μικροσκόπιο προκειμένου να γίνουν μετρήσεις του μεγέθους των κόκκων και να συγκριθεί με το αντίστοιχο δοκίμιο (B14) στο οποίο προστέθηκε σκόνη.

Η εξέταση με το οπτικό μικροσκόπιο έδειξε ότι το δοκίμιο που υποβλήθηκε σε FSP χωρίς προσθήκη σκόνης, με ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου 600rpm και ταχύτητα 60 mm/min δεν παρουσιάζει πόρους, ρωγμές ή αλλου είδους ατέλειες.

Η έντονη πλαστική παραμόρφωση την οποία υφίσταται το αλουμίνιο κατά τη διάρκεια της FSP αλλά και η έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες προκαλεί δυναμική ανακρυστάλλωση [71-74] εντός της ζώνης ανάδευσης, καταλήγοντας σε λεπτή κοκκομετρία (σχήμα 8.8) και διάλυση των κατακρημνισμάτων στη μητρική φάση του αλουμινίου και στην συνέχεια την επαναδημιουργία μέρους αυτών με τη σταδιακή ψύξη του ελάσματος. Τα αποτελέσματα (πίνακας 8.1) από το πρόγραμμα ανάλυσης των εικόνων έδειξαν ότι το μέσο μέγεθος κόκκων για το δοκίμιο που υπεβλήθει σε FSP με ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου 600rpm και ταχύτητα πρόωσης 60 mm/min ήταν 2,19 μm στην προωθούμενη πλευρά 2,65 μm στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης και 2,65 μm στην υποχωρούσα πλευρά. Οι τιμές αυτές του μεγέθους κόκκων της ζώνης ανάδευσης συγκρινόμενες με το αρχικό μέγεθος κόκκων αποτελεί σημαντική εκλέπτυνση.

Δοκίμιο	Προωθούμενη Πλευρά (μm)	Κέντρο Ζώνης Ανάδευσης (μm)	Υποχωρούσα Πλευρά (μm)
Μέταλλο βάσης	67,10	67,10	67,10
χωρίς σκόνη	2,19	2,65	2,65
AA7075-O/Al ₂ O ₃	1,74	2,47	2,20
(AA7075-O/Al ₂ O ₃)-T6	3,65	4,07	3,72

Πίνακας 8-1 Σύγκριση του μεγέθους κόκκων που προέκυψε στο βέλτιστο δοκίμιο και το μέταλλο βάσης

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



Σχήμα 8-8 Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου του δοκιμίου B9 που παράχθηκε χωρίς προσθήκη σκόνης (α) κοντά στην επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το τεμάχιο (β) κέντρο της ζώνης ανάδευσης (γ) προωθούμενη πλευρά (δ) υποχωρούσα πλευρά (ε) κέντρο ζώνης ανάδευσης.

Στο σχήμα 8.9 παρουσιάζονται οι εικόνες οπτικού μικροσκόπιου του δοκιμίου που παρήχθη με την προσθήκη 10,1% σκόνης Al₂O₃ 50 nm μέσω της FSP. Από τις εικόνες προκύπτει ότι η σκόνη παρουσιάζει ομοιόμορφη διασπορά σε όλη την ζώνη ανάδευσης ωστόσο μεγάλο μέρος της σκόνης συσσωματώνεται σε λεπτές, επιμήκεις συμπαγείς μάζες κυρίως στην περιοχή της προωθούμενης πλευράς. Η επιμήκυνση αυτή οφείλεται στις διατμητικές τάσεις, οι οποίες ασκούνται στα συσσωματώματα από την κίνηση του πείρου. Η ανάλυση των εικόνων έδειξε ότι το μέσο μέγεθος κόκκων στην περίπτωση που προστίθεται σκόνη ήταν 1,74 μm στην προωθούμενη πλευρά 2,47 μm στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης και 2,20 μm στην υποχωρούσα πλευρά (πίνακας 8.1). Συγκρίνοντας τα αποτελέσματα της κοκκομετρίας του παραγόμενου δοκιμίου με σκόνη και του αντίστοιχου χωρίς σκόνη προκύπτει ότι η επίδραση της δυναμικής ανακρυστάλλωσης ήταν ήδη αρκετά ισχυρή για να επέλθει μεγάλη μείωση της κοκκομετρίας. Επιπλέον μείωση του μεγέθους κόκκων επέρχεται λόγω της παρεμπόδισης ανάπτυξης των κόκκων (pinning effect) που προκαλείται από την παρουσία των σωματιδίων ενίσχυσης.

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



(ε) Σχήμα 8-9 Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου του δοκιμίου Β14 που παράχθηκε με προσθήκη σκόνης (α) κοντά στην επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το τεμάχιο (β) κέντρο της ζώνης ανάδευσης (γ) προωθούμενη πλευρά (δ) υποχωρούσα πλευρά (ε) κέντρο ζώνης ανάδευσης.

Ύστερα από την προσθήκη σκόνης μέσω της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση, το δοκίμιο που παράχθηκε με τις βέλτιστες παραμέτρους (ταχύτητα περιστροφής 600 rpm, ταχύτητα πρόωσης 60 mm/min) υποβλήθηκε σε θερμική μετα-κατεργσία Τ6, η οποία περιλαμβάνει την ομογενοποίηση σε θερμοκρασία 480°C στη συνέχεια βαφή σε νερό και τέλος γήρανση για 24 h στους 120°C. Η θερμική μετα-κατεργσία μελετήθηκε ως προς την επίδρασή της στην μικροδομή και τη μικροσκληρότητα του εν λόγω δοκιμίου. Από τα αποτελέσματα δεν προέκυψε κάποια μεταβολή όσον αφορά τη μακροσκοπική εικόνα του δοκιμίου ωστόσο μικροσκοπικά παρουσιάστηκε αλλαγή στο μέγεθος των κόκκων. Το μέσο μέγεθος κόκκων στην προωθούμενη πλευρά του υλικού ήταν 3,65 μm, στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης 4,07 μm και στην υποχωρούσα πλευρά 3,72 μm (πίνακας 8.1). Η αύξηση του μεγέθους των κόκκων του μητρικού υλικού της ζώνης ανάδευσης ήταν αναμενόμενη, εξαιτίας της ανακρυστάλλωσης που προκαλείται από την παροχή θερμότητας κατά το στάδιο της θερμικής κατεργασίας. Ωστόσο, η αύξηση αυτή περιορίζεται σημαντικά χάρη στην ύπαρξη των σωματιδίων ενίσχυσης τα οποία παρεμποδίζουν την επιπλέον ανάπτυξη των κόκκων. Ταυτόχρονα η μικρή κοκκομετρία που παρουσιάζει η προωθούμενη πλευρά σε σχέση με την υπόλοιπη ζώνη ανάδευσης τόσο πριν την κατεργασία Τ6 όσο και μετά, μπορεί να αποδοθεί στην υψηλότερη συγκέντρωση σωματιδίων ενίσχυσης γεγονός που ενισχύεται από τον εντοπισμό συσσωματωμάτων (σχήμα 8.10α).

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση



(γ)

Σχήμα 8-10 Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου του δοκιμίου Β14 που παράχθηκε με προσθήκη σκόνης, μετά την θερμική μετακατεργασία Τ6 (α) προωθούμενη πλευρά (β) υποχωρούσα πλευρά (γ) κέντρο ζώνης ανάδευσης. Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση







(β)

Σχήμα 8-11 Κατανομή του μέσου μεγέθους κόκκων των δοκιμίων B9 και B14 που εξετάστηκαν (α) μαζί με το αντίστοιχο μέγεθος του μετάλλου βάσης και (β) χωρίς το αντίστοιχο μέγεθος του μετάλλου βάσης (σε μεγέθυνση).

8.4 Αποτελέσματα Μικροσκληρομετρήσεων

Η επίδραση της νανοσκόνης αλούμινας στις μηχανικές ιδιότητες του σύνθετου υλικού που παράχθηκε με ταχύτητα περιστροφής 600 rpm και ταχύτητα πρόωσης 60 mm/min εξετάστηκε μέσω των μετρήσεων μικροσκληρότητας. Το δοκίμιο B14, το οποίο παράχθηκε με την προσθήκη σκόνης υποβλήθηκε σε μικροσκληρομέτρηση πριν και μετά τη μετα-κατεργασία T6, ώστε να μελετηθεί η επίδραση αυτής. Επίσης για την σύγκριση αυτών των αποτελεσμάτων παρουσιάζονται οι μικροσκληρομετρήσεις του δοκιμίου που παράχθηκε με τις ίδιες συνθήκες χωρίς την προσθήκη σκόνης. Οι μετρήσεις διεξήχθησαν κάθετα (κάθετο προφίλ) αλλά και παράλληλα προς την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το τεμάχιο (Shoulder Surface, SS) σε αποστάσεις 1200 μm και 2000μm (οριζόντιο προφίλ).

Η μέση σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου που παράχθηκε χωρίς την προσθήκη σκόνης ήταν 116,9 HV στα 1200 μm από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το τεμάχιο και 118,4 HV στα 2000 μm. Η αύξηση της σκληρότητας του δοκιμίου από την κατάσταση Ο που αντιστοιχεί σε σκληρότητα 70 HV οφείλεται σε δύο μηχανισμούς, την εκλέπτυνση των κόκκων, την κατακρήμνιση δευτερευουσών φάσεων και την επαναδημιουργία λεπτομερέστερων κατακρημνισμάτων. Συγκρίνοντας αυτά τα αποτελέσματα με τις μετρήσεις μικροσκληρότητας στο δοκίμιο που παράχθηκε με σωματίδια ενίσχυσης πρέκυψε αύξηση της μέσης σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης στα 133,3 HV στα 1200 μm από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου και 137,8 HV στα 2000 μm. Όπως φαίνεται η νανοσκόνη αλούμινας επιδρά θετικά στην ισχυροποίηση του μητρικού υλικού. Η περαιτέρω αύξηση της σκληρότητας μπορεί να αποδοθεί κυρίως στο μηχανισμό Orowan κατά τον οποίο τα σωματίδια δρουν ως εμπόδια στη διάδοση των διαταραχών.

Ωστόσο η προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης δεν φαίνεται να επιδρά θετικά όταν εφαρμόζεται η θερμική μετα-κατεργασία T6 κατά την οποία η μέση τιμή των σκληρομετρήσεων ήταν 154,1 HV στα 1200 μm από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το προς συγκόλληση δοκίμιο και 113,7 HV στα 2000μm σε αντίθεση με το μέταλλο βάσης που η σκληρότητά του έφτασε τα 180 HV.


(α)



Σχήμα 8-12 (α) Διάγραμμα κατανομής μικροσκληρότητας των δοκιμίων με τις βέλτιστες παραμέτρους 1200 μm από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το προς συγκόλληση δοκίμιο (β) εστίαση στη ζώνη ανάδευσης.



(α)



⁽β)

Σχήμα 8-13 (α) Διάγραμμα κατανομής μικροσκληρότητας των δοκιμίων με τις βέλτιστες παραμέτρους 2000 μm από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το προς συγκόλληση δοκίμιο (β) εστίαση στη ζώνη ανάδευσης. Όπως αναφέρθηκε σε προηγούμενη παράγραφο η προωθούμενη πλευρά παρουσιάζει αυξημένη συγκέντρωση σκόνης με ταυτόχρονη παρουσία μικρών συσσωματωμάτων. Από τα διαγράμματα προκύπτει ότι σε αυτές τις περιοχές όπου η συγκέντρωση των σωματιδίων ενίσχυσης αυξάνεται, όπως στην προωθούμενη πλευρά οι μικροσκληρομετρήσεις λαμβάνουν τιμές πολύ πιο αυξημένες σε σχέση με εκείνες όπου η σκόνη περιορίζεται. Στις αντίστοιχες περιοχές μετά την κατεργασία T6 οι μετρήσεις μικροσκληρότητας λαμβάνουν πολύ μικρότερες τιμές. Μία πιθανή αιτία της ελάττωσης της μικροσκληρότητας μετά την κατεργασία T6 μπορεί να είναι η χαμηλότερη θερμική αγωγιμότητα των σωματιδίων αλούμινας από το κράμα αλουμινίου 7075-T6. Έτσι κατά τη διάρκεια της κατεργασίας η αλούμινα εμποδίζει την απομάκρυνση της θερμότητας δημιουργόντας τοπικές συνθήκες ανόπτησης. Άλλες πιθανές αιτίες του φαινομένου αυτού είναι η απαλοιφή των διαταραχών που δημιουργήθηκαν κατά την κατεργασία, η επαναδιαλυτοποίηση των κατακρημνισμάτων και η αύξηση του μεγέθους των κόκκων.

Επίσης σε πειράματα [75], τα οποία έχουν πραγματοποιηθεί σε κράμα αλουμινίου 7075-Τ6 έχει παρατηρηθεί ότι η μικροσκληρότητα στη ζώνη ανάδευσης μειώνεται μετά τη διαδικασία FSP όπως φαίνεται στο σχήμα 8.14. Η μείωση αυτή συνδέεται με τη σημαντική μείωση της πυκνότητας των κατακρημνισμάτων στη ζώνη ανάδευσης σε σχέση με αυτή του μετάλλου βάσης. Μετά την εφαρμογή της μετα-κατεργασίας παρατηρήθηκε ότι αν και αυξάνεται η πυκνότητα των κατακρημνισμάτων στη ζώνη ανάδευσης δεν φτάνει τις τιμές που παρατηρήθηκαν στο μέταλλο βάσης. Αντίστοιχο φαινόμενο [58, 59] έχει παρατηρηθεί και σε κράμα αλουμινίου 7075-T651 το οποίο ενισχύθηκε με σωματίδια Al2O3 μεγέθους 2μm και 30nm μέσω της διαδικασίας FSP (σχήμα 5.23). Μετά τη μετα-κατεργασία T6 οι τιμές της μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης στην περίπτωση των σωματιδίων Al₂O₃ μεγέθους 2μm, μειώθηκαν ακόμα περισσότερο σε σχέση με τη σύνθετη ζώνη ανάδευσης πριν την θερμική μετακατεργασία. Και σε αυτή την περίπτωση το μέγεθος των κόκκων της μητρικής φάσης αυξάνεται μετά την θερμική μετακατεργασία γεγονός που ίσως εξηγεί τη μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης.



Σχήμα 8-14 Πυκνότητα κατακρημνισμάτων συγκολλημένου με FSW δοκιμίου κράματος AA7075-T6 πριν και μετά την PWHT (με τη διακεκομμένη γραμμή υποδεικνύεται η αντίστοιχη τιμή του μετάλλου βάσης) [75]

Κοντά στην επιφάνεια του ελάσματος η ροή του υλικού επηρεάζεται από το περιαυχένιο με αποτέλεσμα μέρος του μητρικού υλικού που αρχικά εντοπίζεται στην υποχωρούσα πλευρά εκτός των ορίων του πείρου να μεταφέρεται προς την προωθούμενη πλευρά. Αυτή η μεταφορά υλικού έχει ως συνέπεια την περιορισμένη συγκέντρωση των σωματιδίων ενίσχυσης στα 1200 μm από την επιφάνεια του ελάσματος (σχήμα 8.9α). Επομένως, η διαφορά της μέσης σκληρότητας που εμφανίζεται στα 1200 μm και στα 2000 μm (σχήματα 8.15 και 8.16) από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το έλασμα πιθανόν οφείλεται στη μεταβολή της συγκέντρωσης της σκόνης στη ζώνη ανάδευσης.



Σχήμα 8-15 Διάγραμμα κατανομής μικροσκληρότητας των δοκιμίων με τις βέλτιστες παραμέτρους εγκάρσια προς την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το τεμάχιο.



Σχήμα 8-16 Διάγραμμα κατανομής μικροσκληρότητας των δοκιμίων με τις βέλτιστες παραμέτρους 1200 μm και 2000 μm από την επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου με το τεμάχιο.

9 Συμπεράσματα

Στην παρούσα εργασία μελετήθηκε η παραγωγή σύνθετου επιφενειακού στρώματος σε μεταλλική μήτρα κράματος αλουμινίου ΑΑ7075-Ο με ενίσχυση κεραμικών σωματιδίων Al₂O₃ μεγέθους 50nm μέσω της διαδικασίας FSP. Αρχικά, μελετήθηκε ο βέλτιστος τρόπος εισαγωγής σωματιδίων ενίσχυσης με τη διάνοιξη αυλακίων διαφορετικής γεωμετρίας σε μήτρα κράματος αλουμινίου ΑΑ5083-Η111. Τα συμπεράσματα που προέκυψαν είναι τα εξής:

- Η βέλτιστη κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης προέκυψε όταν η σκόνη τοποθετήθηκε σε ένα αυλάκι μεγάλου βάθους στην προωθούμενη πλευρά και σε ένα άλλο αυλάκι μεγαλύτερου πλάτους και ίσου όγκου (πιο ρηχό) στην υποχωρούσα πλευρά.
- Η κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης βελτιώνεται όταν η σκόνη τοποθετείται αρχικά εγγύτερα στα άκρα του πείρου τόσο στην προωθούμενη πλευρά όσο και στην υποχωρούσα.
- 3. Η ροή του υλικού κοντά στην επιφάνεια επαφής του περιαυχενίου και του μετάλλου βάσης επηρεάζεται κυρίως από την κίνηση του περιαυχενίου μεταφέρροντας υλικό έξωθεν της ζώνης ανάδευσης με φορά από την υποχωρούσα προς την προωθούμενη πλευρά.

Από τη μελέτη των βέλτιστων παραμέτρων της διαδικασίας FSP σε μήτρα κράματος αλουμινίου 7075-Ο προέκυψαν ορισμένα γενικά συμπεράσματα, τα οποία συνοψίζονται ακολούθως:

- Η υψηλή ταχύτητα περιστροφής και η χαμηλή ταχύτητα πρόωσης στη διαδικασία FSP σε κράμα αλουμινίου 7075-Ο επιφέρει ατέλειες στο μητρικό υλικό και ανομοιόμορφη κατανομή της σκόνης.
- Αύξηση της ταχύτητας περιστροφής προκαλεί εντονότερη χαοτικά δυναμική ανάμιξη του υλικού και την ακανόνιστη κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης εντός της ζώνης ανάδευσης.
- Η ελάττωση της ταχύτητας πρόωσης αυξάνει την επίδραση του περιαυχενίου στη μεταφορά υλικού από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη πλευρά.

- 4. Η δυναμική ανακρυστάλλωση που προκαλείται από τη διαδικασία FSP επιφέρει μεγάλη μείωση του μεγέθους των κόκκων, ενώ περαιτέρω μείωση του μεγέθους παρατηρήθηκε με την εισαγωγή νανοσκόνης Al₂O₃ 50nm.
- 5. Η μικροσκληρότητα του αλουμινίου 7075-Ο αυξήθηκε με τη διαδικασία FSP, ενώ περαιτέρω αύξηση της μικροσκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης επέρχεται με την προσθήκη σκόνης Al₂O₃ μεγέθους 50nm.
- 6. Στην περίπτωση του σύνθετου υλικού με ενίσχυση σωματιδίων Al₂O₃ μεγέθους 50nm, μετά την εφαρμογή θερμικής μετα-κατεργασίας T6, η μικροσκληρότητα της σύνθετης ζώνης ανάδευσης παρουσίασε μείωση.

Βιβλιογραφία

[1] Γιάννης Δ. Χρυσουλάκης, Δημήτρης Ι. Παντελής «Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών», Εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα (2003) σελ.561-574.
 [2] William D. Callister, Επιστήμη και τεχνολογία υλικών, 2004

[3]H.P. Degischer, W. Lacom, A. Zahra, Z. Metallk. 71 (1980) 231.

[4] J.A. Wert, Scripta Mater. 15 (1981) 445.

[5] M.J. Starink, S.C. Wang, Acta Mater. 51 (2003) 5131

[6] I.J. Polmear, Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals, J. Wiley and Sons, New York, 1996

[7]M.J. Starink, N. Gao, M. Furukawa, Z. Horita, C. Xu, T.G. Langdon, Rev. Adv. Mater. Sci. 7 (2004) 1–12.

[8] N. Birbilis, R.G. Buchheit, J. Electrochem. Soc. 152 (2005) B140–B151.

[9] Nie ZR, Jin TN, Zou JX. Development on research of advanced rare-earth aluminum alloy. Trans Nonferrous Met Soc China 2003;13(3):509.

[10] Knipling Keith E, Dunand David C, Seidman David N. Criteria for developing castable, creep-resistant aluminium-based alloys-a review. Z Metallk 2006;97(3):246–65.

[11] Li YT, Liu ZY, Xu QK, Yu RC. Effect of trace addition of Er on microstructure and ageing behavior of Al–Cu–Mg–Ag–Zr alloy. J Cent South Univ 2006;37(6):1043.

[12] Yang FB, Liu EK, Xu J, Shi LK. Effects of Er on the microstructures and mechanical properties of as-cast Al–Mg–Mn–Zn–Sc–Zr–(Ti) filler metals. Acta Metall Sin 2008;44(8):911.
[13] A. T. Kermanidis, Post Graduate Lecture Notes "Mechanical Behavior of Composite Materials", Mechanical and Industrial Engineering Department, University of Thessaly, 2007, ch.VI, p. 120-138.

[14] William D. Callister, Επιστήμη και τεχνολογία υλικών, 2004

[15] R.S. Mishraa, Z.Y. Mab, Friction stir welding and processing, Materials Science and Engineering R 50 (2005) 1–78

[16] G. Liu, L.E. Murr, C.S. Niou, J.C. McClure, F.R. Vega, Scripta Mater. 37 (1997) 355. [17] K.V. Jata, S.L. Semiatin, Scripta Mater. 43 (2000) 743.

[18] B. London, M. Mahoney, B. Bingel, M. Calabrese, D.Waldron, in: Proceedings of the Third International Symposium on Friction Stir Welding, Kobe, Japan, 27–28 September, 2001.

[19] C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, R.A. Spurling, C.C. Bampton, Scripta Mater. 36 (1997) 69.

[20] S. Benavides, Y. Li, L.E. Murr, D. Brown, J.C. McClure, Scripta Mater. 41 (1999) 809.

[21] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFadden, N.A. Mara, A.K. Mukherjee, Scripta Mater. 42 (2000) 163.

[22] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Mater. Sci. Forum 357–359 (2001) 507.

[23] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit, Mater. Sci. Eng. A 341 (2002) 307.

[24] P.B. Berbon, W.H. Bingel, R.S. Mishra, C.C. Bampton, M.W. Mahoney, Scripta Mater. 44 (2001) 61.

[25] J.E. Spowart, Z.Y. Ma, R.S. Mishra, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L.
Semiatin, T. Lienert (Eds.), Friction Stir Welding and Processing II, TMS, 2003, pp. 243–252
[26] Z.Y. Ma, S.R. Sharma, R.S. Mishra, M.W. Manohey, Mater. Sci. Forum 426–432 (2003) 2891.

[27] A.P. Reynolds, T.U. Seidel, M. Simonsen, in: Proceedings of the First International Symposium on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, CA, USA, June 14–16, 1999.
[28] A.P. Reynolds, Sci. Technol. Weld. Joining 5 (2000) 120.

[29] T.U. Seidel, A.P. Reynolds, Metall. Mater. Trans. A 32 (2001) 2879.

[30] W.J. Arbegast, in: Z. Jin, A. Beaudoin, T.A. Bieler, B. Radhakrishnan (Eds.), Hot

Deformation of Aluminum Alloys III, TMS, Warrendale, PA, USA, 2003, p. 313.

[31] L.E. Murr, Y. Li, R.D. Flores, E.A. Trillo, Mater. Res. Innovat. 2 (1998) 150.

[32] Y. Li, L.E. Murr, J.C. McClure, Mater. Sci. Eng. A 271 (1999) 213.

[33] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Acta Mater. 50 (2002) 4419.

[34] M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling, W.H. Bingel, Metall. Mater. Trans. A 29 (1998) 1955.

[35] M. James, M. Mahoney, in: Proceedings of the First International Symposium on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, CA, USA, June 14–16, 1999

Βελτιστοποίηση και παραγωγή σύνθετων υλικών αλούμινας/μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση

[36] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, T. Lienert (Eds.), Friction Stir Welding and Processing II, TMS, 2003, pp. 221-230. [37] Y.J. Kwon, N. Saito, I. Shigematsu, J. Mater. Sci. Lett. 21 (2002) 1473. [38] Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito, Mater. Trans. 44 (2003) 1343. [39] Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito, Scripta Mater. 49 (2003) 785 [40] Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, Metall, Mater, Trans, A 33 (2002) 625. [41] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Acta Mater. 50 (2002) 4419. [42] F. J. Humphreys, M. Hotherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press, New York, 1995 [43] M. Mahoney, R.S. Mishra, T. Nelson, J. Flintoff, R. Islamgaliev, Y. Hovansky, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, D.P. Filed (Eds.), Friction Stir Welding and Processing, TMS, Warrendale, PA, USA, 2001, p. 183. [44] Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enmoto, S. Jogan, Metall. Mater. Trans. A 30 (1999) 2429. [45] J.Q. Su, T.W. Nelson, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Acta Mater. 51 (2003) 713. [46] Hossein Bisadi, Asghar Abasi*, Fabrication of Al7075/TiB2 Surface Composite Via Friction Stir Processing, American Journal of Materials Science. 2011; 1(2): 67-70 [47] Don-Hyun CHOI, Yong-Hwan KIM, Byung-Wook AHN, Yong-II KIM, Seung-Boo JUNG, Microstructure and mechanical property of A356 based composite by friction stir processing, Trans. Nonferrous Met. Soc. China 23(2013) 335-340 [48] KRISHNAN K N. On the formation of onion rings in friction stir welds [J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 327: 246-251. [49] Jun Qu, HanbingXu, Zhili Feng, D. Alan Frederick, Linan An, Helge Heinrich, Improving the tribological characteristics of aluminum 6061 alloy by surface compositing with sub-microsize ceramic particles via friction stir processing, Wear 271 (2011) 1940-1945 [50]J. Qu,H.Xu, Z. Feng,D.A. Frederick,B.C.Jolly, S.A. David, Producing a composite surface using friction stir processing.IMECE2007-42083.in:Proceedings of the International Mechanical Engineering Congress, Seattle, WA, November 11-16, 2007. [51] Qiang Liu Liming Ke, Fencheng Liu, Chunping Huang, Li Xing, Microstructure and mechanical property of multi-walled carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites fabricated by friction stir processing, Materials and Design 45 (2013) 343-348 [52] Morisada Y, Fujii H, Nagaoka T, Fukusumi M. MWCNTs/AZ31 surface composites fabricated by friction stir processing. Mater Sci Eng A 2006;419:344-. [53] D. Khayyamin, A. Mostafapour, R. Keshmiri, The effect of process parameters on microstructural characteristics of AZ91/SiO2 composite fabricated by FSP. Materials Science&Engineering A559(2013)217-221 [54] Y. Mazaheri, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, A novel technique for development of A356/Al2O3 surface nanocomposite by friction stir processing, Journal of Materials Processing Technology 211 (2011) 1614- 1619 [55] Ma, Z.Y., 2008. Friction stir processing technology: a review. Metall. Mater. Trans.A39, 642-658. [56] M.Puviyarasan, C.Praveen, Fabrication and Analysis of Bulk SiCp Reinforced Aluminum Metal Matrix Composites using Friction Stir Process, World Academy of Science, Engineering and Technology 58 (2011) [57] Dharmpal Deepak, Ripandeep Singh Sidhu, V.K Gupta, Preparation of 5083 Al-SiC surface composite by friction stir processing and its mechanical characterization. International Journal of Mechanical Engineering ISSN : 2277-7059 Volume 3 Issue 1 (January 2013) [58] Β.Α. Αντωνακάκη, Χαρακτηρισμός Προηγμένων δομών παραγόμεων με χρήση της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (FSP) Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο πολυτεχνείο, Αθήνα 2012 [59] Π.Κ. Διαμαντόπουλος, Μελέτη της δημιουργίας σύνθετων υλικών μίκρο- και νάνο αλούμινας σε μήτρα αλουμινίου με χρήση της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση FSP, Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο πολυτεχνείο, Αθήνα 2012 [60] ASM Handbook, Volume 4, Heat Treating, 1991, 1937. [61] M. Yang, C. Xu, C. Wu, K. Lin, Y. J. Chao, L. An, "Fabrication of AA6061/ Al2O3 nano ceramic particle reinforced composite coating by using stir processing", J. Mater. Sci., 45,

(2010), pp. 4431-4438.

[62] J. P. M. Gandra. "Preliminary Study on the Production of Functionally Graded Materials by Friction Stir Processing" Lisboa, 010, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa. [63] E.R.I. Mahmoud, M. Takahashi, T. Shibayanagi and K. Ikeuchi. "Effect of friction stir processing tool probe on fabrication of SiC particle reinforced composite on aluminium surfasse". Science and Techonology of welding and Joining, 14, 5, (2009), pp. 413-425.
[64] ASM Handbook, Volume 9, Metallography and Microstructure, 2004, 1697.

[65] Β. Πέογλος, Ι. Ράπτης και Κ. Χριστοδουλίδης: Τεχνικές Πειραματικής Φυσικής (2004)(112).

[66] Γιάννης Δ. Χρυσουλάκης, Δημήτρης Ι. Παντελής, Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών, Εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα 2003, Σελ.214-220.

[67] Wu Chuan-song, Zhang Wen-bin Shi Lei, Chen Mao-ai, Visualization and simulation of plastic metrial flow in friction stir welding of 2024 aluminium alloy plates Trans. Nonferrous Met. Soc. China 22(2012) 1445-1451

[68] M.F. Barnsley and S.G. Demko, ed., Chaotic Dynamics and Fraktals, Academic Press, Orlando, FL (1986)

[69] J. M. Ottino, The Kinematicsof Mixing: Stretching, Chaos, and Transport, Cambridge Unicersity Press, New York (1989).

[70] E. Ott, Chaos and Dynamical Systems, Cambridge University Press, New York (1994). [71] K.V. Jata, S.L. Semiatin, Scripta Mater. 43 (2000) 743.

[72] J.-Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra, M. Mahoney, Acta Mater. 51 (2003) 713.

[73] K.V. Jata, K.K. Sankaran, J.J. Ruschau, Metall. Mater. Trans. A 31 (2000) 2181.

[74] Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, Metall. Mater. Trans. A 33 (2002) 625.

[75] A. Barcellona, G. Buffa, L. Fratini, D. Palmeri, On microstructural phenomena occurring infriction stir welding of aluminium alloys, Journal of Materials Processing Technology 177 (2006) 340–343.