



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

ΚΑΜΨΗ ΕΝΟΣ ΕΠΙΝΙΚΕΛΩΜΕΝΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ



ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

Jean B. Akisofa M.

Επιβλέπων Καθηγητής : Χ . Ν. Παναγόπουλος

ΑΘΗΝΑ

ΙΟΥΛΙΟΣ 2013

1.ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Ένα από τα πολύ σημαντικά προβλήματα που καλείται να επιλύσει ο τομέας της τεχνολογίας των υλικών είναι η προστασία των μεταλλικών κατασκευών από την διάβρωση ,την τριβή και την βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων τους .

Στην αυτοκινητοβιομηχανία , με σκοπό την μείωση βάρους των κατασκευών , πολλές προσπάθειες έχουν γίνει ώστε να **αντικατασταθεί ο χάλυβας από το αλουμίνιο** , όμως πολλές φορές αυτό είναι αδύνατο λόγω της μεγαλύτερης μηχανικής αντοχής του χάλυβα.

Επομένως , παρουσιάζει πολύ μεγάλο ενδιαφέρον η προσπάθεια να βελτιωθούν ορισμένες επιφανειακές ιδιότητες του αλουμινίου και των κραμάτων του έτσι ώστε να είναι δυνατό να χρησιμοποιηθούν εκεί όπου απαιτείται υψηλή μηχανική αντοχή σε ελαφριές κατασκευές .

Έτσι η ανάπτυξη νέων τεχνικών βελτίωσης των επιφανειακών ιδιοτήτων διαφόρων τεχνολογικών υλικών έχει καταστεί ένας από τους κυριότερους στόχους των ερευνητών στον χώρο της επιστήμης και τεχνολογίας υλικών. Μια από τις τεχνικές αυτές είναι η επικάλυψη μεταλλικών επιφανειών .

Οι μεταλλικές επικαλυψείς που παράγονται με την μέθοδο της ηλεκτροαπόθεσης , αποτελούν μια κατηγορία υλικών με πολλές τεχνολογικές εφαρμογές λόγω των βελτιωμένων μηχανικών , ηλεκτρικών , μαγνητικών , αντιδιαβρωτικών και αντιτριβικών τους ιδιοτήτων .

Στη παρούσα διπλωματική εργασία παρηχθησαν **επικαλυψείς νικελίου σε επιψευδαργυρωμένο υπόστωμα κράματος αλουμινίου 5752**. Στο παραχθέν υλικό εξετάθηκαν η δομή του , η χημική του σύσταση και η μηχανική του αντοχή ως προς την κάμψη.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2
ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.1 ΑΛΟΥΜΜΙΝΙΟ

2.1.1 Ιστορία αλουμινίου

Πριν από 135 χρόνια , ο Ιούλιος βερν , γράφοντας το “Από τη Γη στη Σελήνη” είχε χαρακτηρίσει το αλουμίνιο : Άσπρο σαν το ασημί και ελαφρό σαν το γυαλί.....

Στην στροφή της 3^{ης} χιλιετίας , το αλουμίνιο συμπληρώνει πρακτική ζωή 160 ετών περίπου , ενώ βρίσκεται σε βιομηχανική κλίμακα παραγωγής για περίπου 100 χρόνια μόνο. Πώς εξηγείται όμως το γεγονός της τόσο όψιμης ανακάλυψης του ; Η απάντηση βρίσκεται στην μεγάλη χημική του συνάφεια με αλλά στοιχεία . Η χρήση , ωστόσο , αρκετών από τις χημικές του ενώσεις , είναι ιστορικά αποδεδειγμένη για την Αίγυπτο και την Βαβυλώνα.

Το 1761 προτάθηκε για πρώτη φορά στην ιστορία το όνομα “ Alume “ από τον De Morveau, ως η βάση του “Alum” , δηλαδή του μετάλλου που δεν υπήρχε στην καθαρή του μορφή. Αργότερα ,το 1807 , ο sir Humphrey Davy πρότεινε το όνομα “Aluminium “ για το μέταλλο , ενώ λίγο αργότερα συμφώνησε με τον όρο “ aluminium” για το μέταλλο , όνομα που ακόμα χρησιμοποιείται για το αλουμίνιο στην Βόρεια Αμερική . Λίγο αργότερα καθιερώθηκε ο όρος “aluminium” ώστε να μην διαφέρει το όνομα του νέου μετάλλου από άλλα καθιερωμένα ονόματα των φυσικών στοιχείων που έχουν κατάληξη σε “ium”. Πρώτος ο Βρετανός Davy , υποστήριξε την ύπαρξη του αλουμινίου το 1807.

Το 1821 ένας Γάλλος επιστήμονας , ο Pierre Berthier ανακάλυψε ότι στο σκληρό κόκκινο άργιλο περιεχόταν πάνω από 50% οξείδιο του αργιλίου.Το νέο αυτό εύρημα ανακαλύφθηκε κοντά στο χωριό Les beaux της νότιας Γαλλίας και για το λόγο αυτό ονομάστηκε βωξίτης, το πιο κοινό μέταλλευμα του αλουμινίου .Αλλά , καθώς το αλουμίνιο δεν προκύπτει ποτέ φυσικά άφου είναι πάντα αναμειγμένο ,ακόμα και τότε δεν είχε παρασκευαστεί καθαρό αλουμίνιο.

Το 1825 ο Δανός Oerstead κατάφερε να απομονώσει το μέταλλο αλουμίνιο, χρησιμοποιώντας το χλωρίδιο του αλουμινίου (AlCl₃) και αμάλγαμα ποτάσας (ανθρακικό ή καυστικό κάλιο), δηλαδή ένα κράμα ποτάσας και ψευδαργύρου.Ο Oerstead ανεβάζοντας την θερμοκρασία του μίγματος , σε κατάσταση χαμηλής πίεσης πέτυχε την απομάκρυνση του ψευδαργύρου , ενώ το εναπομείναν υλικό ήταν το αλουμίνιο.

Την εργασία του Hans Christian Oerstead συνέχισε και ανέπτυξε δύο χρόνια αργότερα στο Βερολίνο ο Friedrich Wohler . Το 1827 περιγράφηκε αναλυτικά από τον Friedrich Wohler μία μέθοδος παρασκευής του αργιλίου σε γκρι σκόνη από άνυδρο χλωριούχο αργίλιο και κάλιο , η οποία βασίζεται στην μείωση του χλωριδίου του αλουμινίου μέσω ενός κράματος ποτάσας. Χρησιμοποιώντας αυτή την σκόνη κατάφερε να καθιερώσει τις χημικές ιδιότητες του αλουμινίου.

Το 1845 , ο Γερμανός Wohler παρήγαγε , πάλι μειώνοντας χλωρίδιο του αλουμινίου μέσω κράματος ποτάσας , στρογγυλά ψήγματα, όσο το μέγεθος κεφαλιού μιας καρφίτσας και καθιέρωσε την πυκνότητα του αλουμινίου ,υπολόγισε το ειδικό βάρος , σηματοδοτώντας μία από τις σπουδαιότερες ιδιότητες του αλουμινίου , την ελαφρότητα του.

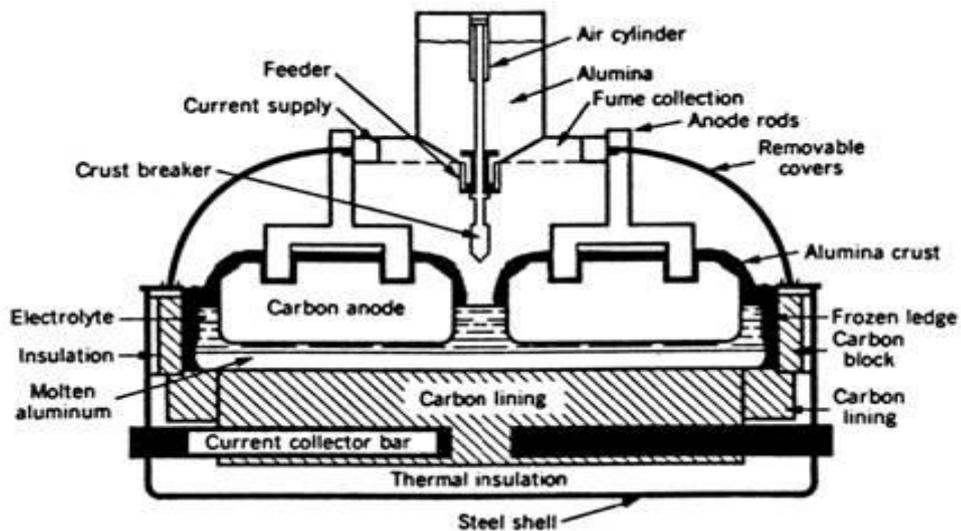
Το 1852 ο Gallow Henry Sainte-Claire Deville, με την υποστήριξη του Ναπολέοντα Γ΄ , βελτίωσε την μέθοδο του Wohler ,κάνοντας εφικτή την ανακάλυψη μεγαλύτερων ποσοτήτων αλουμινίου.Αυτό περιείχε την μείωση διπλού χλωριδίου νατρίου και αλουμινίου και έτσι παρουσιάστηκε η πρώτη εμπορική μέθοδος απόκτησης αλουμινίου .Μέχρι εκείνη την στιγμή ήταν ένα πολύτιμο μέταλλο ,πιο ακριβό από το χρυσό και την πλατίνα.Για το λόγο αυτό σε γεύματα του Ναπολέοντος Γ΄ της Γαλλίας , οι πιο σημαντικοί έτρωγαν σε πιάτα από αλουμίνιο.

Ανάμεσα στο 1855 και το 1886, ο Γάλλος Deville ανέπτυξε μία χημική μέθοδο παραγωγής που κατέληγε σε πολύ ακριβό αλουμίνιο – λόγω μεθόδου. Ακόμη το 1855 στην Διεθνή Έκθεση των Παρισίων εκτέθηκε μία ράβδος αλουμινίου με τον τίτλο του « χρυσού από πηλό».

Τα επόμενα 10 χρόνια η αξία του έπεσε πάνω από 90% αλλά παρ'όλα αυτά ήταν ακόμα πολύ ακριβό για να απορριφθεί από την βιομηχανία ως μέταλλο επιλογής.Το θεμέλιο λίθο για την εξάπλωση της παραγωγής αλουμινίου σε μεγάλη κλίμακα έβαλε το 1858 ο Henry-Luis Le Chatelier.

Μέχρι το 1890 περίπου 200 τόνοι αλουμινίου είχαν παραχθεί με την βοήθεια της μεθόδου του Saint-Claire Deville, που ανέπτυξε μία μέθοδο παραγωγής η οποία παρήγαγε και πάλι πολύ ακριβό αλουμίνιο.Το 1885 ο Αμερικανός Hamilton Y. Cassner βελτίωσε την μέθοδο του Deville και και έτσι η ετήσια παραγωγή αλουμινίου έφτασε στους 15 τόνους.

Η πραγματική επανάσταση προέκυψε ένα χρόνο αργότερα με την αξιοσημείωτη ,ξεχωριστή αλλά και παραλλήλη ανάπτυξη μιας μεθόδου απομόνωσης αλουμινίου .Δύο νέοι επιστήμονες , ο Paul Toussaint Heroult από την Γαλλία και ο Charles Martin Hall από τις ΗΠΑ δουλεύοντας χωριστά και χωρίς να ξέρει ο ένας την δουλειά του άλλου , εφηύραν μια νέα μέθοδο παραγωγής αλουμινίου . Σε αυτή την μέθοδο ,τήγμα μίγματος κρουλίθου , φθοριδίου του αργιλίου και οξειδίου του αργιλίου ηλεκτρολύεται με συνεχές ρεύμα .Το τηγμένο αργίλιο συγκετρώνεται στον πάτο του ηλεκτρολυτικού λουτρού.Όλο το αλουμίνιο που παράγεται στον κόσμο παράγεται με αυτήν τη μέθοδο . Η μέθοδος ονομάστηκε τιμητικά από τα ονόματα και των δύο επιστημόνων , μέθοδο Hall Heroult.



Εικόνα 1. Διάταξη Ηλεκτρόλυσης Heroult.

Αυτή η μέθοδος πυροδότησε μία πραγματική «άνθιση του αλουμινίου». Μέχρι και σήμερα η οικονομική παραγωγή του αλουμινίου βασίζεται στην μέθοδο του Hall Heroult, παρόλο που έχει υποστεί πολλές τεχνικές βελτιώσεις τα τελευταία χρόνια. Το γύρισμα της μοίρας έγινε το 1886, με την ταυτόχρονη τυχαία ανακάλυψη σε Αμερική και Γαλλία της ηλεκτρολυτικής μεθόδου κτήσης του μετάλλου από το οξείδιο του αλουμινίου.

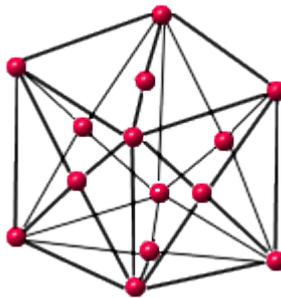
Ο Αμερικανός Hall και ο Γάλλος Heroult χάραξαν το δρόμο που μετέτρεψε σε λεωφόρο ο Γερμανός Bayer το 1888, επινοώντας μια λογικά οικονομική μέθοδο παραγωγής αλουμινίου από τον βωξίτη.

Σε μία νύχτα η τιμή του μετάλλου έπεσε από τα 18 \$ στα 4,50\$.

2.1.2 Γενικά στοιχεία

Το αλουμίνιο είναι χημικό στοιχείο που ανήκει στην τρίτη ομάδα του περιοδικού πίνακα. Συμβολίζεται ως Al, ο ατομικός του αριθμός είναι 13, το ατομικό του βάρος είναι 26,98 και το ειδικό βάρος δηλαδή η πυκνότητα του είναι ίση με $2,7 \text{ g/cm}^3$ σε θερμοκρασία 25°C . Το σημείο τήξης του είναι περίπου $659,7^\circ\text{C}$ και το σημείο ζέσεως 2057°C .

Το αλουμίνιο κρυσταλλώνεται στο εδροκεντωμένο κυβικό σύστημα (FCC) και η ατομική του ακτίνα είναι 2,856 Å. Η σταθερά του πλέγματος είναι οι διαγώνιες του κύβου, δηλαδή οι διευθύνσεις $\langle 110 \rangle$. Στην Εικόνα 2 φαίνεται η δομή του αλουμινίου.



Εικόνα 2. Δομή του αλουμινίου

Το αλουμίνιο είναι το τρίτο σε περιεκτικότητα στοιχείο στο γηνό φλοιό με ποσοστό 7.5 % μετά το οξυγόνο και το πυρίτιο. Το αλουμίνιο υπάρχει σχεδόν παντού στην φύση, αλλά κλειδωμένο σε διάφορες χημικές ενώσεις με μεγάλη χημική ευστάθεια.

Βρίσκεται στους Βωξίτες ως υδροξείδιο του αργιλίου, στους άστριους με την μορφή του πυριτικού αργιλίου, ενώ ακόμα απαντάται στους μαρμαρυγίες.

2.1.3 Ιδιότητες του αλουμινίου

Το αλουμίνιο καταλαμβάνει μια ιδιαίτερη θέση μεταξύ των άλλων μετάλλων, γεγονός που οφείλεται στα μοναδικά και υψηλά χαρακτηριστικά του. Οι ξεχωριστές ιδιότητες που βοήθησαν στην αποδοχή του αλουμινίου σε όλους τους σημαντικούς τεχνολογικούς τομείς, όπως γενικές μηχανικές εφαρμογές, κατασκευές, μεταφορές, ηλεκτρονικές εφαρμογές, αεροναυπηγική, χημική βιομηχανία, βιομηχανία τροφίμων κ.ά.

Το αλουμίνιο είναι μέταλλο λευκό-αργυρόχρωμο, ελαφρύ και ευκατέργαστο. Παρουσιάζει μεγάλη χημική δραστικότητα και καλή αντίσταση στην διάβρωση, η οποία οφείλεται στο

φαινόμενο της παθητικοποίησης ,δηλαδή στην γρήγορη δημιουργία ενός λεπτού στρώματος οξειδίου που προστατεύει την επιφάνεια από άλλες αλλοιώσεις.Με μαζικό αριθμό 27, διαθέτει 6 ραδιενεργά ισότοπα ,από τα οποία μόνο το ένα είναι ευσταθές (^{27}Al) και βρίσκεται σε κάποιους μετωρίτες ,ενώ χάρη στο μεγάλο χρόνο υποδιπλασιασμού του χρησιμοποιείται για την μέτρηση ραδιενέργειας ως πρότυπο και σε έρευνες της διάβρωσης των κραμάτων.

Οι σπουδαιότερες ιδιότητες του Al είναι :

- Χαμηλό ειδικό βάρος ($2,7 \text{ g/cm}^3$ σε θερμοκρασία $25 \text{ }^\circ\text{C}$).Μόλις το 1/3 εκείνου του σιδήρου ($7,86 \text{ g/cm}^3$ σε θερμοκρασία $25 \text{ }^\circ\text{C}$).
- Διαμορφώνεται ,ελάσσεται , εξελάσσεται , διελάσσεται , συγκολλάται ,συνεπώς αποτελεί ιδανικό μέταλλο κατασκευών .Το μέτρο ελαστικότητας (70.000 MPa) του είναι 3φορές μικρότερο από εκείνο του σιδήρου($\sim 210.000 \text{ MPa}$)
- Το αλουμίνιο και τα κράματα του είναι ανθεκτικό εως πολύ ανθεκτικό σε πολλές μορφές διάβρωσης .Λόγω της μεγάλης χημικής συνάφειας με το οξυγόνο , η φυσική επιφάνεια του μετάλλου είναι μόνιμα καλυμμένη με στρώμα οξειδίου του αργιλίου ,που αποτελείται ένα πολύ μεγάλο εμπόδιο στην διάβρωση .Αυτή η ιδιότητα , το κάνει τόσο δημοφιλές στην Δομική , στη Ναυπηγική ,στην γενικότερη βιομηχανία κατασκευής μεταφορικών μέσων (Αυτοκίνητα , Τραίνα , Αεροπλάνα). Το μειωμένο έως μηδενικό κόστος συντηρήσεως σε συνδυασμό με το χαμηλό ειδικό βάρος επηρεάζουν θετικά την επιλογή του αλουμινίου.
- Το αλουμίνιο έχει υψηλή ηλεκτρική αγωγιμότητα.Ισoutai με το 75% αυτής του χαλκού,λαμβάνοντάς όμως υπόψη της χαμηλής του πυκνότητας , το αλουμίνιο χαρακτηρίζεται ως καλύτερος αγωγός .
- Δεν μαγνητίζεται , ιδιότητα που θεωρείται πολύ ουσιώδης για ειδικές εφαρμογές ,όπως η τεχνολογία ηλεκτρονικών και θαλάσσης (πλατφόρμες άντλησης πετρελαίου).
- Δεν είναι τοξικό ,είναι αδιαπέρατο για διάφορα περιβαλλόντα μέσα , ιδιότητες που το καθιέρωσαν βασική πρώτη ύλη για τις συσκευασίες γενικά ,αλλά και τις εύκαμπτες συσκευασίες τροφίμων .
- Υψηλή ανακλαστικότητα φωτός (πάνω από 80 %) και έχει πολύ καλή θερμική αγωγιμότητα (σχεδόν διπλάσια του σιδήρου) .Ιδιότητα πολύ χρήσιμη για την δόμηση , τις μονώσεις και την βιομηχανία παραγωγής θερμικών εναλλακτών.
- Αντοχή σε χαμηλές θερμοκρασίες , και
- Τέλος , παρουσιάζει καλή ευχυτότητα , ιδιότητα που το καθιστά ικανό να χρησιμοποιείται για την κατασκευή εξαρτημάτων με πολύπλοκο σχήμα.

2.1.4 Χρήσεις αλουμινίου

Το αλουμίνιο χρησιμοποιείται ευρέως σε πληθώρα εφαρμογών. Η χρήση του αλουμινίου για την κατασκευή προϊόντων έχει επίσης σημαντικά πλεονεκτήματα λόγω εξοικονόμησης ενέργειας που επιτυγχάνεται.

Πιο συγκεκριμένα :

- Στον τομέα μεταφορών , το αλουμίνιο βρίσκει συνεχώς αυξανόμενη εφαρμογή στην κατασκευή τραίνων, αεροπλάνων , αυτοκινήτων ,επιβατηγών πλοίων , και διαστημικών οχημάτων λόγω του ότι συνδυάζει χαμηλό βάρος και στιβαρότητα κατασκευής .Ειδικότερα , στην αυτοκινητοβιομηχανία , η ελάττωση του βάρους συνεπάγεται μειωμένη κατανάλωση καυσίμου καθ'όλη την διάρκεια ζωής του αυτοκινήτου. Έτσι λοιπόν , με την χρήση του αλουμινίου αντί ενός βαρύτερου μετάλλου , μειώνεται η εκπομπή καυσαερίων και η συνολική κατανάλωση του καυσίμου.
- Εκτεταμένη χρήση αλουμινίου γίνεται και στον τομέα των δομικών κατασκευών . Έρευνες έδειξαν ότι μέσω της χρήσης αλουμινίου στην δόμηση εξοικονομείται ενέργεια (50% το χειμώνα και 25% το καλοκαίρι).Ταυτόχρονα το αλουμίνιο αποτελεί το ιδανικό υλικό για συστήματα σκιασμού κτηρίων και στήριξης φωτοβολταϊκών στοιχείων .Επισης το αλουμίνιο αποτελεί το κατάλληλο υλικό για εξωτερικά κουφώματα διότι παρουσιάζει καλή συμπεριφορά στις εκάστοτε κλιματολογικές συνθήκες .Τα συστήματα κουφωμάτων αλουμινίου ικανοποιούν τις απαιτήσεις για τον σχεδιασμό , την λειτουργικότητα , την ηχομόνωση , την θερμομόνωση και την αντοχή στον χρόνο .
- Στην συσκευασία ποτών και αναψυκτικών , σημαντικό ρόλο παίζει το χαμηλό βάρος των κουτιών του αλουμινίου σε σχέση με άλλες εναλλακτικές συσκευασίες .Το γεγονός αυτό περιορίζει την ενέργεια που δαπανάται τόσο για την μεταφορά όσο για την διακίνηση των διάφορων προϊόντων .
- Τέλος , χρησιμοποιείται και στην ηλεκτρική βιομηχανία για την παραγωγή καλωδίων , κεραίων και εξαρτημάτων για τις τηλεοράσεις , τους καταψύκτες και τα συστήματα κλιματισμού.

2.1.5 Το αλουμίνιο και τα κράματα του

Ο κύριος λόγος δημιουργίας κραμάτων είναι η βελτίωση μηχανικών, τριβολογικών και διαβρωτικών ιδιοτήτων του εκάστοτε μετάλλου.

Τα κράματα αλουμινίου δημιουργούνται ώστε να βελτιώσουν την μέτρια μηχανική του αντοχή (90MPa σε θερμοκρασία 25°C ενώ ο μαλακός χάλυβας έχει 260 MPa σε θερμοκρασία 25°C) και τις επιφανειακές ιδιότητες, δηλαδή την αντοχή στην διάβρωση και την τριβή.

2.1.5.1 Κραματικές προσθήκες

Οι κυριότερες κραματικές προσθήκες του αλουμινίου καθώς και η επίδρασή τους στις ιδιότητες του φαίνεται στην Εικόνα 3.

	ΚΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΠΡΟΣΘΗΚΕΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ
ΠΡΟΣΘΗΚΗ	ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΣΤΙΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΟΥ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ
ΧΑΛΚΟΣ	Σε ποσοστό ως 12%, βελτιώνει την μηχανική αντοχή και την κατεργασιμότητα. Η σκλήρυνση επιτυγχάνεται με κατακρήμνιση
ΣΙΔΗΡΟΣ	Σε μικρά ποσοστά βελτιώνει την αντοχή και την σκληρότητα και μειώνει τις πιθανότητες θερμής ρωγμάτωσης κατά την χύτευση
ΜΑΓΓΑΝΙΟ	Βελτιώνει την ολκιμότητα και σε συνδυασμό με τον σίδηρο, την χυτευσιμότητα
ΜΑΓΝΗΣΙΟ	Βελτιώνει την μηχανική αντοχή και την αντοχή σε διάβρωση. Σε ποσοστό μεγαλύτερο από 6% προκαλεί σκλήρυνση με κατακρήμνιση
ΠΥΡΙΤΙΟ	Βελτιώνει κατά πολύ την χυτευσιμότητα και την αντοχή σε διάβρωση.
ΨΕΥΔΑΡΓΥΡΟΣ	Μειώνει την χυτευσιμότητα, αλλά σε συνδυασμό με άλλα στοιχεία προσθήκη, βελτιώνει την μηχανική αντοχή
	<i>Εικόνα 3. Κραματικές προσθήκες αλουμινίου</i>

Τα κράματα αλουμινίου διακρίνονται σε δύο κατηγορίες :

- Χυτά κράματα που χρησιμοποιείται για την απευθείας παραγωγή των τεμάχιων τελικών προϊόντων.
- Διαμορφωμένα κράματα (wrought) που με έλαση ή διέλαση ή άλλη μηχανική κατεργασία οδηγεί στα τελικά προϊόντα.

2.1.5.2 Χυτά κράματα αλουμινίου

Τα χυτά κράματα αλουμινίου ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης χωρίζονται στις ακόλουθες κατηγορίες σύμφωνα με το σύστημα A.A (American Association) (Εικόνα 4).

ΧΥΤΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ	
ΚΩΔΙΚΟΣ	ΚΥΡΙΑ ΠΡΟΣΘΗΚΗ
1XX.X	Αλουμίνιο καθαρότητας 99,00%
2XX.X	Χαλκός
3XX.X	Πυρίτιο και Χαλκό ή Μαγνήσιο
4XX.X	Πυρίτιο
5XX.X	Μαγνήσιο
6XX.X	Μην χρησιμοποιούμενη σειρά
7XX.X	Ψευδάργυρο
8XX.X	Κασσίτερος
9XX.X	Άλλα στοιχεία

Εικόνα 4. Χυτά κράματα αλουμινίου

Για τα κράματα χύτευσης ο πρώτος αριθμός υποδηλώνει το κύριο στοιχείο προσθήκης και οι δύο επόμενοι την σιδική κατηγορία του κράματος της οικείας ομάδας . Ο τέταρτος αριθμός , ο οποίος χωρίζεται με τελεία από τους τρεις πρώτους ,αφορά την μορφολογία του προϊόντος χύτευσης .Μετατροπή της αρχικής χημικής σύστασης υποδηλώνει με ένα γράμμα μπροστά από τον κωδικό.

2.1.5.3 Διαμορφωμένα κράματα αλουμινίου

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

- Επανάτξη του χυτού υλικού και δεύτερη χύτευση
- Επιφανειακή εκλέπτυνση του υλικού (Θερμή έλαση ,έλαση εν ψυχρώ ,διέλαση , σφυρηλάτηση).

Σε αντιστοιχία με τα χυτά κράματα , τα κράματα διαμορφώσης διακρίνονται σε διάφορες κατηγορίες ανάλογα με την κύρια κραματική προσθήκη.(Εικόνα 5).

	ΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ
ΚΩΔΙΚΟΣ	ΚΥΡΙΑ ΠΡΟΣΘΗΚΗ
1XXX	Αλουμίνιο καθαρότητας 99,00 %
2XXX	Χαλκός
3XXX	Μαγγάνιο
4XXX	Πυρίτιο
5XXX	Μαγνήσιο
6XXX	Μαγνήσιο και Πυρίτιο
7XXX	Ψευδάργυρο
8XXX	Άλλα στοιχεία
9XXX	Σειρές που δεν χρησιμοποιούνται

Εικόνα 5. Διαμορφωμένα κράματα αλουμινίου

Στην περίπτωση αυτή ο πρώτος αριθμός υποδηλώνει το κύριο στοιχείο προσθήκης . Ο δεύτερος χρησιμοποιείται για την δήλωση τροποποιήσεις των ορίων περιεκτικότητας των ακαθαρσιών .Τέλος ,οι δύο τελευταίοι αριθμοί στην περίπτωση της σειράς 1XXX, δίνουν το δεκαδικά ποσοστά , για περιεκτικότητα αλουμινίου υψηλότερες του 99,00 %,ενώ στην περίπτωση των κράματων αλουμινίου άλλων σειρών , οι δύο τελευταίοι αριθμοι χρησιμοποιούνται αποκλειστικά για τον προσδιορισμό της ειδικής κατηγορίας του κράματος της οικείας ομάδας .

Κατηγοριοποίηση διαμορφωμένων κραμάτων

Σειρά 1000, Καθαρό αλουμίνιο με 99,00% ελάχιστη καθαρότητα

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

Σειρά 2000, Κράματα αλουμινίου – χαλκού

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

Σειρά 3000, Κράματα αλουμινίου – μαγγανίου

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

Σειρά 4000, Κράματα αλουμινίου – πυριτίου

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

Σειρά 5000, Κράματα αλουμινίου - μαγνησίου

Τα κράματα αυτά προσφέρουν την καλή συγκολλησιμότητα, την καλή συμπεριφορά σε χαμηλές θερμοκρασίες, την πολύ καλή αντιδιαβρωτική συμπεριφορά στο θαλάσσιο περιβάλλον και μηχανικές αντοχές. Χρησιμοποιείται ευρέως στην ναυπηγική, στην χημική βιομηχανία, στις οικοδομές, στα μεταφορικά μέσα. Χαρακτηριστικά κράματα είναι τα 5005, 5052, 5754, 5083, 5086, 5182.

Σειρά 6000, Κράματα αλουμινίου – πυριτίου – μαγνησίου

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

Σειρά 7000, Κράματα αλουμινίου – ψευδαργύρου

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

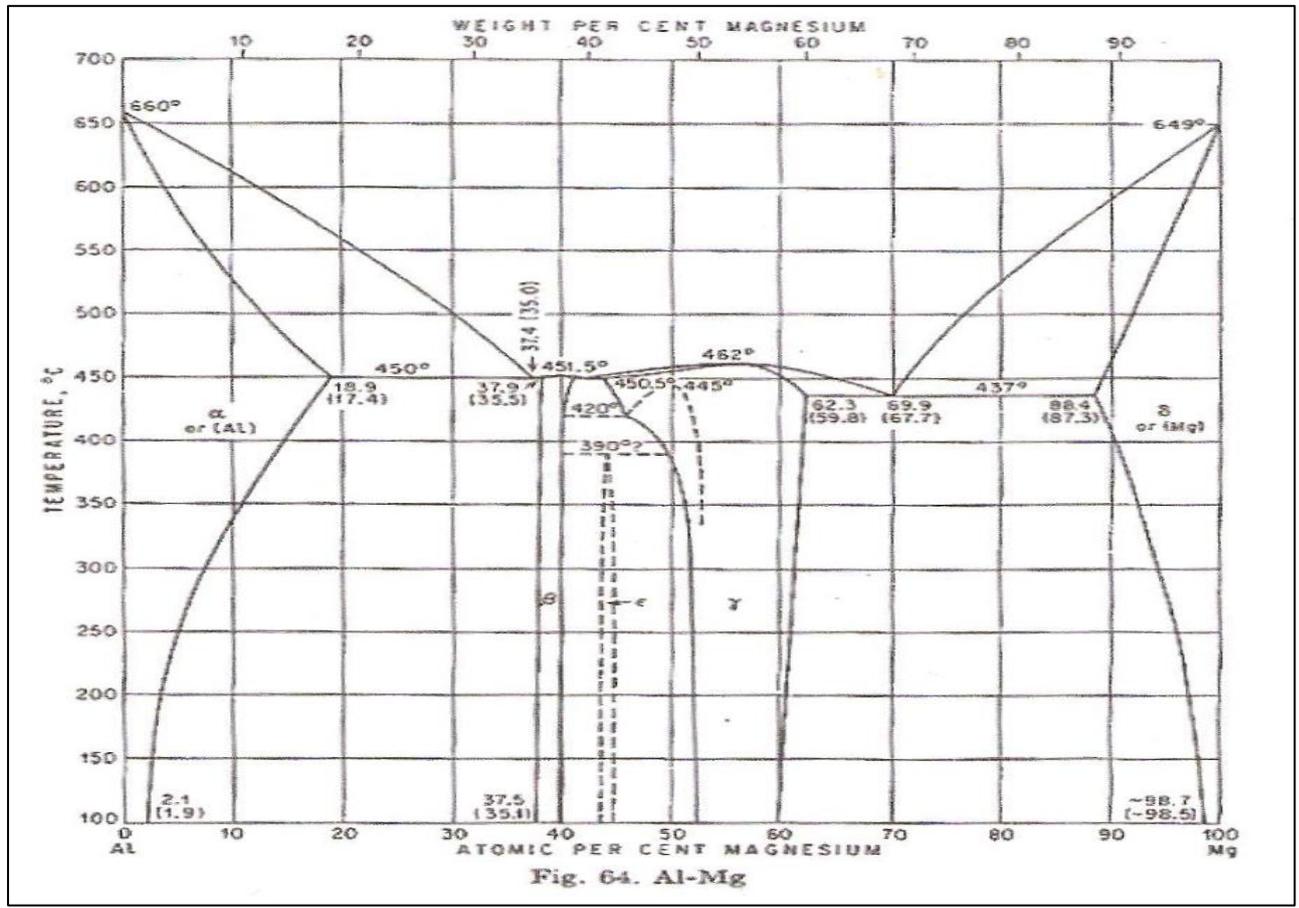
2.1.5.4 Σειρά κραμάτων αλουμινίου 5000

Πρόκειται για κράματα με κύρια κραματική προσθήκη το μαγνήσιο, σε ποσοστά μικρότερα του 4 % κ.β. Από το διάγραμμα φάσεων Al-Mg (Εικόνα 6), παρατηρείται ότι το όριο διαλυτότητας του μαγνησίου στο στερεό διάλυμα αλουμινίου (φάση α) σε θερμοκρασία 25 °C είναι 1,9 κ.β Mg. Η μέγιστη διαλυτότητα μαγνησίου στο αλουμίνιο είναι 18,9 % κ.β Mg σε θερμοκρασία 450°C. Με παιρετέρω προσθήκη μαγνησίου γίνεται κατακρήμνιση της μεσομεταλλικής ένωσης Mg_2Al_3 , (φάση β), η οποία είναι σκληρή και εύθραυστη.

Τα κράματα σειράς 5000 παρουσιάζουν μέτρια μηχανική αντοχή, που βελτιώνει με ενδοτραχύνση, σε βάρος όμως της ολκιμότητάς τους. Όταν βρίσκονται στην μεταλλουργική κατάσταση, μπορούν να διαμορφωθούν εν ψυχρώ ή εν θερμώ. Συγκολλώνται εύκολα και έχουν υψηλή αντοχή σε θαλάσσια διάβρωση. Στην περίπτωση που πρόκειται να υποστούν τέτοιες επιφανειακές κατεργασίες, θα πρέπει τα ποσοστά του πυριτίου να διατηρούνται σε χαμηλά επίπεδα.

Το μαγνήσιο επιφέρει καλύτερη σκληρύνση απ'ότι το μαγγάνιο, αφού για την παραγωγή του κράματος με την ίδια σκληρότητα απαιτείται μικρότερη ποσότητα μαγνησίου. Τα κράματα μαγνησίου δίνουν ένα μεγάλο εύρος αντοχής και σκληρότητας και έχουν εξαιρετικές ιδιότητες σε κρυογενικές συνθήκες καθώς και καλή συγκολλησιμότητα.

Τα κράματα της σειράς αυτής δεν υφίστανται σκλήρυνση δομής με θερμική κατεργασία. Οι μηχανικές τους ιδιότητες ρυθμίζονται με κατεργασία σκλήρυνσης, με την δημιουργία οριακών στερεών διαλυμάτων, και κυρίως με ενδοτραχύνση.



Εικόνα 6. Διάγραμμα φάσεων Al - Mg

2.1.5.5 Κράμα 5752

Στην παρούσα διπλωματική εργασία, χρησιμοποιήθηκε κράμα αλουμινίου της σειράς 5XXX και συγκεκριμένα το Al 5752, το οποίο έχει μέτρια μηχανική αντοχή και έχει εφαρμογές στην οικοδομή και στην αυτοκινητοβιομηχανία, όπου κατασκευάζονται εξαρτήματα από αυτό, με σφυρηλασία.

Η χημική σύσταση του κράματος που μελετήθηκε στην εργασία αυτή βρέθηκε με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροαναλυτή στοιχείων EDAX, παρατίθεται στην Εικόνα 7.

ΧΗΜΙΚΗ ΣΥΣΤΑΣΗ ΤΟΥ ΑΙ 5752	
Στοιχείο	Μέγιστη Περιεκτικότητα(% κ.β.)
Si	0,51
Mg	2,47
Mn	0,30
Al	96,5
Fe	0,22

Εικόνα 7. Χημική σύσταση κράματος αλουμινίου 5752

Οι τυπικές ιδιότητες ενός κράματος 5752, όπως αυτές δίδονται από την American Society of Metals(ASM), παρουσιάζονται ακολούθως :

Πυκνότητα :2660 kg/m³

Σημείο τήξης : 600⁰C

Μέτρο Ελαστικότητας : 68 GPa

Συντελεστής θερμικής Διαστολής : 24 x 10⁻⁶ /K

Θερμική Αγωγιμότητα : 147 W/m.K

Ηλεκτρική αντίσταση :0.049 x 10⁻⁶ Ωm

2.2 ΜΕΤΑΛΛΙΚΕΣ ΕΠΙΚΑΛΥΨΕΙΣ

2.2.1 Γενικά

Ως επιμετάλλωση χαρακτηρίζεται οποιοδήποτε μέγεθος επικάλυψης ή επιφανειακής επεξεργασίας, που έχει ως σκοπό την απόθεση ενός ή περισσότερων στρωμάτων μετάλλου ή κράματος στην επιφάνεια κάποιου υλικού. Οι ιδιότητες που συνήθως επιδιώκεται να δοθούν σε μια μεταλλική επιφάνεια με την μέθοδο της επιμετάλλωσης είναι η προστασία από την διάβρωση και την οξείδωση, η βελτίωση της αντοχής σε τριβή και φθορά, η βελτίωση της επιφανειακής σκληρότητας, καθώς και η αισθητική βελτίωση της εμφάνισης τους.

Οι επιμεταλλώσεις ή μεταλλικές επικαλύψεις οδηγούν στην ανάπτυξη **σύνθετων υλικών**. Αυτά έχουν μια περιοχή, συνήθως κοντά στην επιφάνεια τους, οι ιδιότητες της οποίας διαφέρουν σημαντικά από αυτές της υπόλοιπης μάζας τους. Αυτά τα σύνθετα υλικά αποτελούνται από δύο μέρη: η μεταλλική επικάλυψη και το επικαλυπτόμενο υλικό (υπόστρωμα). Η επιφάνεια του υποστρώματος υποβάλλεται σε κατεργασία καθαρισμού και προετοιμασίας, πριν από την διαδικασία της επιμετάλλωσης.

Οι ιδιότητες των υλικών που έχουν υποβληθεί σε κατεργασία επιμετάλλωσης, δεν εξαρτώνται μόνο από τα χαρακτηριστικά του υποστρώματος και του υλικού επικάλυψης. Εξαρτώνται επίσης από την μέθοδο με την οποία πραγματοποιήθηκε η επικάλυψη, από την επίδραση που ασκεί το υπόστρωμα στην επικάλυψη και αντίστροφα. Πράγματι, καθοριστικό ρόλο στην συμπεριφορά των μεταλλικών επικαλύψεων έχει η δομή και οι ιδιότητες της διεπιφάνειας επικάλυψης – υποστρώματος.

Η επιτυχία μιας διαδικασίας επιμετάλλωσης συνδέεται άμεσα με την εξασφάλιση τέτοιων συνθηκών, ώστε να είναι ικανοποιητική η πρόσφυση του προς επικάλυψη μετάλλου στην επιφάνεια του υποστρώματος.

2.2.2 Κατηγορίες μεταλλικών επικαλύψεων

- **Ηλεκτρολυτικές επικαλύψεις**

Συνιστάνται στην επικάλυψη ενός υλικού από ένα μέταλλο ή από ένα κράμα μετάλλων, με την βοήθεια του φαινομένου της ηλεκτρόλυσης. Η επικάλυψη γίνεται κυρίως σε μεταλλικές (αγωγίμες) επιφάνειες, οι οποίες έχουν υποστεί προηγουμένως κατάλληλη κατεργασία. Συγγενείς τεχνικές προς την ηλεκτρόλυση είναι ηλεκτροστατική και η ηλεκτροφρητική επικάλυψη.

- **Επιμεταλλώσεις με εμβάπτιση σε τήγματα μετάλλων ή κραμάτων :**

Η μέθοδος αυτή είναι η παλαιότερη μέθοδος επικάλυψης που εμφανίστηκε για την επικάλυψη του σιδήρου ή των χαλύβων με ψευδάργυρο(γαλβανισμός) , με κασσίτερο (επικαστέρωση) , με μόλυβδο και με αλουμίνιο .Κατά την διαδικασία αυτή , το υπόστρωμα εμβαπτίζεται σ'ένα υγρό για ένα ορισμένο χρονικό διάστημα , στην εξέρχεται και στην επιφάνεια του υποστρώματος έχει σχηματιστεί το επίστρωμα.Σε μερικά συστήματα το υγρό εμβάπτισης βρίσκεται θερμοκρασία ανώτερη από αυτή του περιβάλλοντος .

- **Επιμεταλλώσεις με χημικές μεθόδους :**

Αυτές συνιστούνται στην πραγματοποίηση μιας απλής χημικής αντίδρασης ανάμεσα στο προς επικάλυψη μέταλλο και σε ένα άλλο μέταλλο , λιγότερο ηλεκτροθετικό από αυτό , το οποίο βρίσκεται υπό την μορφή ιόντων σε υδατικό διάλυμα. Με αυτό τον τρόπο επιτυγχάνεται η επιχάλκωση του σιδήρου , η επινικέλωση , η επαργύρωση και η επιχρύσωση λιγότερο ευγενών μετάλλων .

- **Επιμεταλλώσεις υπό κενό :**

Οι τεχνικές αυτής της κατηγορίας διακρίνονται σε φυσικές .Όπως είναι η επιμετάλλωση με εξάχνωση σε κενό και σε χημικές , κατά τις οποίες πραγματοποιείται ορισμένη χημική αντίδραση στη φάση των ατμών , πολύ κοντά ή πάνω ακριβώς στην επιφάνεια του υποστρώματος .Το προϊόν της αντίδρασης είναι αυτό που της επικάλυψη στην επιφάνεια του υποστρώματος , το οποίο μπορεί να είναι ένα μέταλλο , ένα κράμα , ένας ημιαγωγός ή μια πυρίμαχη ουσία.

- **Επιμεταλλώσεις με ψεκασμό**

Η τεχνική αυτή είναι από τις πλέον εύχρηστες για την απόθεση διαφόρων σκληρών επιστρωμάτων.Κατά την αυτή , το υλικό που πρόκειται να αποθεθεί , μεταφέρεται σε μια πολύ θερμή ζώνη , στην οποία τήκεται , και κατόπιν εκτοξεύεται στο υπόστρωμα , όπου και στερεοποιείται .

Η επιλογή μιας συγκεκριμένης μεθόδου επιμετάλλωσης είναι αποτέλεσμα της εκτίμησης μιας σειράς παραγόντων .Οι πιο σημαντικοί από τους παράγοντες αυτούς είναι :

-
1. Η φύση του υλικού που πρόκειται να αποθεθεί .
 2. Η ταχύτητα πραγματοποίησης της απόθεσης .
 3. Οι περιορισμοί που επιβάλλονται από την φύση του υποστρώματος (π.χ : η μέγιστη θερμοκρασία με την οποία μπορεί να πυρωθεί χωρίς να υποστεί αλλοιώσεις)
 4. Η συνάφεια μεταξύ επικάλυψης και υποστρώματος .
 5. Το είδος εξοπλισμού που απαιτεί η συγκεκριμένη μέθοδος , η ευκολία εξασφάλισης των απαιτούμενων πρώτων υλών (κυρίως εκείνων που συνιστούν το υλικό επικάλυψης) και το συνολικό κόστος της διαδικασίας .
 6. Θέματα που συνδέονται με την ασφάλεια , την υγιεινή και το περιβάλλον .

Τέλος αναφέρονται και ορισμένες ειδικές κατηγορίες επιμεταλλώσεων , όπως είναι οι επιμεταλλώσεις με επιφανειακή θερμική κατεργασία σε στερεό , υγρό και αέριο περιβάλλον , οι επιμεταλλώσεις με επίχρισμα , το οποίο παρέχει μεταλλικές σκόνες εν αιωρήσει σε καταλληλο υγρό διασποράς και στην συνέχεια απομακρύνεται με εξάτμιση .

2.2.3 Χρήσεις των μεταλλικών επικαλύψεων

- Στην ηλεκτροτεχνία και την ηλεκτρονική , για κατασκευή αγωγών , ηλεκτρικών επαφών , αντιστάσεις , φωτοκύτταρων , φωτοανιχνευτών , φωτοβολταϊκών στοιχείων καθώς επίσης και υπεραγωγίμων υλικών .Εφαρμόζονται επίσης σε οπτικό – ηλεκτρονικές διατάξεις και σε οθόνες υγρών κρυστάλλων.
- Στην μηχανολογία , για την ανάπτυξη επιφανειών λίπανσης , για την πραγματοποίηση επικαλύψεων ανθεκτικών στην τριβή και στην φθορά , για την πρόσδοση μεγάλης σκληρότητας στην κόψη διαφόρων εργαλείων κ.α.
- Στις διακοσμητικές τέχνες , για την βελτίωση της εξωτερικής εμφάνισης διαφόρων αντικειμένων
- Στην χημική τεχνολογία , για την κατασκευή επικαλύψεων ανθεκτικών στην διάβρωση , πλακών ηλεκτρικών συσσωρευτών , κεραμικών υλικών υψηλής συνεκτικότητας κ.α
- Στην οπτική ,για την κατασκευή ανακλαστικών επιφανειών σε διατάξεις ακτινών laser , στην αρχιτεκτονική , για την κατασκευή κατόπτρων αυτοκινήτων και οικιακής χρήσης , για την κατασκευή επιφανειών που απορροφούν εκλεκτικά τις ηλιακές ακτινοβολίες κ.α
- Στην πυρηνική τεχνολογία , στην τεχνολογία τρφήμων και βιοατρική τεχνολογία για την κατασκευή τεχνητών βιοσυμβατών ανθρωπίνων οργάνων όπως καρδιακές βαλβίδες κ.α

2.2.4 Βασικές αρχές ηλεκτρολυτικών επικαλύψεων

Οι ιδιότητες της επιφάνειας κάθε υλικού καθορίζουν μερικές από τις πιο σημαντικές ιδιότητες των υλικών, όπως η αντοχή στην διάβρωση, η αντοχή στην τριβή και φθορά, και ορισμένες ηλεκτρικές ιδιότητες. Συνεπώς για να μεταβληθούν οι παραπάνω ιδιότητες ενός υλικού σύμφωνα με τις εκάστοτε ανάγκες διατηρώντας ταυτόχρονα τις άλλες ιδιότητες του υλικού, γίνεται επέμβαση στην επιφανειακή δομή του υλικού.

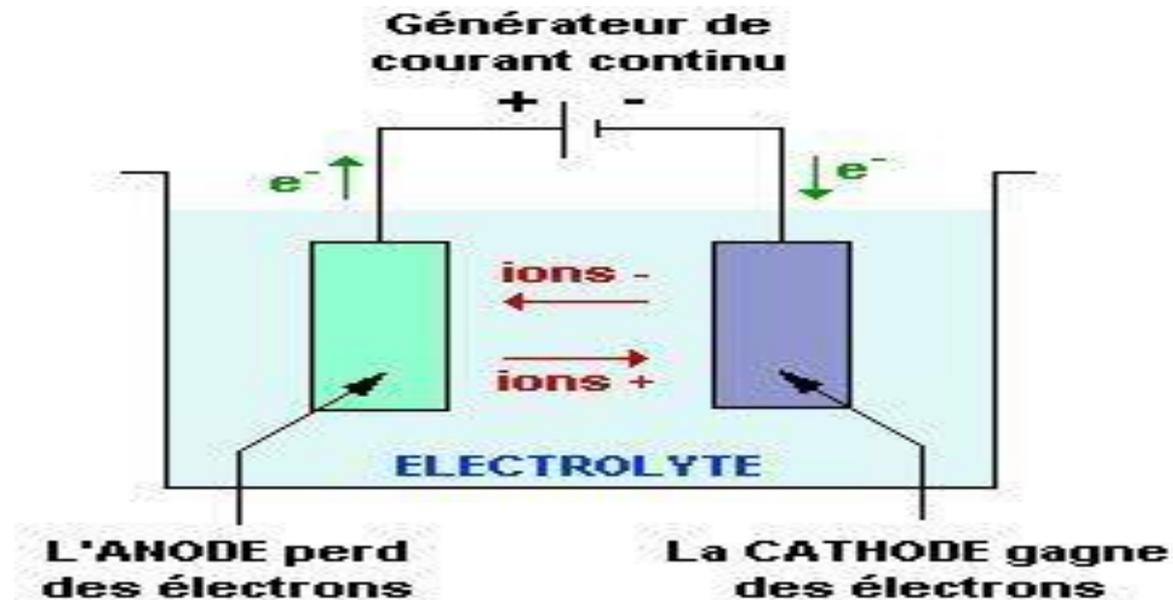
Η επέμβαση στην δομή της επιφάνειας ενός υλικού μπορεί να γίνει με θερμικές ή με θερμοχημικές μεθόδους (επιφανειακή σκλήρυνση με θερμική κατεργασία, ενανθράκωση κ.α), όπως και με απόθεση ενός επιστρώματος το οποίο φέρει τις απαιτούμενες ιδιότητες. Αναπτύχθηκαν πολλές τεχνικές απόθεσης, εξαιτίας αυξανόμενης ανάγκης για επίστρωμα με υψηλή ποιότητα και αξιοπιστία, καθώς και του πλήθους των τεχνολογικών εφαρμογών.

Έτσι έγινε δυνατή η απόθεση ενός μεγάλου αριθμού μετάλλων, κεραμικών, πολυμερών και σύνθετων υλικών σε μια κατάλληλα προετοιμασμένη επιφάνεια.

Μια από τις σημαντικότερες και παλαιότερες μεθόδους για την απόθεση επιστρωμάτων είναι η ηλεκτρολυτική επιμετάλλωση ή αλλιώς ηλεκτροαπόθεση (electrodeposition). Στις αρχές του προηγούμενου αιώνα αποτέθηκαν με επιτυχία τα πρώτα μέταλλα (χρυσός, άργυρος, χαλκός, νικέλιο) χρησιμοποιώντας αυτή την μέθοδο. Τότε τέθηκαν και οι βασικές αρχές αυτής της μεθόδου.

Στις μέρες μας οι εφαρμογές της της ηλεκτροαπόθεσης έχουν ως στόχο την παραγωγή επιστρωμάτων με αντοχή στην διάβρωση και φθορά, και την παραγωγή υλικών για την ηλεκτρονική και την ηλεκτροτεχνία.

2.2.4.1 Ηλεκτροχημική θεώρηση των ηλεκτρολυτικών επικαλύψεων



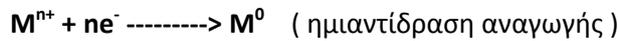
Εικόνα 8. Διάταξη ηλεκτροαπόθεσης

Για να πραγματοποιηθεί η ηλεκτρολυτική επικάλυψη μιας μεταλλικής επιφάνειας είναι απαραίτητη η χρήση κατάλληλης διάταξης ηλεκτροαπόθεσης. Μια τέτοια διάταξη αποτελείται από ένα δοχείο το οποίο περιέχει τον κατάλληλο ηλεκτρολύτη (λουτρό), ανάλογα με το είδος επικάλυψης που θα γίνει. Το λουτρό συνήθως είναι ένα υδατικό διάλυμα του άλατος του μετάλλου που πρόκειται να αποθεθεί. Έτσι, το άλας διασπάζεται στο νερό και βρίσκεται μέσα στην κυψελίδα με την μορφή θετικών ιόντων (κατιόντα μετάλλου) M^{n+} και αρνητικών ιόντων (ανιόντα) A^{n-} :



Μέσα στο ηλεκτρολυτικό λουτρό είναι βυθισμένο τα ηλεκτρόδια της ανόδου και της καθόδου. Το ηλεκτρόδιο της ανόδου είναι συνδεδεμένο με το θετικό και το ηλεκτρόδιο της καθόδου με το αρνητικό πόλο μιας πηγής συνεχούς ρεύματος. Η ροή του ηλεκτρικού ρεύματος εξασφαλίζεται με τα ιόντα που βρίσκονται μέσα στο διάλυμα.

Όταν εφαρμόζεται διαφορά δυναμικού μεταξύ ανόδου και καθόδου, τα ιόντα του μετάλλου M^{n+} μεταφέρονται μέσω του ηλεκτρολυτικού λουτρού προς την κάθοδο. Εκεί, προσλαμβάνουν ηλεκτρόνια και αποφορτίζονται (ανάγονται). Δηλαδή, παίρνουν n ηλεκτρόνια χάνουν το φορτίο τους και μετατρέπονται σε ουδέτερα άτομα μετάλλου:



Έτσι τα μεταλλικά άτομα αποτίθενται στην επιφάνεια της καθόδου και την επικαλύπτουν. Από την άλλη μεριά, τα ανιόντα A^{n-} του άλατος κινούνται λόγω της επίδρασης του ηλεκτρικού πεδίου προς την άνοδο. Εκεί αποδίδουν τα n ηλεκτρόνια που τους περισσεύουν και αποφορτίζονται (οξειδώνονται). Δηλαδή μετατρέπονται σε ουδέτερα άτομα (A):



Σε ορισμένες περιπτώσεις ηλεκτρολυτικών επικαλύψεων, η άνοδος αποτελείται από το μέταλλο, το οποίο πρόκειται να αποθεθεί. Στις περιπτώσεις αυτές, λόγω της επίδρασης του ηλεκτρολυτικού διαλύματος, άτομα του μετάλλου της ανόδου (M) μετατρέπονται σε μεταλλικά κατιόντα (M^{n+}), εμπλουτίζοντας το ηλεκτρολυτικό διάλυμα με κατιόντα του προς απόθεση μετάλλου. Αποτέλεσμα της διαδικασίας αυτής είναι η μεταλλική άνοδος να διαλυτοποιείται σταδιακά:



Μέσα στο ηλεκτρολυτικό λουτρό υπάρχουν επίσης ουσίες που ρυθμίζουν το pH, άλατα που αυξάνουν την αγωγιμότητα του λουτρού και διάφορα πρόσθετα που προσδίδουν στο μεταλλικό επίστρωμα κάποιες επιζητούμενες ιδιότητες όπως μείωση των εσωτερικών τάσεων και στυλπνότητα.

Η διαδικασία της ηλεκτροαπόθεσης διέπεται από το νόμο του Faraday. Σύμφωνα με το νόμο αυτό, η ποσότητα του μετάλλου που αποτίθεται στην κάθοδο, είναι ανάλογη της έντασης ρεύματος I , που εφαρμόζεται και της χρονικής διάρκειας της ηλεκτρολυτικής διαδικασίας, όπως παρουσιάζεται στην σχέση:

$$m = \frac{A}{n} \cdot \frac{it}{96500}$$

Όπου m η μάζα, i το ρεύμα, t η διάρκεια της ηλεκτρολυτικής διεργασίας, A το ατομικό βάρος του μεταλλικού στοιχείου, n το σθένος του.

Ο ρυθμός απόθεσης εξαρτάται κυρίως από την τιμή του ρεύματος που εφαρμόζεται και από την επιφάνεια ηλεκτροδίων, ενώ εκφράζεται μέσω της πυκνότητας ρεύματος. Η ποσότητα του μετάλλου που αποτίθεται στην κάθοδο σε χρόνο t για ένταση ρεύματος i μπορεί να υπολογιστεί πειραματικά με μέτρηση του δοκιμίου μετά την επιμετάλλωση (ύστερα από αφαίρεση του βάρους υποστρώματος).

2.2.4.2 Δομή και μορφολογία των μεταλλικών επικαλύψεων

Η μικροκρυσταλλική δομή των μεταλλικών επικαλύψεων συνδέεται στενά με την τεχνική που ακολουθήθηκε κατά την Παρασκευή τους. Στην περίπτωση των ηλεκτρολυτικών επιμεταλλώσεων, η διαδικασία της ανάπτυξης των κρυστάλλων συντελείται κανονικά κατά στρώματα, με τοποθέτηση των ατόμων σε συγκεκριμένες θέσεις της επιφάνειας του υποστρώματος. Η ευκινησία των ειδών που αποτίθενται για να σχηματίσουν το στρώμα της επικάλυψης, εξαρτάται από τον βαθμό ενυδάτωσης των ιόντων στο λουτρό της ηλεκτρόλυσης και ποικίλει ανάλογα με τον προσανατολισμό των κρυστάλλων.

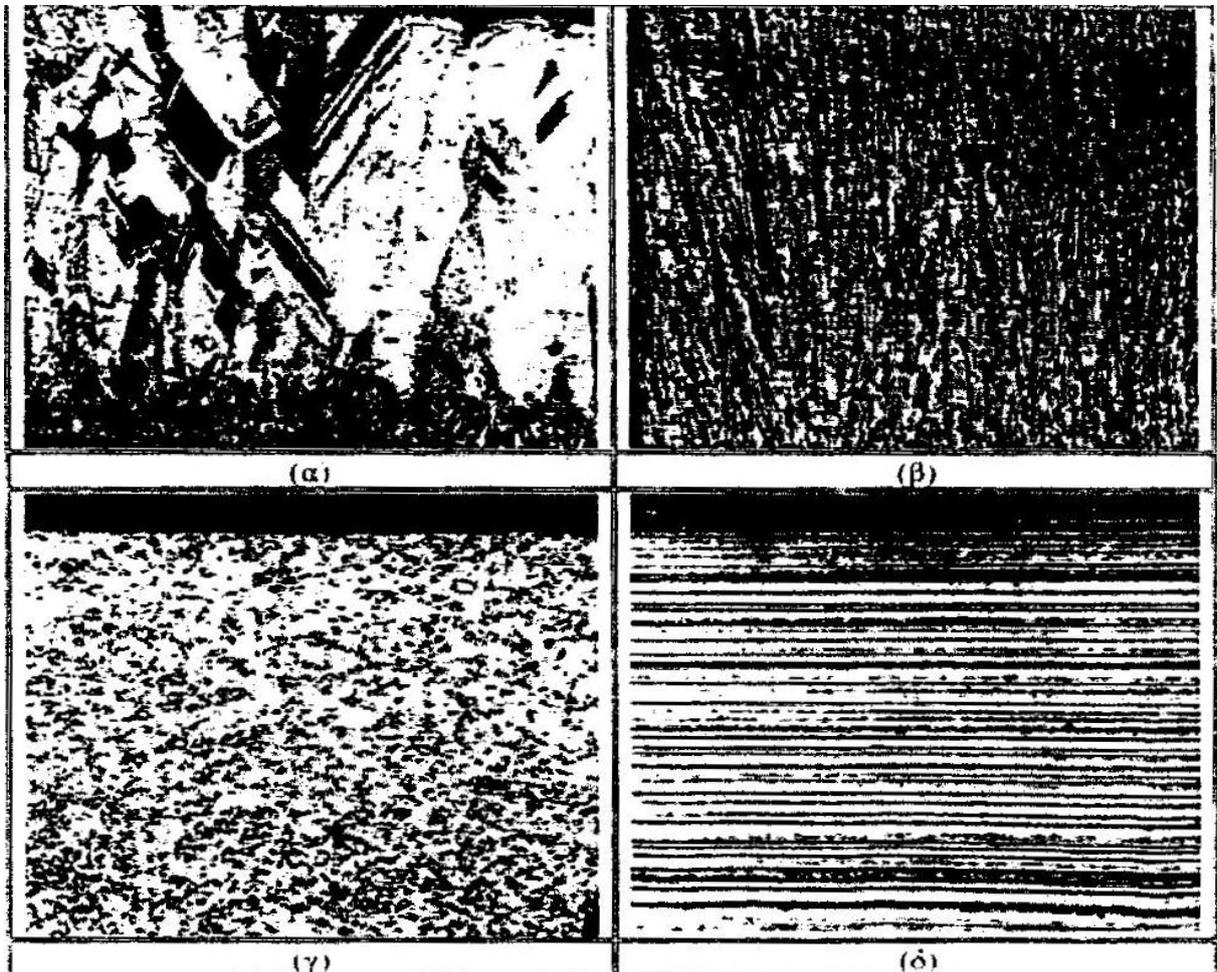
Το μέγεθος των κρυστάλλων αυξάνεται με την αύξηση του πάχους της επικάλυψης. Αρχικά, η δομή της επικάλυψης ελέγχεται από την δομή του υποστρώματος και παρουσιάζεται το φαινόμενο της επίταξης. Καθώς το πάχος της επικάλυψης αυξάνει, η δομή της επικάλυψης δεν ελέγχεται πλέον από την δομή του υποστρώματος, αλλά αποκτά την κρυσταλλική δομή του μετάλλου ή της κραματικής φάσης που αποτίθεται.

Στην πράξη, το υλικό που παράγεται από μια διαδικασία ηλεκτροκρυστάλλωσης, δεν αναπτύσσεται κατά τρόπο ομοιόμορφο, είναι εν γένει πολυκρυσταλλικό, χαρακτηρίζεται από δενδριτική υφή και παρουσιάζει διαφόρων τύπων αασυνέχειες στην επιφάνειά του. Επομένως, παρουσιάζονται σημαντικές διαφορές όσο αφορά στην μικροκρυσταλλική δομή των ηλεκτρολυτικών μεταλλικών αποθεμάτων, τα οποία είναι δυνατόν να εμφανίζονται από άμορφα, περίπου μονοκρυσταλλικά, μέχρι έντονα μικροκρυσταλλικά και πολυκρυσταλλικά.

Μερικές χαρακτηριστικές δομές επικαλύψεων που έχουν παραχθεί με την μέθοδο της ηλεκτροαπόθεσης παρουσιάζονται στην Εικόνα 9 ,επικάλυψη με κρυστάλλους σε μορφή στηλών , Εικόνα 9(α) , που προκύπτουν κατά την διάρκεια της ηλεκτροαπόθεσης , παρουσιάζουν μικρό –

τερη μηχανική αντοχή και σκληρότητα αλλά μεγαλύτερη ολκιμότητα και τραχύτητα .Η χρήση διαφόρων προσθέτων στο λουτρό ηλεκτροαπόθεσης είναι δυνατόν να επιφέρει αλλαγές στον κρυσταλλικό ιστό της επικάλυψης ,όπως μεταβολή του μεγέθους των κρυστάλλων και της τραχύτητας .Οι κρύσταλλοι με μορφή στηλών μπορεί να διατηρηθούν με μικρότερες διαστάσεις , οδηγώντας τελικά σε μια ινώδη μορφή , Εικόνα 9 (β) .Επίσης , μπορούν να σχηματισθούν επικαλύψεις με λεπτόκοκκη δομή ,Εικόνα 9(γ) , ή δομή με ζώνες Εικόνα 9(δ).

Η μορφή και το μέγεθος των κρυστάλλων της μεταλλικής επικάλυψης εξαρτώνται από διάφορους παράγοντες .Η αύξηση της συγκέντρωσης των μεταλλικών ιόντων επιφέρει αύξηση στο μέγεθος των κρυστάλλων , ενώ τα διάφορα πρόσθετα και η αύξηση της πυκνότητας ρεύματος μειώνουν το μέγεθος των κρυστάλλων . Η αύξηση της θερμοκρασίας του λουτρού απόθεσης ακαι της ανάδευσης αυξάνουν επίσης το μέγεθος των κρυστάλλων , ενώ η πόλωση το μειώνει . Στην Εικόνα 10 φαίνεται σχηματικά η επίδραση των διαφόρων παραμέτρων ηλεκτροαπόθεσης στο μέγεθος κρυστάλλων μιας ηλεκτρολυτικής επικάλυψης .



Εικόνα 9. Δομές επικαλύψεων που έχουν παραχθεί με την μέθοδο της ηλεκτροαπόθεσης :
α) κρύσταλλοι σε μορφή στήλων , β) ινώδης μορφή , γ) λεπτόκοκκη δομή , δ) δομή με ζώνες .

2.2.4.3 Παράγοντες που επηρεάζουν την ομοιομορφία της μεταλλικής επικάλυψης

Κατά την οποιαδήποτε επιμετάλλωση, το επίστρωμα προκύπτει ομοιόμορφο, αφού στις ακμές, τις γωνίες και τα προεξέρχοντα μέρη το αποτιθέμενο μέταλλο είναι **πιο παχύ**.

Η κατανομή του πάχους του μεταλλικού επιστρώματος εξαρτάται κυρίως από δύο μεγέθη :

- Την κατανομή του ρεύματος, η οποία διαμορφώνεται σύμφωνα με την γεωμετρία του συστήματος του ηλεκτροαπόθεσης αλλά και την δράση της πολώσης.
- Τον συντελεστή απόδοσης του ρεύματος, ο οποίος μεταβάλλεται ανάλογα με την πυκνότητα του ρεύματος.

Κατανομή του ρεύματος

Η κατανομή του ρεύματος είναι από τους πιο σημαντικούς παράγοντες οι οποίοι επηρεάζουν την κατανομή του πάχους ενός μεταλλικού επιστρώματος. Η κατανομή του ρεύματος διακρίνεται σε πρωτογενή και δευτερογενή, ενώ εξαρτάται από την κατανομή του ηλεκτρικού πεδίου στην επιφάνεια της καθόδου.

Συντελεστής απόδοσης του ρεύματος

Ο συντελεστής απόδοσης του ρεύματος εξαρτάται ως επί πλείστον από την πυκνότητα του ρεύματος και από το διάλυμα. Ελαττώνεται δε, καθώς η πυκνότητα του ρεύματος αυξάνει, γεγονός που οδηγεί σε ομοιομορφία του πάχους του μεταλλικού επιστρώματος. Αντίθετα σε άλλα συστήματα, αυξάνεται ανάλογα της πυκνότητας ρεύματος, καθιστώντας την επικάλυψη ομοιογενή.

Ικανότητα κάλυψης

Η κατανομή του πάχους μιας μεταλλικής επικάλυψης περιγράφεται από την ικανότητα κάλυψης (throwing power). Η ικανότητα κάλυψης επηρεάζεται από την συγκέντρωση των μεταλλικών ιόντων στο λουτρό, ενώ εξαρτάται από την κατανομή ρεύματος και το συντελεστή απόδοσης του ρεύματος. Όταν σε ένα λουτρό υπάρχει υψηλή συγκέντρωση μεταλλικών ιόντων, εμφανίζεται ικανότητα κάλυψης σύμφωνα με την πρωτογενή κατανομή ρεύματος, ενώ για χαμηλή συγκέντρωση ιόντων κυρίως συμβαίνει δευτερογενής κατανομή ρεύματος, γιατί σε αυτή την περίπτωση είναι πιο εύκολη η ανάπτυξη βαθμώσεων συγκέντρωσης.

2.2.5 Μηχανισμός ηλεκτροκρυστάλλωσης

Ο μηχανισμός ηλεκτροκρυστάλλωσης επηρεάζει την δομή και τις ιδιότητες της επικάλυψης. **Η διαδικασία ηλεκτροκρυστάλλωσης έχει ως εξής : τα μεταλλικά ιόντα μεταφέρονται στην επιφάνεια της καθόδου , που έχει σαν αποτέλεσμα , το σχημασμό ενός ροφημένου υλικού το οποίο ανάλογα με τις συνθήκες μπορεί να είναι μερικώς ενυδατωμένο και μερικώς εξουδετερωμένο ιόν. Στην συνέχεια για να ενσωματωθεί το ιόν στο κρυσταλλικό πλέγμα θα πρέπει με διάχυση να φτάσει σε μια ευνοϊκή για την ενσωμάτωσή του θέση. Ευνοϊκές θέσεις για την ενσωμάτωση των ιόντων στο κρυσταλλικό πλέγμα είναι οι βαθμίδες των διαταραχών και οι οπές στην επιφάνεια της καθόδου όπου τα ροφημένα είδη ενσωματώνονται σε προϋπάρχοντες κρυστάλλους ή οι πυρήνες κρυστάλλωσης οι οποίες σχηματίζονται με τυχαίο τρόπο από συσσωματώματα ιόντων και οδηγούν στην ανάπτυξη νέων κρυστάλλων .**

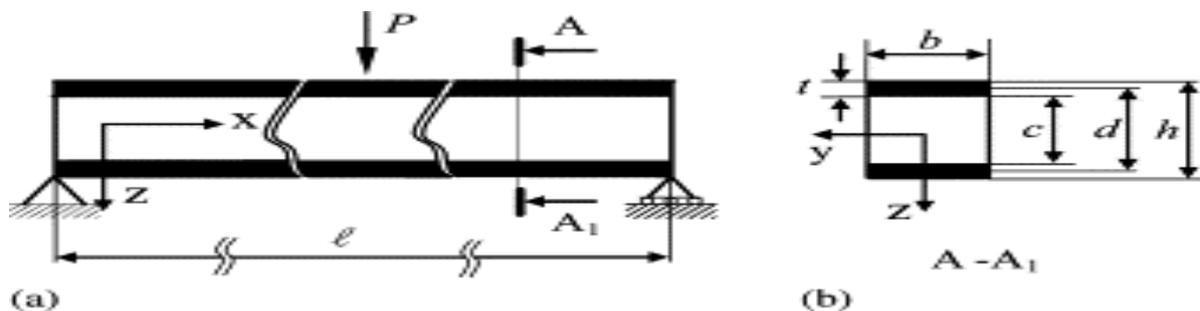
Η επιφανειακή διάχυση πραγματοποιείται εξαιτίας της βάρθρωσης της συγκέντρωσης των ιόντων. Κατά την ηλεκτροκρυστάλλωση συμβαίνουν ταυτόχρονα δυο διαδικασίες που δρουν ανταγωνιστικά , δηλαδή η ανάπτυξη προϋπάρχοντων κρυστάλλων και η πυρηνοποίηση νέων . Αυτές οι διαδικασίες επηρεάζονται από παράγοντες όπως ο ρυθμός επιφανειακής διάχυσης των ροφημένων ειδών και ο αριθμός τους .

Αναλυτικότερα χαμηλοί ρυθμοί επιφανειακής διάχυσης και μεγάλος αριθμός ροφημένων ειδών ευνοεί την πυρηνοποίηση νέων κρυστάλλων , ενώ υψηλοί ρυθμοί επιφανειακής διάχυσης και μικρός αριθμός ροφημένων ειδών ευνοεί την ανάπτυξη προϋπάρχοντων κρυστάλλων .

2.3 Μηχανική απόκριση σε κάμψη

Κατά την καταπόνηση αυτή ελέγχεται η αντοχή σε κάμψη δοκών από διάφορα υλικά (μέταλλο, ξύλο κ.λπ.) που υφίστανται είτε συγκεντρωμένο φορτίο στο μέσο τους ή φορτία σε άλλες θέσεις καθ'όλο το μήκος τους ή στο τέλος και ομοιόμορφα κατανεμημένα φορτία, όταν οι δοκοί στηρίζονται αμφιέριστα. Η καταπόνησή τους γίνεται είτε στην ελαστική περιοχή, οπότε μετά την αποφόρτιση η δοκός επανέρχεται στην πριν από τη φόρτιση κατάσταση της, είτε και στην ελαστοπλαστική ή πλαστική περιοχή, οπότε όμως εμφανίζεται μόνιμη παραμόρφωσή τους.

Με τη δοκιμή, δηλαδή, γίνεται έλεγχος της παραμορφωσιακής κατάστασης διαφόρων κατασκευών ώστε να εξασφαλίζονται οι συνθήκες εκείνες καταπόνησής τους που δεν θα υπερβαίνουν τα όρια ασφαλείας, όπως τα καθορίζουν οι διάφοροι κανονισμοί και πρότυπα.



Εικόνα 10. α) δοκίμιο υπό καμπτική καταπόνηση, β) εγκάρσια διατομή

Οι καταπονήσεις μεταβάλλουν το πρόσημό τους εκατέρωθεν του ουδέτερου άξονα κάμψης. Το τμήμα του δοκιμίου επάνω από αυτόν βρίσκεται σε κατάσταση θλίψης, ενώ το κάτω από αυτόν σε κατάσταση εφελκυσμού. **Γενικά η μηχανική απόκριση ενός δοκιμίου εξαρτάται από :**

- τον τύπο φόρτισης (δυναμική ή στατική)
- το υλικό με το οποίο αποτελείται το δοκίμιο
- το γεωμετρικό σχήμα και τον τρόπο στήριξης του (πάκτωση , κύλιση , άρθρωση..κ.α)

Η μέγιστη τιμή της καταπόνησης στις εξωτερικές επιφάνειες ενός δοκιμίου τετραγωνικής διατομής, δίδεται σε απόλυτη τιμή από την σχέση:

$$I\sigma_{\max} = 3/2 * (FL/bh^2) \quad \text{για κάμψη τριών σημείων (1)}$$

Με F το καμπτικό φορτίο, L το άνοιγμα της δοκού , b το πλάτος της διατομής και h το ύψος της διατομής .

Στην περίπτωση που το στρωτό σύνθετο υλικό της δοκού (Εικόνα 10) καταπονείται από καθαρή κάμψη ($N=T_y=T_z=0$ και M_z και /ή $M_y \neq 0$) τότε η μέγιστη τιμή στις εξωτερικές περιοχές ενός δοκιμίου τετραγωνικής διατομής , δίδεται σε απόλυτη τιμή από την ακόλουθη σχέση [15]:

$$I\sigma_{\max} = 2M / \{ bt(h+c) \} \quad \text{για κάμψη τριών σημείων (2),}$$

με M η ροπή κάμψης , b το πλάτος της διατομής , t το πάχος του υλικού ενίσχυσης (επικάλυψη) , h το ύψος της διατομής και c το πάχος του υποστρώματος .

Εάν θεωρείται η επικάλυψη νικελίου στρωτό σύνθετο υλικό επάνω στο αλουμίνιο , τότε όριο διαρροή (Εφελκυσμός) στην κάτω ζώνη του δοκιμίου μπορεί να εκφραστεί με το εξής τρόπο [10] :

$$\sigma_{\text{comp}} = \sigma_m C_m + \sigma_c C_c \quad (3)$$

Με σ_{comp} , το όριο διαρροής του σύνθετου υλικού σε εφελκυσμό , σ_m το όριο διαρροής του αλουμινίου , C_m το ποσοστό όγκου του αλουμινίου , σ_c το όριο διαρροής του νικελίου , C_c το ποσοστό όγκου του νικελίου. Και τότε τα όρια διαρροής του αλουμινίου και του νικελίου γράφονται ως το εξής :

$$\sigma_m = N\dot{\epsilon}^n \quad \text{και} \quad \sigma_c = B\dot{\epsilon}^b \quad (4)$$

Συνδυάζοντας και τις δυο τάσεις , καταλήγουμε στον εξής τύπο :

$$\sigma_{\text{comp}} = N \dot{\epsilon}^n C_m + B \dot{\epsilon}^b C_c \quad (5)$$

Πειραματικά , σύμφωνα με τον πάνω τύπο , το όριο διαρροής και η τάση θραύσης του συστήματος αλουμινίου – νικελίου (the yield strength and the ultimate tensile strength) αυξάνεται συναρτήσει του εφαρμοσμένου ρυθμού παραμόρφωσης $\dot{\epsilon}$. Με N και B ,θετικές σταθερές ενώ τα n και b είναι θετικοί αριθμοί και παριστάνουν την ευαισθησία της παραμόρφωσης .

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3
ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΠΑΡΟΥΣΑΣ ΜΕΛΕΤΗΣ

3. ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΠΑΡΟΥΣΑΣ ΜΕΛΕΤΗΣ

Το αντικείμενο της διπλωματικής εργασίας αυτής ήταν η παραγωγή ,ο χαρακτηρισμός και η μελέτη της **μηχανικής συμπεριφοράς της επικάλυψης νικελίου Ni σε υπόστρωμα κράματος αλουμινίου 5752.**

Αρχικά εναποτέθηκε στρώμα ψευδαργύρου σε υπόστρωμα κράματος αλουμινίου 5752 με την μέθοδο εμβάπτισης σε διάλυμα άλατος του ίδιου μετάλλου . Στην συνέχεια στο επικαλυμμένο κράμα αλουμινίου εναποτέθηκε με την μέθοδο ηλεκτοαπόθεσης το νικέλιο . Κατά την παραγωγή των ηλεκτρολυτικών επικαλύψεων , η μόνη παράμετρος που μεταβαλλόταν ,ήταν ο χρόνος εναπόθεσης.Ενώ παρέμειναν σταθερές οι παράμετροι της θερμοκρασίας και της πυκνότητας του ρεύματος . Με την βοήθεια της περίθλασης ακτίνων – X , της οπτικής και της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης , προσδιορίστηκε η δομή και η χημική σύσταση των παραχθειςών επικαλύψεων. Επιπλέον , πραγματοποιήθηκαν δοκιμές κάμψης , τραχύτητας και μικροσκληρότητας.

Τέλος μελετήθηκε με την εφαρμογή της μονοτονικής φόρτισης η αντοχή στην κάμψη του **επινικελωμένου κράματος αλουμινίου 5752.**

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4
ΣΥΝΑΦΕΙΣ ΜΕΛΕΤΕΣ

4. ΣΥΝΑΦΕΙΣ ΜΕΛΕΤΕΣ

Το αντικείμενο της διπλωματικής εργασίας αυτής είναι η μελέτη καμψιμότητας ενός επιψευδαργυμένου κράματος Al 5752 με επικάλυψη νικελίου. Συναφείς μελέτες οι οποίες βρέθηκαν να πραγματεύονται κάποια τμήματα του θέματος είναι :

- Οι Ashok K.Ray and Rolf W. Steinbrech μελέτησαν την διάδοση ρωγμών στα επικαλυμμένα πτερύγια ενός αεροκινητήρα υπό την καμπτική φόρτιση. Τα πειράματα είχαν πραγματοποιηθεί σε περιβάλλον υψηλής θερμοκρασίας (800°C) και τα αποτελέσματα έδειξαν ότι η διαδρομή των ρωγμών ήταν διακλαδωμένη και γραμμική με την αύξηση καμπτικής φόρτισης μέχρι στο όριο διαρροής του υλικού. Η παραμόρφωση στην διεπιφάνεια επικάλυψης – υποστρώματος στους 800°C των ρωγμών βρέθηκε 0.34 % με σημαντική ολκιμότητα του υποστρώματος στους 800°C . [8]
- Οι Shingo Ikawa , Mineo Asano ,Mitsutoshi Kuroda ,Kengo Yoshida μελέτησαν την επίδραση των προσανατολισμένων κρυστάλλων στην καμψιμότητα ενός φύλλου κράματος Al .Πειραματικά χρησιμοποίησαν ένα μονοκρυσταλλικό υπόστρωμα και τις μεθόδους πεπερασμένων στοιχείων για μοντέλο πλαστικότητας των κρυστάλλων. Το ένα υπόστρωμα αποτελούσε από προσανατολισμένων κόκκων μορφής κύβου, ενώ το άλλο αποτελούσε από κόκκους μορφής Goss. Τα αποτελέσματα για κυβικούς κόκκους έδειξαν άριστη καμψιμότητα ανεξάρτητα του άξονα κάμψης ενώ του Goss έδειξαν μεγάλη εξάρτηση στον άξονα κάμψης .[7]
- Οι R .Elansezhian , B. Ramamoorthy ,P.Kersavan Nair μελέτησαν την επίδραση του «surfactant on the mechanical properties of electroless Ni – P coating». χρησιμοποίησαν υπόστρωμα χάλυβα(το οποίο επικάλυψαν στο λουτρό Ni-P) το οποίο υποβλήθηκε σε θερμική κατεργασία στους 800°C για 2 ώρες . Τα αποτελέσματα έδειξαν σημαντική αύξηση της επιφανειακή σκληρότητας και την αύξηση της τραχύτητας .[12]
- Οι C.N Panagopoulos , E.P Georgiou μελέτησαν τις μηχανικές ιδιότητες της επιφάνειας ενός κράματος Al 5083 με επικάλυψη Ni- P-fly ash / Zincate . Τα αποτελέσματα έδειξαν την αύξηση σκληρότητας στο Ni –P/fly ash σε σύγκριση με το Ni-P /Zincate coating. Επίσης ο συντελεστής τριβής των δυο υλικών Ni-P-fly ash/Zincate coating / Stainless steel βρέθηκε χαμηλότερος σε σύγκριση με το Al 5083 / stainless steel .[9]

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5
ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

5. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Στο κεφάλαιο αυτό περιγράφονται όλες οι πειραματικές διαδικασίες , που χρησιμοποιήθηκαν κατά την διάρκεια εκτέλεσης της διπλωματικής εργασίας .Γίνεται **εκτενής αναφορά στα στάδια προετοιμασίας των δοκιμών , στην ανάπτυξη και την μελέτη των κραματικών επικαλύψεων , καθώς και στις εργαστηριακές συσκευές που χρησιμοποιήθηκαν για το σκοπό αυτό.**

Όλα τα πειράματα πραγματοποιήθηκαν στο **Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου.**

5.1 Υλικά – Προετοιμασία δοκιμών

Για την διεξαγωγή των πειραμάτων της παρούσας διπλωματικής εργασίας , χρησιμοποιήθηκε υπόστρωμα κράματος Al 5752.

Η χημική σύσταση του κράματος αλουμινίου 5752 που μελετήθηκε , βρέθηκε με την χρήση Σημειακού Μικροαναλυτή Στοιχείων EDAX , να είναι η ακόλουθη : 96.5 % Al , 0.30 % Mn , 2.47 % Mg , 0,51 % Si , 0.22 Fe.

Από ταυτοποίηση των κορυφών του ακτινοδιαγράμματος που προέκυψε από την περίθλαση ακτίνων X (Σχήμα 1) , και με την χρήση κατάλληλου λογισμικού βρέθηκε ότι το κράμα αυτό αποτελείται από μια μεταλλουργική φάση από στερεό διάλυμα αντικατάστασης του αλουμινίου , εδροκεντρωμένης κυβικής δομής .

5.1.1 Κοπή

Για να μπορέσουν να πραγματοποιηθούν τα πειράματα ήταν αναγκαία η κοπή των δοκιμών σε κατάλληλο μέγεθος. Έτσι λήφθησαν δείγματα κράματος Al 5752 , με απαιτούμενες διαστάσεις , με την βοήθεια ειδικού ψαλιδιού.

Τα δοκίμια αυτά χρησιμοποιήθηκον , μετά από την λείανση και την χημική προσβολή , για την μελέτη της δομής (μεταλλογραφία) του υλικού. Δοκίμια με μέγεθος 10mmx30mmx1mm και 10mm x 110mm x 1mm χρησιμοποιήθηκαν για την απόθεση των επικαλύψεων Zn και Ni ενώ το δευτερο δοκίμιο χρησιμοποιήθηκε και για τα πειράματα κάμψης .

5.1.2 Λείανση

Το στάδιο αυτό αποσκοπεί στην μείωση της επιφανειακής τραχύτητας του δοκιμίου , ώστε να είναι δυνατή η αποκάλυψη της δομής του μετά από την προσβολή του με κατάλληλο αντιδραστήριο.

Η λείανση πραγματοποιήθηκε σε οριζόντιο , υδρόψυκτο , μονοαξονικό περιστρεφόμενο τροχό. Τα λειαντικά χαρτιά που χρησιμοποιήθηκαν ήταν τα επονομαζόμενα Waterproof abrasive papers – Smirnex με διαστάσεις $23 \times 28 \text{ cm}^2$, τα οποία τοποθετήθηκαν διαδοχικά στον περιστρεφόμενο δίσκο και η λείανση του δοκιμίου έγινε χειρωνακτικά . Τα λειαντικά μέσο , διότι είναι αδρανές , πολύ σκληρό και παρουσιάζει υψηλή μηχανική αντοχή .

Πρώτα τοποθετήθηκε το πιο χονδρόκοκκο χαρτί και συνεχίστηκε διαδοχικά μέχρι το πιο λεπτόκοκκο . Χρησιμοποιήθηκαν χαρτιά κοκκομετρίας 220 , 400 , 600 , 800 , 1000 , και 1200. Επειδή το αλουμίνιο είναι μαλακό υλικό και λειάνεται εύκολα , η λείανση άρχισε με το χαρτί 220.

Πάνω στο χαρτί σε όλα τα στάδια έρρεε νερό , το οποίο εψυχε το δοκίμιο και βοηθούσε στην απομάκρυνση των αποσπασμένων κομματιών του μετάλλου και του λειαντικού από την επιφάνεια επαφής .

Οι γραμμές που σχηματίζονταν από την λείανση εξαφανιζόνταν με κάθε νέο χαρτί αν τοποθετούνταν το δοκίμιο κάθετα ως προς τις προηγούμενες γραμμές .



Εικόνα 11. Εξοπλισμός λείανσης

5.1.3 Στίλβωση

Με την στίλβωση απομακρύνονται οι γραμμές λείανσης ώστε το δοκίμιο να έχει λεία επιφάνεια σαν καθρέπτης και τα αποτελέσματα της προσβολής να φαινονται καθαρά στη μικροσκοπία. Η στίλβωση έγινε πάνω σε κατάλληλα υφάσματα στα οποία απλώνεται αδαμαντόπαστα . Τα πανιά τοποθετούνται σε περιστρεφόμενο δίσκο και η διαδικασία απαιτεί υγρό λιπαντικό μέσο.

Χρησιμοποιήθηκε πάστα με μέγεθος κόκκων $\sim 3\mu\text{m}$ και $\sim 1\mu\text{m}$. Ως μέσο ψύξης χρησιμοποιήθηκε οινόπνευμα ώστε να ληφθεί όσο το δυνατόν καλύτερη ποιότητα επιφάνειας .

Σημειώνεται ότι το δοκίμιο μετά την λείανση και πριν την στίλβωση υποβλήθηκε σε καθαρισμό με νερό και οινόπνευμα και στέγνωμα με αέρα .Το ίδιο έγινε και κατά την διάρκεια στίλβωσης για να μην λερωθούν και κατασταφούν τα υφάσματα .

Μετά την στίλβωση , βελτιστοποιήθηκε η ποιότητα της επιφάνειας των δοκιμών κράματος ενώ απομακρύνθηκαν τα περισσότερα οξείδια.

5.1.4 Χημική προσβολή

Μετά την στίλβωση ακολούθησε χημική προσβολή των δοκιμών κράματος AI 5752 με χημικά αντιδραστήρια . Με την χημική προσβολή επιδιώκεται η αποκάλυψη της μικροδομής του εξεταζόμενου υλικού. Η προσβολή πραγματοποιήθηκε με εμβάπτιση του δοκιμίου σε κατάλληλο αντιδραστήριο .

Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν ήταν διαλυμα Keller's (2ml HF + 3ml HCl + 5 ml HNO₃ + 190 ml H₂O) και το δείγμα εμβαπτιζόταν στο διάλυμα για 15 sec , σε θερμοκρασία 25⁰C , προκειμένου να γίνει αποκάλυψη των φάσεων.

Με την προσβολή , η επιφάνεια του δοκιμίου έγινε θαμπή και χρησιμοποιήθηκε οινόπνευμα ώστε να σταματήσει η επίδραση του αντιδραστηρίου . Εν συνεχεία , το δοκίμιο ξεπλύθηκε με νερό.

5.2 ΠΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΛΟΥΤΡΩΝ ΕΠΙΚΑΛΥΨΗΣ

5.2.1 Προετοιμασία λουτρών εναπόθεσης ψευδαργύρου

Είναι γνωστό ότι το αλουμίνιο και τα κράματα του έχουν μεγάλη συγγένεια με το οξυγόνο, πράγμα που σημαίνει ότι οι επιφάνειες αλουμινίου πάντα θα καλυπτονται από ένα λεπτό υμένιο οξειδίου το οποίο αναπτύσσεται ταχύτατα. Για το λόγο αυτό είναι δύσκολο να εναποτεθεί κάποια επικάλυψη στο καλυμμένο από οξείδιο αλουμινίου ώστε η πρόσφυση να είναι ικανοποιητική. Για το λόγο αυτό και προηγουμένως εναποτίθεται ένα στρώμα ψευδαργύρου (zincate). Τα πολύ αλκαλικά διαλύματα Zn στα οποία γίνεται η εμφάνιση του υποστρώματος, διαλύουν το λεπτό στρώμα οξειδίων το οποίο έχει αναπτυχθεί στο υπόστρωμα αλουμινίου. Έτσι το στρώμα αυτό του ψευδαργύρου προστατεύει το αλουμίνιο από το να οξειδωθεί ξανά. Ωστόσο, η απόθεση αυτού του στρώματος Zn, περιλαμβάνει όχι μόνο την διάλυση του λεπτού στρώματος αλουμίνιας, αλλά και την διάλυση του υποστρώματος αλουμινίου.

Το λουτρό έχει την ακόλουθη σύσταση :

ΛΟΥΤΡΟ ΕΝΑΠΟΘΕΣΗΣ	ΨΕΥΔΑΡΓΥΡΟΥ
Sodium Hydroxide, NaOH	400 g/l
Zinc Sulphate, ZnSO ₄ ·7H ₂ O	120 g/l
Sodium Potassium Tartarate	6g/l

Εικόνα 12. Σύσταση λουτρού Zn

Η θερμοκρασία του λουτρού ήταν $T = 293 \text{ K}$

Ο χρόνος εμβάπτισης ήταν 1 min.

Μετά την πάροδο του ενός λεπτού απομακρυνόταν το δοκίμιο από το λουτρό και εμβάπτιζόταν αρχικά σε απιονισμένο νερό και στην συνέχεια σε αιθανόλη. Κατόπιν απομακρυνόταν με την βοήθεια πεπιεσμένου αέρα.

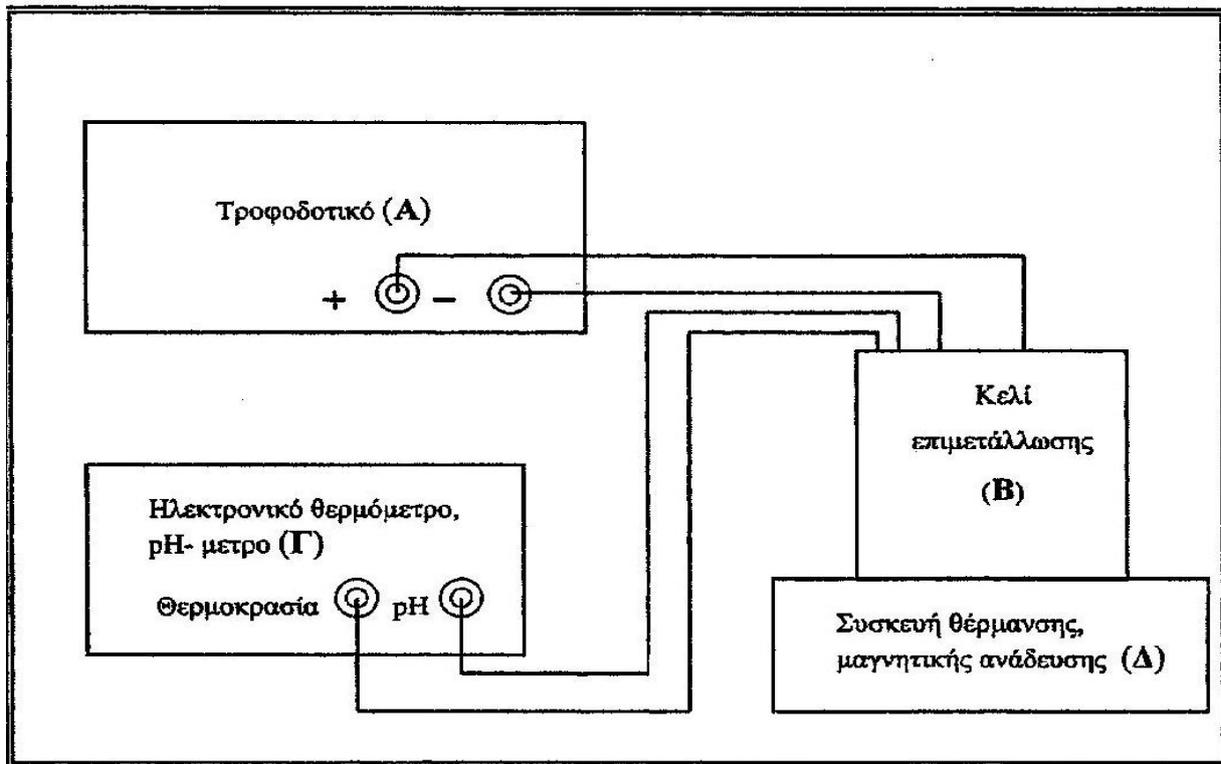
5.2.2 Προετοιμασία ηλεκτρολυτικού λουτρού

Για την απόθεση της επικάλυψης του νικελίου χρησιμοποιήθηκε η παρακάτω διάταξη που περιγράφεται με την βοήθεια των Εικόνων και αποτελείται από τα ακόλουθα μέρη :

- Ένα τροφοδοτικό συνεχούς ρεύματος (A)
- Μια συσκευή θέρμανσης και μαγνητικής ανάδευσης (Δ)
- Ένα κελί επιμετάλλωσης (B)
- Ένα θερμόμετρο και ένα pH – μέτρο (Γ)

Το κελί αποτελείται από :

- Ένα γυάλινο δοχείο (Z) των 150 ml , το οποίο περιέχει το λουτρό επιμετάλλωσης .
- Την κάθοδο (I) η οποία ήταν κράμα 5752.
- Την άνοδο (K) από νικέλιο , η οποία ήταν τοποθετημένη σε απόσταση 2,3 cm από την κάθοδο έτσι ώστε η επιφάνεια του να είναι παράλληλη με την επιφάνεια της καθόδου.
- Ένα θερμόμετρο (E), για τον έλεγχο της θερμοκρασίας του λουτρού και ένα pH – μέτρο (H) για τον συνεχή έλεγχο του pH στο λουτρό ηλεκτροαπόθεσης .



Εικόνα 13. Σχηματική παράσταση διάταξης ηλεκτροαπόθεσης

Για την παρασκευή της επικάλυψης του νικελίου Ni ,χρησιμοποιήθηκε το εξής λουτρό :

ΛΟΥΤΡΟ ΕΝΑΠΟΘΕΣΗΣ	ΝΙΚΕΛΙΟΥ
Nickel Sulphate($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	300g/l
Nickel Chloride ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	45g/l
Boric Acid (H_3BO_3)	45g/l

Εικόνα 14. χημική σύσταση λουτρών επικάλυψης για την εναπόθεσης νικελίου

Το pH του διαλύματος ήταν 4,5 και η θερμοκρασία του λουτρού κατά την ηλεκτροαπόθεση στους 45°C . Η πυκνότητα του ρεύματος απόθεσης ήταν 25mA / cm² με χρόνο 30min Με την πάροδο του χρόνου απόθεσης το δοκίμιο απομακύνεται από το λουτρό και εμβαπτίζεται αρχικά σε απιονισμένο νερό και στην συνέχεια σε αιθανόλη.

5.3 Εξέταση των δοκιμίων στο μεταλλογραφικό μικροσκόπιο

Το μικροσκόπιο μας βοηθά να δούμε μικροσκοπικά αντικείμενα , μεγεθύνοντας τα είδωλα τους και φανερώνοντας τις λεπτομέρειες τους . Ένα απλό μικροσκόπιο είναι ένας φακός ή σύστημα φακών που προκαλεί την σύγκλιση των φωτεινών ακτίνων υπό μια μικρή εστιακή απόσταση . Τα σύνθετα μικροσκόπια περιλαμβάνουν τον αντικειμενικό φακό και τον προσφθάλμιο , που αποτελούν διπλό σύστημα για την μεγέθυνση της εικόνας . Η μεγεθυντική ικανότητα του μικροσκοπίου είναι το γινόμενο της μεγεθυντικής ικανότητας των δύο φακών.



Εικόνα 15. μεταλλογραφικό μικροσκόπιο

Βασικό γνώρισμα του μεταλλογραφικού μικροσκοπίου είναι ο ανακλαστήρας . Το φως που προέρχεται από την πηγή , περνά μέσα από αυτόν και οδηγείται μέσω του αντικειμενικού φακού στο αντικείμενο που βρίσκεται πάνω στη τράπεζα του μικροσκοπίου. Έτσι , το φως ανακλάται και περνώντας πάλι από τον αντικειμενικό φακό φθάνει στον προσοφθάλμιο φακό για την παρατήρηση.

Τα εξεταζόμενα δοκίμιο κράματος Al5752 καθώς και τα επικαλυμμένα δοκίμια τοποθετήθηκαν στην τράπεζα του μικροσκοπίου και με μετακίνηση της τράπεζας με ειδικούς μοχλούς παρατηρήθηκαν διάφορες περιοχές του αντικειμένου μας .Οι αντικειμενικοί φακοί είναι προσαρμοσμένοι σε ειδική περιστρεφόμενη διάταξη (revolver) για να μπορούν να παρεμβάλλονται εύκολα στην πορεία των ακτίνων και έχουν διάφορες μεγεθύνσεις για να προσφέρουν καλύτερη παρατήρηση. Έτσι με απλή περιστροφή του revolver παρεμβάλλεται στην πορεία των ακτίνων ο αντικειμενικός φακός με την επιθυμητή μεγέθυνση.Επίσης , υπάρχουν ειδικά φίλτρα που προσαρμόζονται στην πορεία του φωτός και βοηθούν την παρατήρηση .Στο μικροσκόπιο μπορεί να προσαρμοστεί φωτογραφική μηχανή για την παρατήρηση της εικόνας που φαίνεται στο μικροσκόπιο .Έτσι λοιπόν μας δίνεται η δυνατότητα να βγάλουμε φωτογραφίες που δείχνουν την εικόνα που βλέπει ο παρατηρητής στο μικροσκόπιο .Στο μεταλλογραφικό μικροσκόπιο μπορούν να παρατηρούνται δοκίμια και να εξαγονται συμπεράσματα για το είδος των μεταβολών που έλαβαν χώρα στην τους .

Το οπτικό μικροσκόπιο που υπάρχει στο Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας και στο οποίο έγινε η παρατήρηση των δοκιμών είναι του τύπου Karl FRANK GMBH και ονομάζεται ορθής παρατήρησης διότι η παρατηρούμενη πλευρά είναι προσανατολισμένη προς τα πάνω . Αποτελείται από την πηγή φωτός , το διάφραγμα , τους φακούς που κατευθύνουν την δέσμη , τον αντικειμενικό και προσοφθάλμιο φακό, το ημιανακλαστικό κάτοπτρο και την τράπεζα του μικροσκοπίου.

5.4 Ανάλυση Εικόνας (Image Analysis)

Το πρόγραμμα Image Analysis Pro είναι ένα λογισμικό ανάλυσης εικόνας που βοηθά στην ποσοτική μεταλλογραφία μεταλλικών υλικών.Το πρόγραμμα αυτό είναι συνδεδεμένο με μεταλλογραφικό μικροσκόπιο , προκειμένου να λαμβάνει χώρα συνεχής ανάλυση των μεταλλουργικών εικόνων .Έτσι μπορεί να προσδιοριστεί το μέγεθος των κόκκων σε ένα υλικό καθώς και τα ποσοστά των διάφορων φάσεων που εμφανίζονται στο μικροσκόπιο . Είναι γνωστό ότι , κατόπιν χημικής προσβολής επιτυγχάνεται ο « χρωματισμός » συγκεκριμένων μεταλλουργικών φάσεων π.χ των ενδομεταλλικών ενώσεων Mg₂Si .Με την χρήση του λογισμικού αυτού καθίσταται εφικτή η μέτρηση του ποσοστού των ενώσεων αυτών , ανά μονάδα επιφάνειας του υλικού .Ακόμα , το λογισμικό αυτό παρέχει την δυνατότητα μέτρησης του πάχους των επικαλύψεων σε κάθετη διατομή , καθώς και μέτρησης του μέσου μεγέθους κόκκων ,κατόπιν χημικής προσβολής αυτών.

5.5 Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

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

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

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι ένα όργανο που λειτουργεί όπως περίπου και ένα οπτικό μικροσκόπιο μόνο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας αντί για φως, για να εξετάσει αντικείμενα σε λεπτομερή κλίμακα. Τα ηλεκτρόνια λόγω της κυματικής τους φύσης μπορούν να εστιαστούν όπως και τα φωτεινά κύματα αλλά σε πολύ μικρότερη επιφάνεια (π.χ. κόκκος υλικού). Η δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος με το οποίο αλληλεπιδρά. Από την αλληλεπίδραση αυτή προκύπτουν πληροφορίες σε σχέση με τα άτομα των στοιχείων που απαρτίζουν το εξεταζόμενο υλικό. Από τα άτομα των στοιχείων εκπέμπονται κυρίως δευτερογενή (secondary) και οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered) ηλεκτρόνια καθώς και ακτίνες X. Η ένταση των εκπεμπομένων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της επιφάνειας. Έτσι το SEM δίνει πληροφορίες που αφορούν κυρίως στη μορφολογία και στη σύσταση της επιφανείας. Εφαρμόζοντας ένα σύστημα ανίχνευσης της διασποράς των ενεργειών των ακτίνων X που δημιουργούνται στην επιφάνεια από την προσπίπτουσα δέσμη, μπορεί να γίνει ημιποσοτική στοιχειακή ανάλυση του υλικού.

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

Αλληλεπιδράσεις Δέσμης - Δείγματος

Η βασική αρχή λειτουργίας περιλαμβάνει την ακτινοβολία του δείγματος με μια καλά εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων. Η περιοχή όπου ενεργητικά ηλεκτρόνια αλληλεπιδρούν με το στερεό, εναποθέτοντας ενέργεια και παράγοντας εκείνες τις μορφές δευτερεύουσας ακτινοβολίας που μετράμε ονομάζεται *όγκος αλληλεπίδρασης*.

Η διεύθυνση της δέσμης στο δείγμα καθορίζεται από τις παρακάτω 4 παραμέτρους και κυρίως τις δύο τελευταίες.

- 1) Πόσα ηλεκτρόνια έχουμε στην δέσμη (emission current)
- 2) Διάμετρο της δέσμης (spot size)
- 3) Ταχύτητα / Ενέργεια των ηλεκτρονίων (accelerating voltage)
- 4) Είδος του δείγματος (Μέσος ατομικός αριθμός του δείγματος)

Οι αλληλεπιδράσεις που συμβαίνουν ανάμεσα στο δείγμα και τα ηλεκτρόνια της δέσμης παρουσιάζονται στο σχήμα 2 και περιλαμβάνουν:

1) *Φόρτιση* (Charging) Συσσώρευση φορτίου ηλεκτρονίων στο δείγμα (Για να μην συμβαίνει αυτό το δείγμα θα πρέπει να είναι αγωγίμο και συνδεδεμένο με γείωση ή να χρησιμοποιείται χαμηλό δυναμικό επιτάχυνσης)

2) *Ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων*

(Μεγαλύτερη γωνία, μικρότερη απώλεια ενέργειας)

3) *Μη ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων*

(Μικρότερη γωνία, μεγαλύτερη απώλεια ενέργειας)

4) *Θέρμανση του δείγματος*

Ελαστική σκέδαση

- ▶ Ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια δέσμης (Elastically scattered primary electrons) τα οποία δεν αχνιεύονται από το σύστημα.
- ▶ Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons)

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης με ενέργεια πχ 30 KeV φθάσουν στην επιφάνεια του δείγματος διεισδύουν σε βάθος που εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό. Τα ηλεκτρόνια ταξιδεύουν προς τυχαίες κατευθύνσεις μέσα στο δείγμα και συγκρούονται με τα άτομα του δείγματος. Τα ηλεκτρόνια συγκρούονται ελαστικά με τον πυρήνα του ατόμου (ειδικά σε μεγάλα άτομα) και σκεδάζονται προς οποιαδήποτε κατεύθυνση χωρίς σημαντική απώλεια της ενέργειάς τους (κρατούν το 50 με 80% της αρχικής ενέργειας). Εκείνα τα ηλεκτρόνια που σκεδάζονται προς τα πίσω με γωνία 180° λέγονται οπισθοσκεδαζόμενα (Backscattered electrons, BSE). Έχουν μεγαλύτερη ενέργεια και εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος από το δείγμα.

Το ποσοστό των ηλεκτρονίων που εκπέμπονται οπισθοσκεδαζόμενα, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του ατόμου του δείγματος. Για τα ελαφρά στοιχεία είναι ~6% ενώ για τα βαρύτερα ~50%. Επομένως η αλλαγή του ποσοστού των BSE δίνει διαφοροποίηση στην εικόνα ανάλογα με τον ατομικό αριθμό. Οι βαρύτερες φάσεις φαίνονται λαμπρότερες από τις ελαφρύτερες. Έτσι έχουμε πληροφορίες για την σύσταση του δείγματος.

Ανίχνευση οπισθοσκεδαζόμενων

Η ανίχνευση γίνεται χρησιμοποιώντας ως ανιχνευτή τον ημιαγωγό στερεάς ακτάστασης (solid state semiconductor) σχήματος donut, ο οποίος είναι προσαρμοσμένος στην έξοδο της κολώνας. Μετρώνται οι κύττοι των ηλεκτρονίων στον ανιχνευτή οι οποίοι μετατρέπονται σε ένταση των ψηφίδων και εμφανίζονται στον σωλήνα σχηματίζοντας την εικόνα.

Μην ελαστική σκέδαση

- ▶ Μη ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Inelastically scattered electrons), τα οποία δεν ανιχνεύονται από το σύστημα
- ▶ Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary electrons, SE)

Δευτερογενή ηλεκτρόνια

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης συγκρούονται με τα ηλεκτρόνια του ατόμου μερικά από τα χαλαρά συγκρατούμενα ηλεκτρόνια μπορεί να φύγουν από το άτομο και ονομάζονται δευτερογενή

ηλεκτρόνια. Όπως φαίνεται στο δεξιά σχήμα (Κάθε προσπίπτον

ηλεκτρόνιο μπορεί να παράγει αρκετά δευτερογενή).

Κάθε ηλεκτρόνιο που εγκαταλείπει το άτομο μετά από σύγκρουση με άλλο υψηλής ενέργειας είναι θεωρητικά ένα δευτερογενές ηλεκτρόνιο.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χαμηλής ενέργειας (50eV) και εκπέμπονται κοντά στην επιφάνεια του δείγματος αφού αυτά που εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος, απορροφούνται εύκολα από την μάζα του δείγματος. Γι'αυτό τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χρήσιμα για την απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται με δύο κυρίως μηχανισμούς

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

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

Ανίχνευση δευτερογενών ηλεκτρονίων

Η συλλογή των δευτερογενών ηλεκτρονίων γίνεται με την βοήθεια ενός «συλλέκτη» που δεν είναι άλλο από ένα πλέγμα με θετικό δυναμικό (+100V) που βρίσκεται μπροστά από τον ανιχνευτή και έλκει τα αρνητικά ηλεκτρόνια τα οποία μετρώνται από τους κτύπους που παράγουν στον ανιχνευτή. Η ένταση των εκπεμπομένων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της μορφολογίας της επιφανείας. Η διακύμανση στην ένταση των ηλεκτρονίων επηρεάζει την φωτεινότητα ενός καθοδικού σωλήνα (CRT), ο οποίος σαρώνεται συγχρονισμένα με την δέσμη ηλεκτρονίων. Με αυτόν τον τρόπο παράγεται η εικόνα της επιφανείας στην οθόνη του καθοδικού σωλήνα.

Ακτίνες X

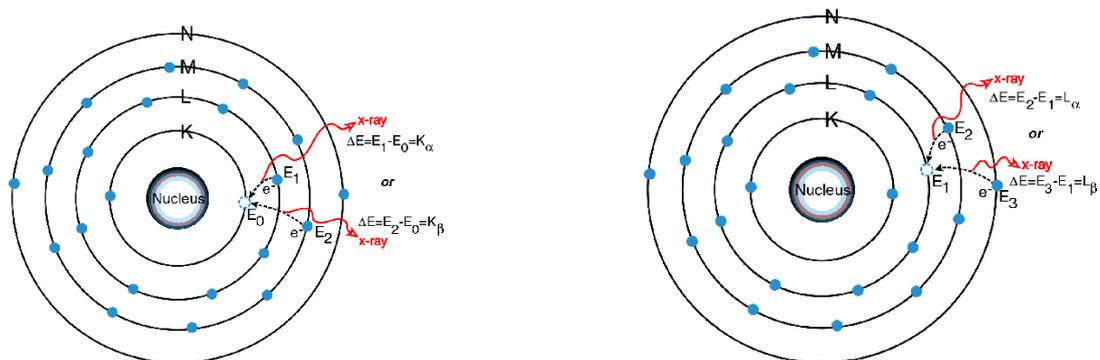
- ▶ Ακτίνες X (X-Rays): Συνεχείς (Bremsstrahlung) και Χαρακτηριστικές (Characteristic)
- ▶ Auger ηλεκτρόνια

Συνεχές φάσμα

Όταν ένα ηλεκτρόνιο σκεδάζεται μη ελαστικά σε αλληλεπίδραση με τον πυρήνα ενός ατόμου, επιβραδύνεται και μέρος (έως και το σύνολο) της ενέργειάς του αποδίδεται σαν ακτίνες X που ονομάζονται Bremsstrahlung. Αποτέλεσμα αυτού είναι ένα ευρύ φάσμα ακτίνων X με μέγιστη ενέργεια εκείνη του προσπίπτοντος ηλεκτρονίου. Το φάσμα αυτό δεν χρησιμεύει στην στοιχειακή ανάλυση γιατί δεν είναι χαρακτηριστικό του στοιχείου.

Χαρακτηριστικό φάσμα

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



Σχήμα 1, K και L γραμμές χαρακτηριστικών ακτίνων X

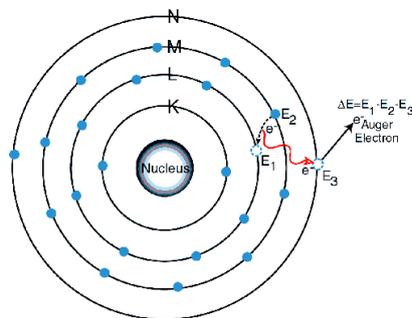
Ανιχνεύση ακτίνων X

Ο ανιχνευτής ακτίνων X είναι ένα κρύσταλλος πυριτίου (με λίθιο) ο οποίος αλλάζει την αντίστασή του ανάλογα με την απορρόφηση της ενέργειας των ακτίνων X. Αυτό καταγράφεται σαν μέτρηση της ακτίνας, χαρακτηριστικής της προέλευσης της, το μέγεθος της οποίας μετράται σε eV από έναν πολυκάναλο αναλυτή (Multi Channel Analyzer). Ο ανιχνευτής χρησιμοποιεί έναν πίνακα (Look Up Table) για να προσδιορίσει την προέλευση.

Ο ανιχνευτής δεν μετρά μόνον την χαρακτηριστική ενέργεια των ακτίνων αλλά παρόμοια με τον ανιχνευτή δευτερογενών ηλεκτρονίων, μπορεί να «φανταστεί» την θέση των ατόμων προέλευσης και να δημιουργήσει ένα χάρτη ακτίνων X. Όλοι οι ανιχνευτές παρουσιάζουν θερμική απώλεια ρεύματος και για τον λόγο αυτό πρέπει να ψύχονται με υγρό άζωτο.

Auger Ηλεκτρόνια

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



Σχήμα 2. Ηλεκτρόνια Auger

Οργανολογία

Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στις αλληλεπιδράσεις του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας σε αυτό δέσμης ηλεκτρονίων. Οι βασικές διατάξεις που υπάρχουν στο μικροσκόπιο είναι το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το σύστημα πληροφοριών και τέλος το σύστημα κενού. Τα βασικά στάδια λειτουργίας ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου από δίπλα διάγραμμα λειτουργίας μικροσκοπίου είναι:

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

Τα παραπάνω στάδια ισχύουν για όλους τους τύπους ηλεκτρονικών μικροσκοπίων.

Πηγή ηλεκτρονίων

Τα ηλεκτρόνια παράγονται από ένα νήμα βολφραμίου (υπάρχουν και άλλα υλικά), το οποίο λειτουργεί σαν κάθοδος. Μέσα από το νήμα περνάει ρεύμα (filament current). Καθώς το ρεύμα αυξάνεται, εκπέμπονται ηλεκτρόνια τα οποία κατευθύνονται προς την άνοδο στην οποία εφαρμόζεται ένα δυναμικό 1-30 KV (accelerating voltage). Η άνοδος που είναι θετική όπως και το κύκλωμα δημιουργεί ισχυρές ελκτικές δυνάμεις στα ηλεκτρόνια. Αποτέλεσμα αυτού είναι ότι η άνοδος κατευθύνει και επιταχύνει τα ηλεκτρόνια, ελέγχει δηλαδή την ενέργειά τους.

Καθώς αυξάνεται το ρεύμα του νήματος, φθάνει σε ένα σημείο που δεν εκπέμπονται πλέον άλλα ηλεκτρόνια. Αυτή η κατάσταση ονομάζεται κορεσμός του νήματος (filament saturation). Αν το ρεύμα του νήματος αυξηθεί επιπλέον, έχουμε υπερθέρμανση και εξάχνωση του βολφραμίου, δηλαδή το νήμα καίγεται. Ακόμα όμως και στο σημείο κορεσμού, μέρος του βολφραμίου εξαχνώνεται και γι' αυτό με την πάροδο του χρόνου το νήμα λεπταίνει. Δίπλα το διάγραμμα εκπομπής δέσμης.

Ο αριθμός ηλεκτρονίων στην δέσμη ορίζεται σαν ρεύμα εκπομπής (emission current – 100 μ A). Καθορίζεται από την απόσταση ανάμεσα στην άκρη του νήματος (filament tip) και του ανοίγματος που υπάρχει στο καπάκι (Wehnelt cap aperture). Όσο πιο κοντά είναι τόσο περισσότερα ηλεκτρόνια έλκονται και τόσο μεγαλύτερο γίνεται το ρεύμα εκπομπής. Τα ηλεκτρόνια επιταχύνονται από την άνοδο και περνούν μέσα από ένα ηλεκτρομαγνητικό φακό συμπύκνωσης (condenser lens) που τα μετατρέπει σε δέσμη (Στάδιο απομεγέθυνσης). Η ισχύς αυτού του φακού καθορίζει την διάμετρο της δέσμης (spot size). Άλλοι ηλεκτρομαγνητικοί φακοί ελέγχουν την εστίαση της δέσμης πάνω στην επιφάνεια του δείγματος. Τα παρακάτω σχήματα παρουσιάζουν δύο διαφορετικές συνθήκες εστίασης της δέσμης των ηλεκτρονίων: σε μικρή απόσταση εργασίας από το δείγμα (αριστερά) και σε μεγαλύτερη (δεξιά). Και στις δύο περιπτώσεις χρησιμοποιούνται ίδιοι φακοί και με το ίδιο μέγεθος διαφράγματος. Όμως, καθώς μετακινείται το δείγμα μακριά από τους φακούς παρατηρούνται τα εξής:

- Η απόσταση εργασίας S αυξάνει
- Η απομεγέθυνση ελαττώνεται
- Το μέγεθος του σημείου αυξάνει
- Η γωνία απόκλισης α ελαττώνεται

Η ελάττωση της απομεγέθυνσης συμβαίνει όταν ελαττώνεται το ρεύμα των φακών, που έχει ως αποτέλεσμα την αύξηση του μήκους εστίασης f των φακών. Η ανάλυση του δείγματος ελαττώνεται με την αύξηση της απόστασης εργασίας, επειδή αυξάνεται το μέγεθος του σημείου. Αντίστροφα, το βάθος του πεδίου αυξάνει με την αύξηση της απόστασης εργασίας, επειδή η γωνία απόκλισης είναι μικρότερη.

Συστήματα κενού

Κατά την χρήση του SEM, η στήλη πρέπει να βρίσκεται υπό κενό για να μπορεί να παραχθεί και διατηρηθεί σταθερή η ακτίνα των ηλεκτρονίων. Ειδάλλως τα ηλεκτρόνια συγκρούονται με τα μόρια του αέρα και απορροφώνται. Το κενό επιτυγχάνεται με την χρήση δύο αντλιών και είναι της τάξης των $2 \cdot 10^{-3}$ Pa.

Συστήματα πληροφοριών

Περιλαμβάνει τους διάφορους ανιχνευτές που δέχονται τα σήματα που παράγονται από την αλληλεπίδραση της δέσμης ηλεκτρονίων με το δείγμα και το σύστημα παρουσίασης (μεγένθυση-παρουσίαση-καταγραφή). Οι ανιχνευτές που χρησιμοποιούνται συνήθως είναι ανιχνευτές δευτερογενών ηλεκτρονίων όπως ο ανιχνευτής Everhart – Thornley (ETD), ο ανιχνευτής ευρέως πεδίου (Large Field Detector, LFD), ο ανιχνευτής σε ατμοσφαιρική πίεση (Gaseous Electron Detector GED), ο ανιχνευτής διόδου στερεάς φάσης (Solid State Electron Detector, SSED) για τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (BSE), καθώς και ο ανιχνευτής διόδου λιθίου – πυριτίου (SiLi), με τον οποίο ανιχνεύουμε ενεργειακή διασπορά ακτίνων - X (Energy Dispersive Spectrometer, EDS).

Εφαρμογές

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης χρησιμοποιείται ευρύτατα σε όλα τα πεδία που μας ενδιαφέρει η γεωμετρία και η σύσταση της μικροδομής. Μπορεί να χρησιμοποιηθεί για μία μεγάλη ποικιλία δειγμάτων όπως, βιολογικά υλικά, φιλμ, μεμβράνες, φίλτρα, ίνες, ρητίνες, τέφρες, τσιμέντα, χρώματα, μεταλλικές επιφάνειες, κλπ. Η μεγάλη δυνατότητα εστίασης και αλλαγής μεγέθυνσης σε ένα ευρύ πεδίο, η ελάχιστη προετοιμασία του δείγματος και τα τρισδιάστατα διαγράμματα που μας προσφέρει το SEM το έχουν κάνει ένα απαραίτητο όργανο έρευνας. Με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης παίρνουμε ποσοτικές αναλύσεις με γεωμετρικές λεπτομέρειες και έχουμε τη δυνατότητα να ξεχωρίζουμε φάσεις. Ο συνδυασμός του SEM με το XRD χρησιμοποιείται για την ποσοτική ανάλυση σε ελατές και εύθραυστες φάσεις, για το βάθος των ρηγμάτων, το μέγεθος της ζώνης στη σχισμή, και τον τρόπο δημιουργίας ρωγμών με σκοπό να καθοριστεί ένα ποσοτικό μοντέλο σκληρότητας της δομής.

Η διάβρωση και επικάλυψη επιφανειών μελετώνται επίσης με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, χρησιμοποιώντας όλα τα πλεονεκτήματα του για τον χαρακτηρισμό των τύπων της διάβρωσης και της επικάλυψης και τη κινητική μελέτη των διεργασιών. Οι δομές των προστατευτικών επικαλυπτικών και η αποτελεσματικότητά τους ελέγχονται με τις εικόνες του SEM.

5.6 Ηλεκτρονικός Μικροαναλυτής Στοιχείων (EDAS ή EDS)

Μια σύγχρονη που παρέχει ποιοτική και ποσοτική ανάλυση ενός υλικού είναι εκείνη που πραγματοποιήθηκε με την βοήθεια του Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (Electron Dispersion X-rays Analysis). Κατά την μέθοδο αυτή σε ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, τα ηλεκτρόνια προσπίπτουν πάνω στις επιφανειακές στοιβάδες του υλικού που μελετάται και από το υλικό εκπέμπεται δευτερογενής ακτινοβολία ακτίνων X , η οποία και καταγράφεται με ειδικό σύστημα, ενώ στην συνέχεια με πολυπλοκούς υπολογισμούς γίνεται ποιοτική και ποσοτική ανάλυση του δείγματος. Με την συγκεκριμένη μέθοδο το βάθος της εξεταζόμενης περιοχής πλησιάζει 10 μm .

5.7 Περίθλαση Ακτίνων X (XRD)

Αυτή η τεχνική βασίζεται στην περίθλαση μονοχρωματικής ακτινοβολίας ακτίνων Roentgen, γνωστού μήκους κύματος λ , πάνω στα επίπεδα (hkl) του κρυσταλλικού πλέγματος του υπό εξέταση δοκιμίου. Η περίθλαση είναι ο συνδυασμός των φαινομένων της διάθλασης και της ανάκλασης.

Ένα κρυσταλλικό σώμα χ'άρη στην περιοδικότητα των ατόμων του, επανεκπέμπει προσπίπτουσα δέσμη ακτίνων X σε συγκεκριμένα σημεία του χώρου δηλαδή περιθλά τις ακτίνες X . Αντίθετα ένα άμορφο σώμα απλώς διαχέει τις ακτίνες X , δηλαδή τις διασκοπίζει ομοιόμορφα στο χώρο. Ανάμεσα στις δύο αυτές ακραίες καταστάσεις (περίθλαση ή απλη διάχυση) υπάρχουν όλες οι δυνατές διαβαθμίσεις. Ανάλογα με την τελειότητα της δομής τους τα στερεά υλικά μπορούν να ανακατανεύμουν τις ακτίνες X δίνοντας από το τέλειο φάσμα της περίθλασης ως το απλό ασαφές προφίλ της διάχυσης.

Το όργανο που χρησιμοποιείται είναι το φαματόμετρο ακτίνων X ή αλλιώς περιθλασίμετρο. Μετράει και καταγράφει την ένταση των ακτίνων X που περιθλώνται.

Στο εργαστήριο χρησιμοποιήθηκε το περιθλασίμετρο D8 Focus της εταιρίας BRUKER.

Οι ακτίνες X παρήχθησαν από λυχνία χαλκού. Η κάθοδος της λυχνίας αποτελείται από νήμα βολφραμίου και η άνοδος από χαλκό. Η διάταξη βρίσκεται θπό κενό. Κατά την εφαρμογή τάσης στο νήμα βολφραμίου τα ηλεκτρόνια θερμαίνονται, διεγείρονται και κενό οδηγούνται και υπό κενό στην άνοδο χαλκού. Έτσι τα ηλεκτρόνια του Cu διεγείρονται,

Μεταπηδούν σε εξωτερικές στοιβάδες και κατά την επαναφορά τους στην θεμελιώδη στοιβάδα παράγουν φωτόνια μήκους κύματος ακτίνων Χ. Οι ακτίνες Χ έχουν πολύ μικρό μήκος κύματος (παραπλήσιο με τις πλεγματικές αποστάσεις των ατόμων σε μια ένωση) της τάσης 1-2 Α. και μεγάλη διεισδυτικότητα. Η άνοδος του Cu παράγει ακτίνες μήκους κύματος $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Η κάθοδος W διαρέεται από ρεύμα έντασης $I = 40 \text{ mA}$ και τάσης $V = 40 \text{ kV}$.

Το περιθλασίμετρο διαθέτει γωνιόμετρο που περιστρέφει το δείγμα κατά γωνία θ και ανιχνευτής περιστρέφεται κατά γωνία 2θ για να λαμβάνει όλη την ακτινοβολία.

Το γωνιόμετρο πραγματοποίησε ανίχνευση από $10^0 - 100^0$, με βήμα $0,04^0 / \text{sec}$. Η σχέση μεταξύ γωνίας περίθλασης θ , του μήκους κύματος λ των ακτίνων Χ και της πλεγματικής απόστασης d , δίνεται από την γνωστή εξίσωση Bragg :

$$2d \sin \Theta = n \lambda$$

Όπου το $n =$ ακέραιο πολλαπλάσιο του μήκους κύματος λ που συνήθως είναι ισόν με 1

Κάθε φορά που ικανοποιείται η συνθήκη του Bragg για μια οικογένεια πλεγματικών επιπέδων το καταγραφικό καταγράφει ένα μέγιστο (αιχμή – peak). Στις ενδιάμεσες θέσεις μεταξύ δύο γωνιών Bragg καταγράφεται απλώς ο θόρυβος (χαμηλα peaks) ο οποίος προέρχεται τόσο από το ίδιο το μηχάνημα όσο και από την παρασιτική ακτινοβολία που φτάνει στο μετρητή με διάχυση , ανάκλαση , φθορισμό κλπ.

Η μελέτη της κρυσταλλικής δομής των επικαλύψεων αποτελεί βασικό στοιχείο για το δομικό χαρακτηρισμό τους. Η σημασία της μελέτης αυτής έγκειται στο γεγονός ότι , η κρυσταλλική δομή των επικαλύψεων επηρεάζει τις ιδιότητες τους .

Για τις ανάγκες της παρούσας μελέτης εληφθησαν ακνοδιαγράμματα για τις επικαλύψεις Zn και Ni και τέλος για το υπόστρωμα του κράματος Al 5752.

5.8 Σκληρότητα

5.8.1 Ορισμός

Ως σκληρότητα ορίζουμε την μηχανική ιδιότητα των υλικών να αντιστέκονται στην διείσδυση ή αλλιώς στην αντίσταση που φέρνει ένα υλικό στην σημειακή πλαστική παραμόρφωση.

Η μέτρηση της σκληρότητας ενός υλικού είναι μια εξαιρετικά απλή διαδικασία που είναι ικανή από μόνη της να δώσει χρήσιμες πληροφορίες για αρκετές άλλες μηχανικές ιδιότητες ενός υλικού όπως η αντοχή στον εφελκυσμό και η αντοχή στην εκτριβή.

5.8.2 Ιστορικά στοιχεία

Οι πρώτες δοκιμές σκληρότητας βασίζονταν στα ορυκτά και την ικανότητα αυτών να χαράζουν τα μαλακότερα υλικά και να χαράζονται από τα σκληρότερα. Έτσι, δημιουργήθηκε η κλίμακα Mohs η οποία εκτεινόταν από το 1 για το ποιο μαλακό ορυκτό (τάλκης), μέχρι το 10 (διαμάντι). Η κλίμακα Mohs είναι μια συγκριτική μέθοδος και δίνει μόνο μια χονδρική αίσθηση για την σκληρότητα ενός υλικού.

Άλλος τρόπος μέτρησης της σκληρότητας, που σχετίζεται περισσότερο με τις ελαστικές ιδιότητες ενός υλικού, είναι ο βαθμός ανάκρουσης μιας χαλύβδινης σφαίρας στην επιφάνεια του υπό εξέταση υλικού.

Οι πρώτες ποσοτικές μέθοδοι μέτρησης της σκληρότητας αναπτύχθηκαν το 1900. Βασίστηκαν στην πίεση, κάτω από δεδομένο φορτίο και δεδομένο χρόνο, ενός σκληρού, εκτυπωτικού εργαλείου στην επιφάνεια του εξεταζόμενου υλικού και μέτρηση του βάθους διείσδυσης του εργαλείου ή της επιφάνειας του αποτυπώματος που αφήνει το εργαλείο στο υλικό. Η πρώτη μέθοδος που αναπτύχθηκε ήταν η μέθοδος Brinell όταν ο J. A. Brinell χρησιμοποίησε σφαίρα από σκληρό χάλυβα για να μετρήσει την σκληρότητα των όχι ιδιαίτερα σκληρών μεταλλικών υλικών. Η μέτρηση γινόταν με την πίεση της σφαίρας με γνωστό φορτίο και για συγκεκριμένο χρονικό διάστημα στην επιφάνεια ενός υλικού και εν συνεχεία τον υπολογισμό της επιφάνειας του αποτυπώματος. Με βάση την επιφάνεια αυτή και με τη χρήση κατάλληλου τύπου εξάγεται η σκληρότητα του υλικού στην κλίμακα Brinell.

Το 1919 αναπτύχθηκε η μέθοδος Rockwell από τον Stanley P. Rockwell η οποία βασίζεται στην μέτρηση του βάθους διείσδυσης του εκτυπωτικού εργαλείου (γνωστής και συγκεκριμένης γεωμετρίας) το οποίο εισπιέζεται στην επιφάνεια του μετρούμενου υλικού υπό γνωστές συνθήκες φορτίου και χρόνου

Το 1925 αναπτύχθηκε από τον R.Smith και τον G.Standland η μέθοδος σκληρομέτρησης Vickers. Η μέθοδος αυτή ομοιάζει με την μέθοδο Brinell καθώς βασίζεται στην μέτρηση των γεωμετρικών χαρακτηριστικών του αποτυπώματος του εκτυπωτικού εργαλείου.

Μέχρι σήμερα έχουν αναπτυχθεί πολλές μέθοδοι και κλίμακες σκληρομέτρησης και έχουν εξελιχθεί οι παλαιότερες μέθοδοι έτσι ώστε να καλύπτουν τις ανάγκες σκληρομέτρησης των περισσότερων υλικών.

5.8.3 Μέθοδοι σκληρομετρήσεων

Οι μετρήσεις της σκληρότητας των υλικών εφαρμόζονται συχνότερα από οποιαδήποτε άλλη μηχανική δοκιμή για τους παρακάτω λόγους:

- Είναι απλές και φθηνές και δεν χρειάζεται κάποια ιδιαίτερη προετοιμασία δοκιμών.
- Η δοκιμή είναι μη καταστρεπτική και η μόνη παραμόρφωση είναι ένα μικρό σημάδι στην επιφάνεια του υλικού.
- Και άλλες μηχανικές ιδιότητες του υλικού μπορούν να εκτιμηθούν από τα δεδομένα των σκληρομετρήσεων.

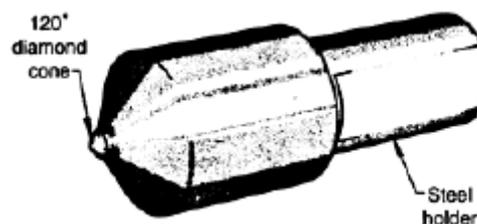
Οι μέθοδοι σκληρομετρήσεων μπορούν να χωριστούν σε δύο μεγάλες κατηγορίες. Σε αυτές που η μέτρηση βασίζεται στον υπολογισμό της επιφάνειας του αποτυπώματος (Brinell, Vickers, Knoop) και σε αυτές που η μέτρηση βασίζεται στον υπολογισμό του βάθους διείσδυσης του εκτυπωτικού εργαλείου (Rockwell). Οι πιο διαδεδομένες μέθοδοι που χρησιμοποιούνται σήμερα είναι οι τέσσερις που προαναφέρονται.

Rockwell

Η μέθοδος Rockwell είναι η πιο κοινή λόγω της απλότητάς της. Πολλές διαφορετικές κλίμακες χρησιμοποιούνται όπου η κάθε μία αφορά συνδιασμούς διαφορετικών φορτίων και διαφορετικών εκτυπωτικών εργαλείων και επιτρέπουν την σκληρομέτρηση όλων των μετάλλων και κραμάτων. Τα εκτυπωτικά εργαλεία μπορεί να είναι σφαιρικά, διαφόρων διαμέτρων από 1/16 έως 1/2 της ίντσας (in) ή μπορεί να είναι κωνικό διαμάντι περιεχόμενης γωνίας 120⁰, το οποίο χρησιμοποιείται για την μέτρηση των σκληρότερων υλικών.

Κάθε κλίμακα συμβολίζεται με ένα γράμμα του λατινικού αλφαβήτου (A, B, C, D, E, F, G, H, K). Κάθε κλίμακα εκτείνεται από το 0 έως το 130 αλλά οι μετρήσεις κάτω από 20 και πάνω από 100 πρέπει να θεωρούνται αναξιόπιστες και να επιλέγεται η προηγούμενη ή η επόμενη κλίμακα αντιστοίχως.

Το βάθος διείδυσης υπολογίζεται με τη βοήθεια ευαίσθητου ορολογιακού μικρόμετρου στα παλαιότερα όργανα και με ψηφιακό τρόπο στα νεότερα.



Εικόνα 16. Σχηματική αναπαράσταση εκτυπωτικού εργαλείου με κωνικό διαμάντι που χρησιμοποιείται στην μέθοδο Rockwell.

Brinell

Το εκτυπωτικό εργαλείο που χρησιμοποιείται στην μέθοδο Brinell είναι σφαίρα διαμέτρου 10mm κατασκευασμένη από σκληρό χάλυβα. Τα φορτία που εφαρμόζονται είναι τυποποιημένα από 500Kg έως 3000Kg. Η κλίμακα Brinell είναι συνάρτηση του επιβαλλόμενου φορτίου και της διαμέτρου του αποτυπώματος και εκτείνεται από το 5 έως το 10.000.

Η διάμετρος του αποτυπώματος μετριέται με την βοήθεια μικροσκοπίου και η σκληρότητα εξάγεται από διάγραμμα.



Εικόνα 17. Σύγχρονο σκληρόμετρο Brinell.

Vickers και Knoop

Οι δύο αυτές τεχνικές σκληρομέτρησης ομοιάζουν πολύ ως προς τα χαρακτηριστικά τους. Η τεχνική Vickers χρησιμοποιεί ως εκτυπωτικό εργαλείο διαμάντι κωνικού σχήματος και πολύ μικρού μεγέθους. Το διαμάντι εισπιέζεται στην επιφάνεια του μετρούμενου υλικού με πολύ μικρότερα φορτία σε σχέση με τις προηγούμενες τεχνικές που περιγράφηκαν. Τα φορτία μπορεί να είναι από 1 έως 1000g και ο χρόνος εφαρμογής μπορεί να ποικίλλει έως αρκετά δευτερόλεπτα. Η σκληρότητα του υλικού εξάγεται με την μέτρηση των διαγωνίων του αποτυπώματος. Στη συνέχεια εξάγεται ο μέσος όρος των διαγωνίων και η σκληρότητα βρίσκεται μέσα από πίνακες. Οι διαγώνιες μετρούνται με τη χρήση μικροσκοπίου και κλίμακας. Στα νεότερα σκληρόμετρα η μέτρηση γίνεται με αυτόματο τρόπο. Η επιφάνεια του εκάστοτε δοκιμίου θα πρέπει να είναι καλά λειασμένη έτσι ώστε το αποτύπωμα να είναι ευδιάκριτο και η μέτρηση αξιόπιστη. Η μέθοδος επιτρέπει την σκληρομέτρηση αρκετά σκληρών υλικών όπως σκληρών χαλύβων.

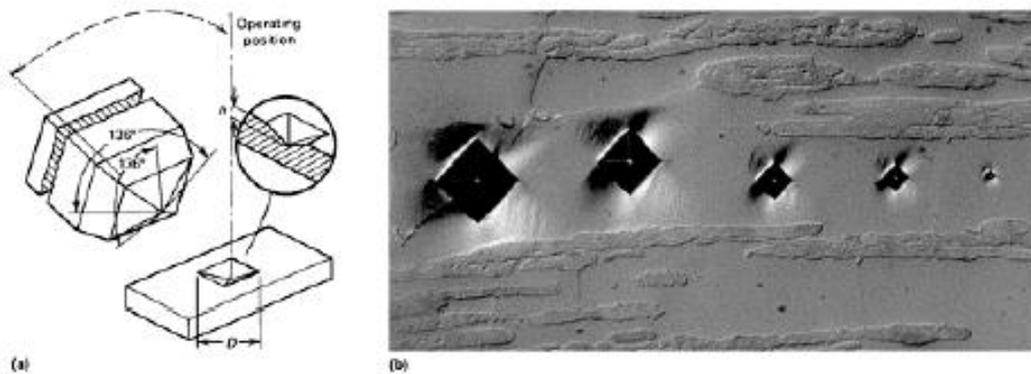
Η μέθοδος Κνοορ αναπτύχθηκε το 1939 από τον Frederick Κνοορ. Η μέθοδος Κνοορ είναι παρόμοια με την μέθοδο Vickers και η μόνη διαφορά είναι το διαφορετικής γεωμετρίας διαμάντι το οποίο χρησιμοποιείται ως εκτυπωτικό εργαλείο. Σε αυτήν την μέθοδο το διαμάντι αντί για τετραγωνική διατομή, η μία διάμετρος είναι περίπου 7 φορές μεγαλύτερη από την άλλη. Στην μέθοδο Vickers όπως προαναφέρθηκε μετριέται το μήκος και των δύο διαγωνίων του αποτυπώματος ενώ στην μέθοδο Κνοορ μετριέται το μήκος μόνο της μεγάλης διαγωνίου προκειμένου να εξαχθεί η σκληρότητα του υλικού. Η μέθοδος Κνοορ χρησιμοποιείται κυρίως για την σκληρομέτρηση ψαθυρών υλικών όπως τα κεραμικά υλικά.

5.8.4 Μικροσκληρότητα

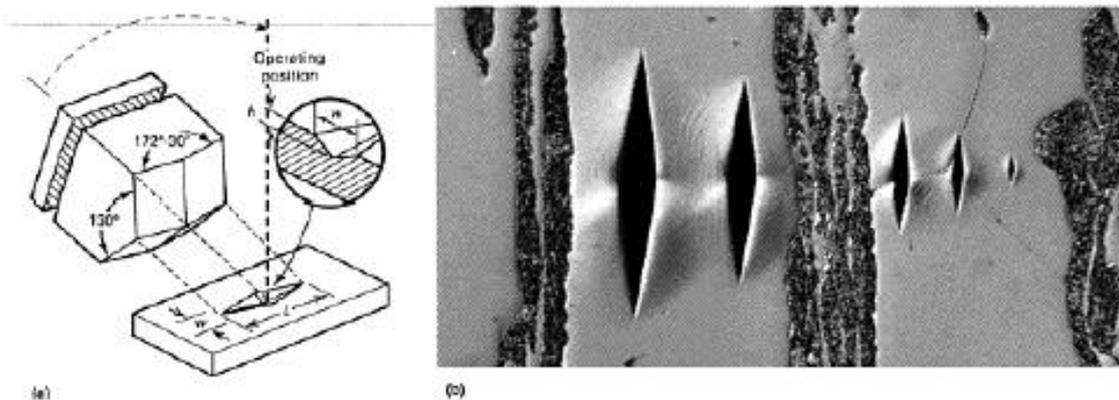
Με τον όρο μικροσκληρότητα εννοούμε σκληρομετρήσεις οι οποίες διεξάγονται με την χρήση εξαιρετικά μικρών εκτυπωτικών εργαλείων και την χρήση πολύ μικρών φορτίων. Ο όρος μικροσκληρότητα αναφέρεται βασικά στις δύο τεχνικές Vickers και Κνοορ.

Οι μικροσκληρομετρήσεις πραγματοποιούνται με τη βοήθεια των μικροσκληρομέτρων που είναι συσκευές ακριβείας και είναι εξοπλισμένες με μικροσκόπιο για την μέτρηση των γεωμετρικών χαρακτηριστικών των αποτυπωμάτων.

Οι μικροσκληρομετρήσεις μας δίνουν την δυνατότητα να διαπιστώσουμε την σκληρότητα ξεχωριστά για τις διαφορετικές φάσεις ενός υλικού και τα διαφορετικά μικρογραφικά συστατικά αυτού. Επίσης, η μικροσκληρομετρία μας επιτρέπει την μέτρηση της σκληρότητας σε επικαλύψεις.



Εικόνα 18. (α) Γεωμετρικά χαρακτηριστικά του εκτυπωτικού εργαλείου που χρησιμοποιείται στην μέθοδο Vickers. (β) Αποτυπώματα σκληρομέτρησης Vickers σε μεταλλικό υλικό, διακρίνεται η μικροδομή του υλικού.



Εικόνα 19. (α) Γεωμετρικά χαρακτηριστικά του εκτυπωτικού εργαλείου που χρησιμοποιείται στην μέθοδο Κνοορ. (β) Αποτυπώματα σκληρομέτρησης Κνοορ σε μεταλλικό υλικό, διακρίνεται η μικροδομή του υλικού.

Η μέθοδος Κνοορ επιτρέπει την σκληρομέτρηση σε υλικά τα οποία έχουν μικρογραφικά συστατικά τα οποία έχουν έντονες διαφορές στην σκληρότητά τους. Με την μέθοδο αυτή είναι δυνατόν να προσανατολιστεί η κεφαλή του εκτυπωτικού εργαλείου παράλληλα προς τα μικρογραφικά αυτά συστατικά όπως φαίνεται στην εικόνα 5. Τέτοιου είδους υλικά είναι σχεδόν αδύνατο να μετρηθούν με την μέθοδο Vickers διότι όταν η εκτυπωτική κεφαλή 'πατάει' σε δύο διαφορετικούς κόκκους με μεγάλη διαφορά στην σκληρότητά τους προκύπτει αποτύπωμα με την μεγάλη διαφορά στο μήκος των δύο διαγωνίων και στην περίπτωση αυτή η μέτρηση θεωρείται μη αξιόπιστη. Επίσης με την μέθοδο Κνοορ είναι δυνατόν να πραγματοποιούνται μετρήσεις σε κοντινότερα διαστήματα (ως προς την μικρή διάμετρο) σε σχέση με την μέθοδο Vickers. Όπως προαναφέρθηκε η μέθοδος Κνοορ είναι καταλληλότερη για την σκληρομέτρηση ψαθυρών υλικών. Ο λόγος είναι ότι λόγω της γεωμετρίας της εκτυπωτικής κεφαλής δεν δημιουργείται έντονη ρωγμάτωση στις ακμές του αποτυπώματος. Επίσης, το βάθος του αποτυπώματος είναι μικρότερο σε σχέση με την μέθοδο Vickers και για τον λόγω αυτό η μέθοδος Κνοορ είναι καταλληλότερη για την σκληρομέτρηση λεπτών επικαλύψεων. Ένα αρνητικό σημείο είναι ότι η κλίμακα την μεθόδου Κνοορ είναι δύσκολο να μετατραπεί σε άλλες κλίμακες έτσι ώστε να υπάρξει σχετική σύγκριση.

5.8.4.1. Τεχνικά χαρακτηριστικά

Υπάρχει μεγάλη ποικιλία μικροσκληρομέτρων διαθέσιμη. Από φθηνές μηχανές έως ημιαυτόματα και πλήρως αυτόματα μικροσκληρόμετρα. Ένα μικροσκληρόμετρο μπορεί να δεχθεί εκτυπωτική κεφαλή είτε της μεθόδου Vickers είτε της μεθόδου Κνοορ και έτσι μπορούν να ληφθούν μικροσκληρομετρήσεις και με τις δύο μεθόδους με πολύ μικρές τροποποιήσεις στην ίδια μηχανή.

Στην μηχανή μπορεί να ρυθμιστεί το φορτίο το οποίο θα εφαρμοστεί και το οποίο είναι δυνατόν να εφαρμοστεί είτε απευθείας, είτε με σταδιακό τρόπο. Στις νεότερες μηχανές μικροσκληρομέτρησης δίνεται η δυνατότητα το φορτίο να εφαρμοστεί και να αρθεί με κυκλικό τρόπο έτσι ώστε να επιτευχθεί η απαιτούμενη επαναληψιμότητα στις μετρήσεις. Με τον ίδιο, επίσης, τρόπο μπορεί να ελεγχθεί ο χρόνος εφαρμογής του φορτίου. Ένας σημαντικός παράγοντας ο οποίος πρέπει να ελεγχθεί είναι οι κραδασμοί. Ακόμα και οι παραμικροί κραδασμοί μπορεί να αυξήσουν το μέγεθος του αποτυπώματος και να αλλοιώσουν την ακρίβεια των αποτελεσμάτων.

Σημαντικό επίσης στοιχείο είναι ο καθορισμός της θέσης του δοκιμίου. Τα μικροσκληρόμετρα είναι εξοπλισμένα με κινούμενη τράπεζα η οποία κινείται μέσω μικρομετρικών μηχανισμών.

Για την μέτρηση των διαστάσεων του αποτυπώματος αλλά και για την επιλογή της θέσης για την μικροσκληρομέτρηση μια μηχανή μικροσκληρομέτρησης είναι εξοπλισμένη με τουλάχιστον δύο μικροσκόπια (X10 και X40).



Εικόνα 20. σκληρόμετρο

5.8.4.2 Χρήσεις μικροσκληρομετρήσεις

Επειδή οι μικροσκληρομετρήσεις είναι ένας γρήγορος και αξιόπιστος τρόπος να διαπιστωθεί η ποιότητα των χαρακτηριστικών ενός υλικού, χρησιμοποιούνται, εκτός από ερευνητικούς σκοπούς, στην βιομηχανία, στον ποιοτικό έλεγχο, στις θερμικές κατεργασίες και στις διεργασίες κατασκευή μεταλλικών υλικών. Επίσης, λόγω του εξαιρετικά μικρού μεγέθους του αποτυπώματος η μικροσκληρομέτρηση ενδύκνεται για την λήψη της σκληρότητας σε μικρά εξαρτήματα και σε λεπτές κατασκευές.

Ακόμη, με την χρήση των μεθόδων μικροσκληρομέτρησης μπορεί να διαπιστωθεί το βάθος στο οποίο έχει φθάσει μια τεχνική επιφανειακής σκλήρωσης όπως π.χ. η επιφανειακή βαφή.

Για την μικροσκληρομέτρηση των δοκιμίων των ΑΙ 5752 , καθώς και των δοκιμίων με την επικάλυψη χρησιμοποιήθηκε το μικροσκόπιο τύπου Shimadzu ,HΜV 2000 και εφαρμόστηκε φορτίο 100 gr με χρόνο διείδυσης της πυραμίδας 15 sec.

5.9 Μέτρηση της επιφανειάκης τραχύτητας των δοκιμίων

Η τραχύτητα μιας επιφάνειας οφείλεται σε ανωμαλίες που μπορεί να έχει η επιφάνεια από την προέλευση της ή λόγω διάφορων διεργασιών που έχει υποστεί. Ένα υλικό που δεν έχει υποστεί λείανση παρουσιάζει μεγαλύτερη τραχύτητα από ένα λειάσμενο υλικό. Ενώ αν το υλικό έχει στιλβωθεί η τραχύτητα του μειώνεται δραστικά και η ποιότητα της επιφάνειας είναι εξαιρετικά καλή.

Η επιφανειακή τραχύτητα μιας επικάλυψης επηρεάζει σε μεγάλο βαθμό την εμφάνιση της, την ικανότητα να επιστρωθεί με άλλα επιστρώματα, καθώς και την καταλληλότητα της χρήσης της σε διάφορες τεχνολογικές εφαρμογές. Για τους πιο πάνω λόγους η τραχύτητα λαμβάνεται σοβαρή υπόψη για την επιλογή των επικαλύψεων σε πληθώρα εφαρμογών. Στις ηλεκτρολυτικές επικαλύψεις, η επιφανειακή τραχύτητα επηρεάζεται από τις συνθήκες απόθεσης και κυρίως από την σύσταση του λουτρού απόθεσης, την πυκνότητα ρεύματος και την ανάδευση που εφαρμόζεται στο λουτρό. Ένας ακόμα παράγοντας που μπορεί να επηρεάσει την τραχύτητα των επικαλύψεων είναι η επιφανειακή τραχύτητα του υποστρώματος, η οποία σε μεγάλο βαθμό εξαρτάται από την κατεργασία προετοιμασίας της επιφάνειας να επικαλυφθεί.

Η τραχύτητα των δοκιμίων του κράματος Al 5752 και των επικαλύψεων μετρήθηκε με ειδικό όργανο, ένα προφιλόμετρο τύπου TIME TR 230 της VDH TECHNOLOGY. Συγκεκριμένα καταγράφηκαν τιμές της μέσης επιφανειακής τραχύτητας R_a , η οποία δίνεται από τον παρακάτω τύπο και εκφράζει την μέση αριθμητική απόκλιση της μορφολογίας επιφάνειας του υλικού από μια γραμμή αναφοράς για το μήκος l_m στο οποίο έγινε η μέτρηση με $f(x)$, η απόκλιση ενός σημείου X από την γραμμή αναφοράς.

$$R_a = \frac{1}{l_m} \int_0^{l_m} |f(x)| dx$$

Στο εργαστήριο πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις τραχύτητας στις επικαλύψεις Zn και Ni αλλά και στο υπόστρωμα Al 5752.

5.10 Δοκιμή κάμψης

Στο Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας πραγματοποιήθηκαν δοκιμές κάμψης τριών σημείων με την βοήθεια της μηχανής με σερβοϋδραυλικό σύστημα τύπου INSTRON. (Εικόνα 21)



Εικόνα 21. σερβοϋδραυλική μηχανή

Διάφορα δοκίμια του υποστρώματος κράματος Al 5752 και του επινικελωμένου κράματος Al 5752 με άνοιγμα 11 cm (μήκος) υπεβλήθησαν σε μονοτονική φόρτιση κάμψης 3 σημείων . Το φορτίο εφαρμόστηκε σε ένα σημείο του μέσου του ανοίγματος των δοκιμίων μέσω μιας ειδικής διάταξης δοκιμίων και ασκήθηκε με σταθερή ταχύτητα 2mm /s επιβολής της μετατόπισης του εμβόλου. Επίσης πραγματοποιήθηκαν τέσσερεις δοκιμές κάμψης με στόχο να δούμε από ποιά τιμή της μετατόπισης σε mm δημιουργούνται οι πρώτες ρωγμές στην επικάλυψη. Η καταγραφή των μετρήσεων με την βοήθεια ενός λογισμικού στον υπολογιστή περιλαμβάνει την μετατόπιση του εμβόλου της μηχανής και το επιβαλλόμενο φορτίο κάμψης σε ένα διάγραμμα.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6
ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ - ΣΥΖΗΤΗΣΗ

6. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ – ΣΥΖΗΤΗΣΗ

Γενικά

Στο κεφάλαιο αυτό παρατίθενται και αναλύονται δεξιολογικά τα πειραματικά αποτελέσματα της διπλωματικής εργασίας .

6.1 Υπόστρωμα κράματος Al 5752

6.1.1 Αποτελέσματα οπτικής μικροσκοπίας

Από την οπτική παρατήρηση των δοκιμών του κράματος Al 5752 (Εικόνα 22) , με την χρήση του μεταλλουργικού μικροσκοπίου , κατόπιν χημικής προσβολής με αντιδραστήριο Keller's, προκύπτει το συμπέρασμα ότι διακρίνονται τρεις μεταλλουργικές φάσεις . Η μια έχει ανοικτό χρώμα και οι άλλες σκουρότερες . Η ανωτέρω μεταλλογραφία σε συνδυασμό με τα αποτελέσματα της περίθλασης ακτίνων – X (6.1.3) , οδηγεί στο συμπέρασμα ότι η ανοκτόχρωμη είναι η μητρική φάση του κράματος αλουμινίου , ενώ σκουρές περιοχές αντιστοιχούν στις ενδομεταλλικές ενώσεις Mg_2Si και $FeAl_3$.

6.1.2 Αποτελέσματα Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (EDS)

Στην εικόνα 23 , φαίνεται η δομή του κράματος Al 5752 , που λήφθηκε από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης .

Η χημική σύσταση του κράματος που μελετήθηκε , βρέθηκε με την χρήση Σημειακού Μικροαναλυτή Στοιχείων, να είναι η ακόλουθη : 96.5 % Al , 2.47 % Mg , 0.51 % Si , 0.30% Mn και 0.22% Fe.

6.1.3 Αποτελέσματα Περίθλασης Ακτίνων – X

Μελέτη του κράματος Al 5752 με την χρήση περιθλασίμετρου ακτίνων X (Σχήμα 3) , έδειξε ότι: α) Το κράμα αποτελείται από το στερεό διάλυμα του αλουμινίου, και από τις μεταλλικές ενώσεις Mg_2Si και $FeAl_3$ σε μικρό ποσοστό.

β) Παρατηρήθηκαν τα ακόλουθα κρυσταλλογραφικά επίπεδα του αλουμινίου (200), (220), (311), (222) και (111)

γ) Το κύριο κρυσταλλογραφικό επίπεδο ανάπτυξης του κράματος αλουμινίου είναι το (200)

δ) Διαπιστώνεται η έντονη κρυσταλλικότητα του κράματος AI 5752 από την μορφολογία του διαγράμματος

6.1.4 Αποτελέσματα μικροσκληρότητας

Οι δοκιμές μέτρησης μικροσκληρότητας των δοκιμίων AI 5752 πραγματοποιήθηκαν με φορτίο 100gr και για χρόνο 15 sec

Πιο συγκεκριμένα, πραγματοποιήθηκαν 10 επαναλήψεις για μεγαλύτερη ακρίβεια και καταγράφηκε ο μέσος όρος των μετρήσεων. Στον παρακάτω πίνακα δίδεται η μικροσκληρότητα του AI 5752.

ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΥΠΟΣΤΡΩΜΑΤΟΣ AI 5752

78 HVN

6.1.5 Αποτελέσματα τραχυμέτρησης

Η τραχύτητα του υλικού πρέπει να λαμβάνεται πάντοτε υπόψη. Έτσι λοιπόν έγιναν μετρήσεις σε σιλιβωμένα δοκίμια AI 5752 καθώς και στα δοκίμια AI 5752 με επικάλυψη

Στην μέτρηση της τραχύτητας ελήφθησαν υπόψη δύο τιμές κατά δύο άξονες :

ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ ΥΠΟΣΤΡΩΜΑΤΟΣ AI 5752

R_{aL}	R_{maxL}	R_{aP}	R_{maxP}
0.05	0.20	0.07	0.22

Με R_{aL} η μέση τραχύτητα κατά μήκος έλασης, R_{maxL} η μέγιστη τραχύτητα κατά το μήκος έλασης, R_{aP} η μέση τραχύτητα κάθετα στον άξονα έλασης, R_{maxP} η μέγιστη τραχύτητα κάθετα στον άξονα έλασης. και εκφράζονται σε μικρόμετρο (μm).

6.2 Αποτελέσματα επικαλύψεων στο υπόστρωμα κράματος αλουμινίου Al 5752

6.2.1 Αποτελέσματα επικάλυψης Zn

6.2.1.1 Αποτελέσματα οπτικής μικροσκοπίας

Στην Εικόνα 24, παρουσιάζεται μεταλλογραφική εικόνα της επιφάνειας του επιστρώματος ψευδαργύρου (zincate). Η επικάλυψη δείχνει να είναι ομοιόμορφη και συμπαγής, χωρίς να εμφανίσει πόρους και ρωγμές. Το πάχος της επικάλυψης βρέθηκε να είναι 3 μm μετά από 60 s.

6.2.1.2 Αποτελέσματα Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (EDS)

Στις Εικόνες 25 και 26, παρατηρείται η ανάπτυξη των κρυστάλλων ψευδαργύρου στο υπόστρωμα Al 5752. Η χημική ανάλυση έδειξε ότι πρόκειται για καθαρό ψευδάργυρο.

6.2.1.3 Περιθλαση Ακτίνων –X

Μελέτη του ενδιάμεσου επιστρώματος ψευδαργύρου στο υπόστρωμα κράματος αλουμινίου 5752 με την χρήση περιθλασίμετρου ακτίνων X (Σχήμα 4) έδειξε :

α) Το επίστρωμα αποτελείται από καθαρό ψευδάργυρο.

β) Παρατηρήθηκαν τα επίπεδα (101), (002), (100) και (110). το κύριο κρυσταλλογραφικό επίπεδο είναι το (101).

γ) Ανιχνεύτηκαν κρυσταλλικές κορυφές από το υπόστρωμα του κράματος αλουμινίου, γεγονός που αποδίδεται στο μικρό πάχος της επικάλυψης ψευδαργύρου.

6.2.1.4 Αποτελέσματα τραχυμέτρησης

Η τραχύτητα της επίσταλψης Zn (zincate) ήταν :

ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ ΕΠΙΚΑΛΥΨΗΣ Zn

R_a	R_{max}
0.1	1

6.2.1.5 Αποτελέσματα Μικροσκληρομέτρησης

Η σκληρότητα του δοκίμιου AI 5752 με την επίσταλψη Zn βρέθηκε αυξημένη από ό,τι ήταν στο δοκίμιο AI 5752 χωρίς επίσταλψη.

ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ AI 5752 ΜΕ ZINCATE

81 HVN

6.2.2 Κράμα ΑΙ 5752 και zincate με επικάλυψη Νί

6.2.2.1 Αποτελέσματα οπτικής μικροσκοπίας

Στην Εικόνα 27 , παρουσιάζονται μεταλλογραφικές εικόνες της επιφάνειας των δοκιμίων κράματος ΑΙ 5752 με επικάλυψη Νί.

Για την παρατήρηση της κάθετης τομής των επικαλύψεων Νί , επικαλυμμένα δοκίμια εγκιβωτίσθηκαν σε κατάλληλη ρητίνη . Στην συνέχεια οι τομές των επικαλυμμένων δοκιμίων αυτών υπέστησαν κατάλληλη μεταλλογραφική προετοιμασία λείανσης και στίλβωσης .

Στις εικόνες , παρουσιάζεται μικρογραφία του πάχους της επικάλυψη σε κάθετη τομή από οπτικό μικροσκόπιο μετά τον εγκιβωτισμό του δείγματος.

Παρατηρείται επίσης καλή συνοχή και ικανοποιητική πρόσφυση προς το υπόστρωμα , με απουσία ρωγμών ή κοιλοτήτων . διακρίνεται επίσης η διεπιφανειακή τραχύτητα , η οποία πιθανόν να οφείλεται στην ηλεκτρολυτική απόθεση του επιστρώματος.

Μετά την ηλεκτρολυτική απόθεση για χρόνο 30 min , η επικάλυψη βρέθηκε με πάχος 20μm.

Η σχέση που συνδέει το πάχος επικαλύψεως με τον χρόνο επιμετάλλωσης είναι γραμμική και δίδεται προσεγγιστικά από την μαθηματική εξίσωση :

$$\Pi (t) = 0.66 t$$

6.2.2.2 Αποτελέσματα Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (EDS).

Στις εικόνες 28, 29 και 30 παρουσιάζονται μικρογραφίες της επιφάνειας με την επικάλυψη Ni καθώς γενικές και σημειακές χημικές αναλύσεις αυτών. Σε αυτές παρατηρήθηκε η παρουσία σχηματισμών σφαιροειδούς σχήματος.

Η επικάλυψη φαίνεται να είναι αρκετά συμπαγής , ομοιόμορφη και σχεδόν χωρίς ατέλειες .

6.2.2.3 Περίθλαση Ακτίνων – X

Μελέτη του επιστρώματος Ni στο επιψευδαργυμένο υπόστρωμα κράματος αλουμινίου 5752 με την χρήση περιθλασίμετρου ακτίνων -X (Σχήμα 10) έδειξε ότι η επικάλυψη αποτελείται μόνο από στερεό διάλυμα νικελίου , και αυτό σε συνδυασμό με τα αποτελέσματα από την χημική ανάλυση , όπου το ποσοστό του νικελίου ήταν παραπάνω από 90 % κ..β .

6.2.2.4 Αποτελέσματα μικροσκληρότητας

Στον παρακάτω πίνακα δίνεται την μέση τιμή μικροσκληρότητας , η οποία προέκυψε από τον μέσο όρο 10 ανεξάρτητων μετρήσεων για 15 s και φορτίο 100 gr

ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΕΠΙΚΑΛΥΨΗΣ Ni

210 HVN

6.2.2.5 Αποτελέσματα τραχυμέτρησης

Η επιφανειακή τραχύτητα μίας επικάλυψης επηρεάζει σε μεγάλο βαθμό την εμφάνιση της καθώς και την καταλληλότητα της χρήσης της σε διάφορες τεχνολογικές εφαρμογές .

Στις ηλεκτρολυτικές επικαλύψεις , η επιφανειακή τραχύτητα επηρεάζεται από την σύσταση του ηλεκτρολυτικού λουτρού , όσο και από την πυκνότητα του ρεύματος απόθεσης , από την θερμοκρασία και την ανάδευση που εφαρμόζεται στο λουτρό . Ένας σημαντικός παράγοντας που επηρεάζει την επικάλυψη είναι η επιφάνεια επιστρώματος , που σε μεγάλο βαθμό εξαρτάται από την κατεργασία προετοιμασίας της επιφάνειας που πρόκειται να επικαλυφθεί. Σύμφωνα με τις προηγούμενες συναφείς μελέτες , η επιφανειακή τραχύτητα συνδέεται με την επιφανειακή μορφολογία των επικαλύψεων.

Στον παρακάτω πίνακα δίδονται τα αποτελέσματα της τραχυμέτρησης σε τυχαία διεύθυνση

ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ		ΕΠΙΚΑΛΥΨΗΣ Ni	
R_a			R_{max}
0.8			0.5

6.3 Αποτελέσματα Μελέτης σε Κάμψη

6.3.1 Πειραματικές Συνθήκες

Σ το Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής MMM, πραγματοποιήθηκαν πειραματα κάμψης με την βοήθεια μηχανής INSTRON.

Διάφορα δοκίμια του υποστρώματος κράματος Al 5752 και του επινικελωμένου κράματος Al 5752 με άνοιγμα 11 cm (μήκος) υπεβλήθησαν σε μονοτονική φόρτιση κάμψης 3 σημείων .Το φορτίο εφαρμόστηκε σε ένα σημείο του μέσου του ανοίγματος των δοκιμίων μέσω μιας ειδικής διάταξης δοκιμίων και ασκήθηκε με σταθερή ταχύτητα 2mm /s επιβολής της μετατόπισης του εμβόλου. Η καταγραφή των μετρήσεων με την βοήθεια ενός λογισμικού στον υπολογιστή περιλαμβάνει την μετατόπιση του εμβόλου της μηχανής και το επιβαλλόμενο φορτίο κάμψης .

6.3.2 Υπόστρωμα Κράματος Al 5752

6.3.2.1 Αποτελέσματα Οπτικής Μικροσκοπίας

Στην εικόνα 33 , φαίνεται η δομή του κράματος Al 5752 , που λήφθηκε από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης μετά την υποβολή του φωτίου κάμψης. Το δοκίμιο δεν έσπασε αλλά παραμορφώθηκε πλαστικά.

Η χημική σύσταση του κράματος που μελετήθηκε , βρέθηκε με την χρήση Σημειακού Μικροαναλυτή Στοιχείων, να είναι η ακόλουθη : 96.5 % Al , 2.47 % Mg , 0.51 % Si , 0.30% Mn και 0.22% Fe.

6.3.2.2 Διάγραμμα Κάμψης

Στο Σχήμα 5 του διαγράμματος κάμψης , παρατηρούμε πώς για ρυθμό παραμόρφωσης 2mm/s και για μετατοπίσεις μικρότερες από 8 mm και φορτίσεις κάτω των 80 N , το υπόστρωμα Al 5752 παραμορφώνεται ελαστικά. Ενώ για φορτίσεις άνω των 80 N μέχρι και 95 N , το υπόστρωμα υφίσταται πλαστική παραμόρφωση.Παρατηρούμε επίσης την μεγάλη ολκιμότητα στην καμπύλη φόρτισης – μετατόπισης .

6.3.3 Υπόστρωμα Zincate με επικάλυψη Ni

6.3.3.1 Αποτελέσματα Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας (SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (EDS)

Στις εικόνες 34,35,36,37 , παρατηρείται η εφελκυσμένη περιοχή του επινικελωμένου κράματος Al 5752 που λήφθηκε από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης μετά την υποβολή της καμπτικής φόρτισης.

Παρατηρείται η αποκόλληση, διακλάδωση και σπάσιμο της επικάλυψης . Η περικρυσταλλική και η διακρυσταλλική ρωγμάτωση (το οποίο ξεκινά από 5 mm μετατόπιση) είναι πολύ έντονες στην εφελκυσμένη περιοχή από την θλιβόμενη περιοχή . Επίσης η διάδοση ρωγμών από το σύστημα επικάλυψη Ni- Υπόστρωμα Al 5752 παρεμποδίζεται από την διάσπαση των ρωγμών και σταματώντας στην διεπιφάνεια.

Διάφορες ρωγμές έχουν κατευθύνσεις είτε υπό γωνία ως προς τον άξονα εφελκυσμού , είτε κάθετα στον άξονα εφελκυσμού. Η παρουσία των ρωγμών κάθετα στον άξονα εφελκυσμού μπορεί να οφείλεται στην παρουσία υδρογόνου στον στρώμα ηλεκτροαπόθεσης και στις παραμένουσες τάσεις που αναπτύχθηκαν στην επικάλυψη κατά την ηλεκτροαπόθεση .

Στην θλιβόμενη περιοχή (Εικόνα 38) η παραμόρφωση με τις ρωγμές είναι εμφανής αλλά δείχνει να είναι μην ακολουθεί την πλαστική παραμόρφωση του υποστρώματος . Γενικά σε συγκεκριμένες περιοχές , φαίνονται ρωγμές και μικρές αποκολλήσεις της επικάλυψης . Αυτό είναι αποτέλεσμα διατμητικής τάσης που αναπτύσσεται στην διεπιφάνεια επίστρωσης – υποστρώματος .

Η παραμόρφωση της επικάλυψης παρουσιάστηκε με αρκετές περιοχές πλαστικοποίησης . (Εικόνες 39,40)

Συγκεντρώσεις τοπικών τάσεων δημιουργούνται στην διεπιφάνεια επικάλυψης – υποστρώματος , κυρίως στα σημεία ατέλειας. Όταν η τάση στα σημεία ατέλειας της διεπιφάνειας επικάλυψης – υποστρώματος υπερβεί την τιμή της κρίσιμης τάσης διάδοσης των ρωγμών , το σύνολο της επικάλυψης θραύεται και ξεφλουδίζει από το υλικό – υπόστρωμα [8].

Όταν η επιβολή καμπτικής φόρτισης φτάσει στη μέγιστη τιμή , η διάδοση ρωγμών δεν θα επεκταθεί μέσα στο υλικό υπόστρωμα αλλά μόνο στην ελεύθερη επιφάνεια του υποστρώματος .

6.3.3.2 Διαγράμματα κάμψης

Στα Σχήματα 6 έως 9 δείχνουν τις καμπύλες αλληλεπιδράσεως φόρτισης – μετατόπισης του επινικελωμένου υποστρώματος κράματος Al 5752 για σταθερό ρυθμό παραμόρφωσης 2mm/s .

Σε σύγκριση με το δοκίμιο Al 5752 χωρίς επικάλυψη ,η καμπύλη του επινικελωμένου δοκιμίου δείχνει αύξημένο μέγιστο φόρτιο στο 135 N και μείωση της ολκιμότητας του σύνθετου υλικού για στεθερά μετατόπιση .Αυτό σημαίνει για μια ηλεκτροαπόθεση 20 μm νικελίου στο επιψευδαργυμένο υπόστρωμα Al 5752 , η σκληρότητα είναι μεγαλύτερη του μην επικαλυμμένου υποστρώματος .Αυτό μπορεί να οφείλεται στην επιφάνεια επιστρώματος που παρεμποδίζει την έξοδο των διαταραχών από το μεταλλικό υπόστρωμα στην επίστρωση λόγω του παρόντος επιστρώματος , παρεμποδίζει την προσέγγιση των παραγόμενων διαταραχών στο μεταλλικό υπόστρωμα στην επιφανειακή στιβάδα από τις περιοχές υψηλής συγκέντρωσης των διαταραχών παραγόμενα στην επιφανειακή στιβάδα από τις ρωγμές αυτού του επιστρώματος κατά την παραμόρφωση ,καταστέλλοντας τον πολλαπλασιασμό των διαταραχών από το υπόστρωμα στο επίστρωμα .

Επίσης η μέγιστη κανονική τάση και η διατμητική τάση λαμβάνουν χώρα στην διεπιφάνεια επικάλυψης – υποστρώματος λόγω της μεγάλης διαφοράς ακαμψίας και του μέτρου διάτμησης των δύο υλικών ($G_{Ni} = 76 \text{ GPa}$, $G_{Al} = 26 \text{ GPa}$). (Εικόνα 40 ,41)

Τα σημεία ατέλειας στην διεπιφάνεια επικάλυψης – υποστρώματος αποτελούν τα αρχικά σημεία διάδοσης ρωγμών.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7
ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

7. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία μελετήθηκε η δομή και μηχανική συμπεριφορά των δοκιμίων επιψευδαργυρωμένου κράματος αλουμινίου Al 5752 με επικάλυψη Ni,(νικέλιο). Τα σημαντικότερα συμπεράσματα τα οποία προέκυψαν από την εργασία αυτή , συνοψίζονται στην συνέχεια :

- Από την παρατήρηση των επικαλύψεων στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο συμπεραίνουμε ότι οι επικαλύψεις που εναποτέθηκαν είναι ομοιόμορφες και συμπαγείς .Παρόλα αυτά παρατηρείται μικρή τραχύτητα
- Η σύγκριση καμπύλης φόρτισης – μετατόπισης του επινικελωμένου κράματος και του απλού υποστρώματος κράματος Al 5752 χωρίς επικάλυψη έδειξε ότι στην πρώτη περίπτωση το μέγιστο φορτίο κάμψης είναι μεγαλύτερο . Επίσης η αύξηση σκληρότητας λόγω επικάλυψης νικελίου.
- Οι κινήσεις διαταραχών και η άνοδος της πυκνότητας διαταραχών αυτών μαζί με την επικάλυψη , συνέβαλαν στην αύξηση του μέγιστου καμπτικού φορτίου στο επινικελωμένο δοκίμιο .
- Στην εφελκυσμένη περιοχή του επινικελωμένου υποστρώματος , η πλήρης αποκόλληση της επικάλυψης είναι αποτέλεσμα που οφείλεται στην μεγάλη διατμητική τάση που αναπτύσσεται κατά την παραμόρφωση με την καμπτική φόρτιση.
- Σε όλα τα δοκίμια με επικάλυψη νικελίου , οι ρωγμές μεταδίδονται είτε υπό γωνία κατά τον άξονα εφελκυσμού ,είτε κάθετα στον άξονα εφελκυσμό με την άνοδο της καμπτικής φόρτισης .

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 8
ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ

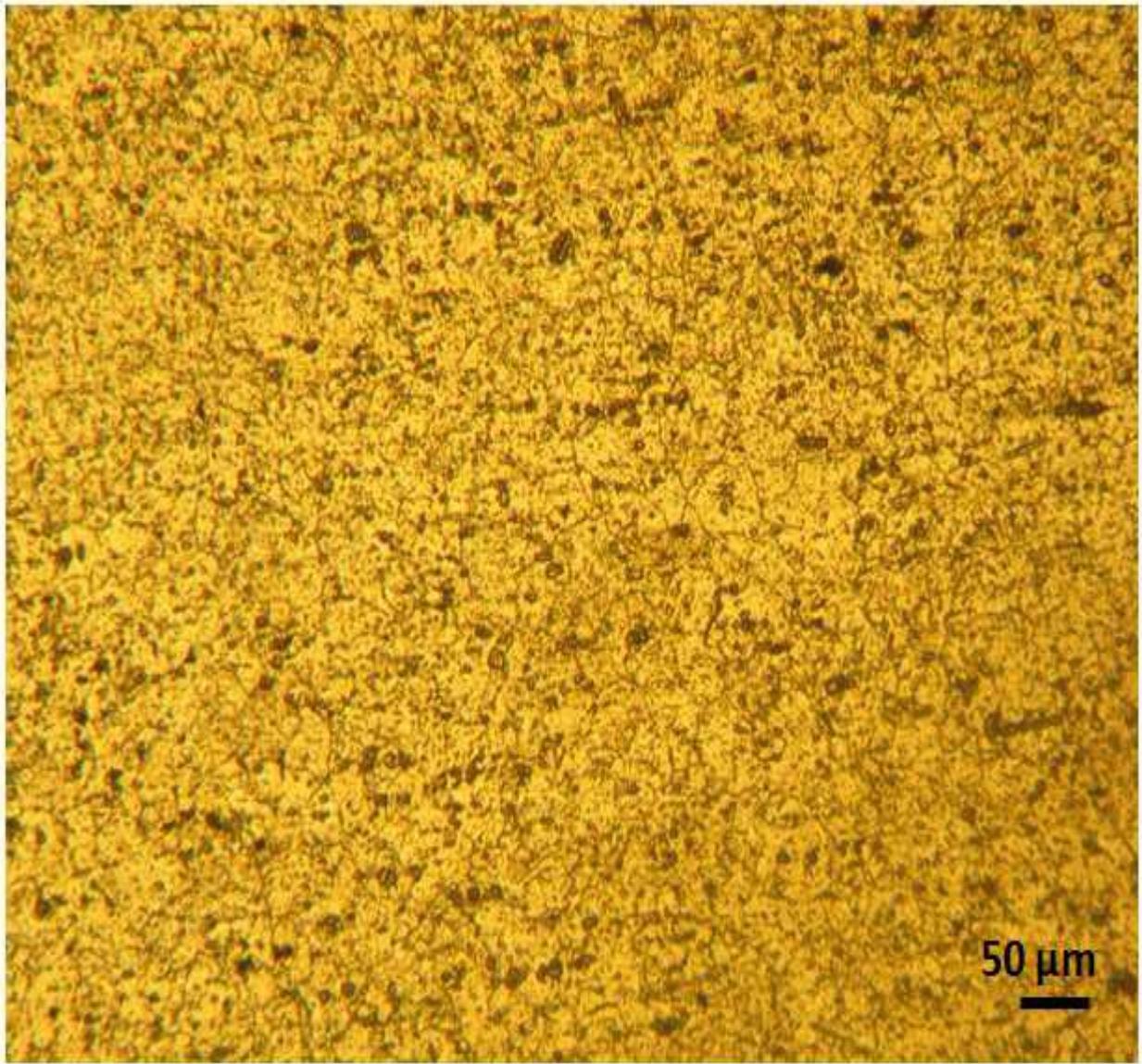
8. ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία επιτεύχθηκε η επικάλυψη νικελίου σε υπόστρωμα επιψευδαργυρωμένου κράματος αλουμινίου 5752 με σκοπό την μελέτη και την σύγκριση της μηχανικής αντοχής που παρέχουν στο αλουμίνιο οι επικάλυψεις .

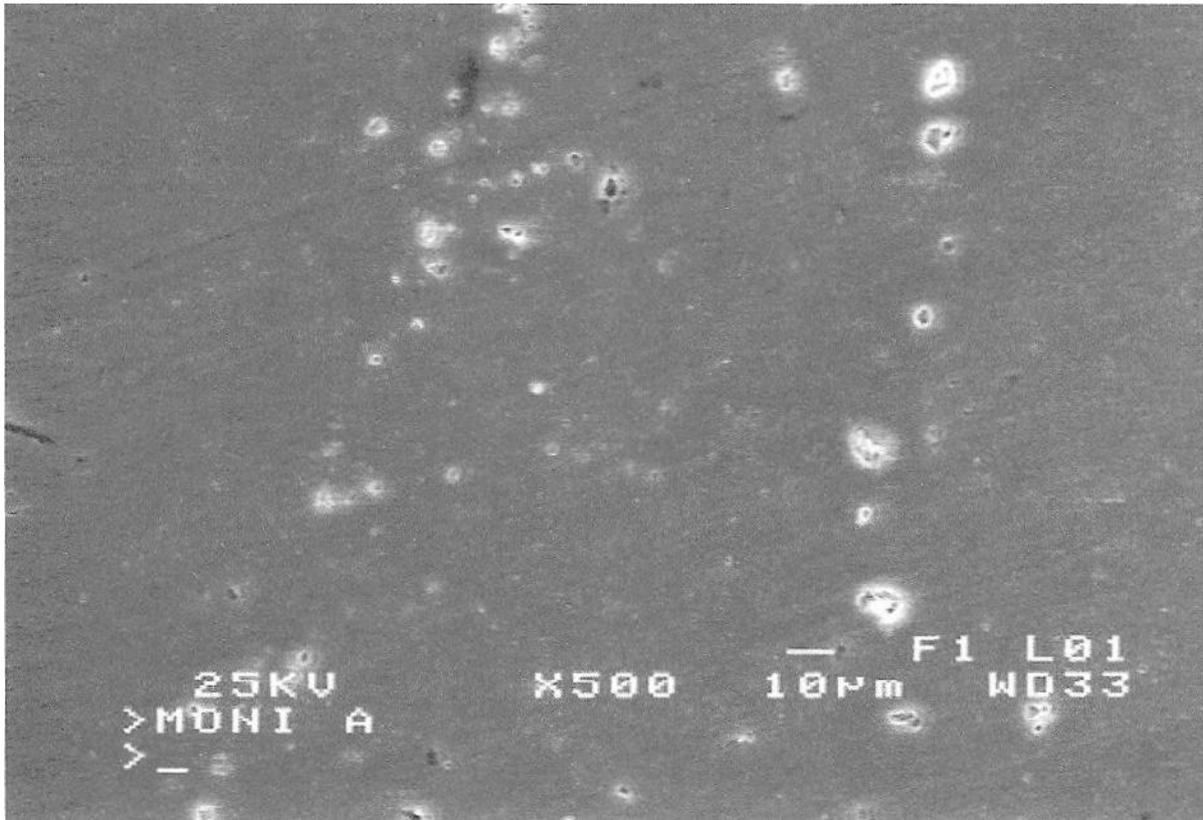
Παρακάτω δίδονται μερικές προτάσεις για περαιτέρω έρευνα :

- Κατά την ηλεκτροαπόθεση , ο μόνος παράγοντας που μεταβαλλόταν ήταν ο χρόνος επιμετάλλωσης . Θα ήταν ενδιαφέρον λοιπόν να εξεταστούν αποτελέσματα σε αντίστοιχες δοκιμές στην περίπτωση που μεταβάλλονταν κι'άλλοι παράγοντες όπως η θερμοκρασία , η ένταση ρεύματος κ.α..
- Έλεγχος της επικάλυψης Ni στην αντιδιαβρωτική συμπεριφορά .
- Θερμική κατεργασία ενός επικαλυμμένου κράματος Al και σύγκριση αποτελεσμάτων στην καμπτική αντοχή και ηλεκτροχημικές ιδιότητες των Θερμικά και Μη Θερμικά κατεργασμένων δοκιμίων.
- Δοκιμή κάμψης με μεταβαλλόμενη ταχύτητα παραμόρφωσης.
- Έλεγχος πρόσφυσης της επικάλυψης στο υπόστρωμα με ακουστικά κύματα.

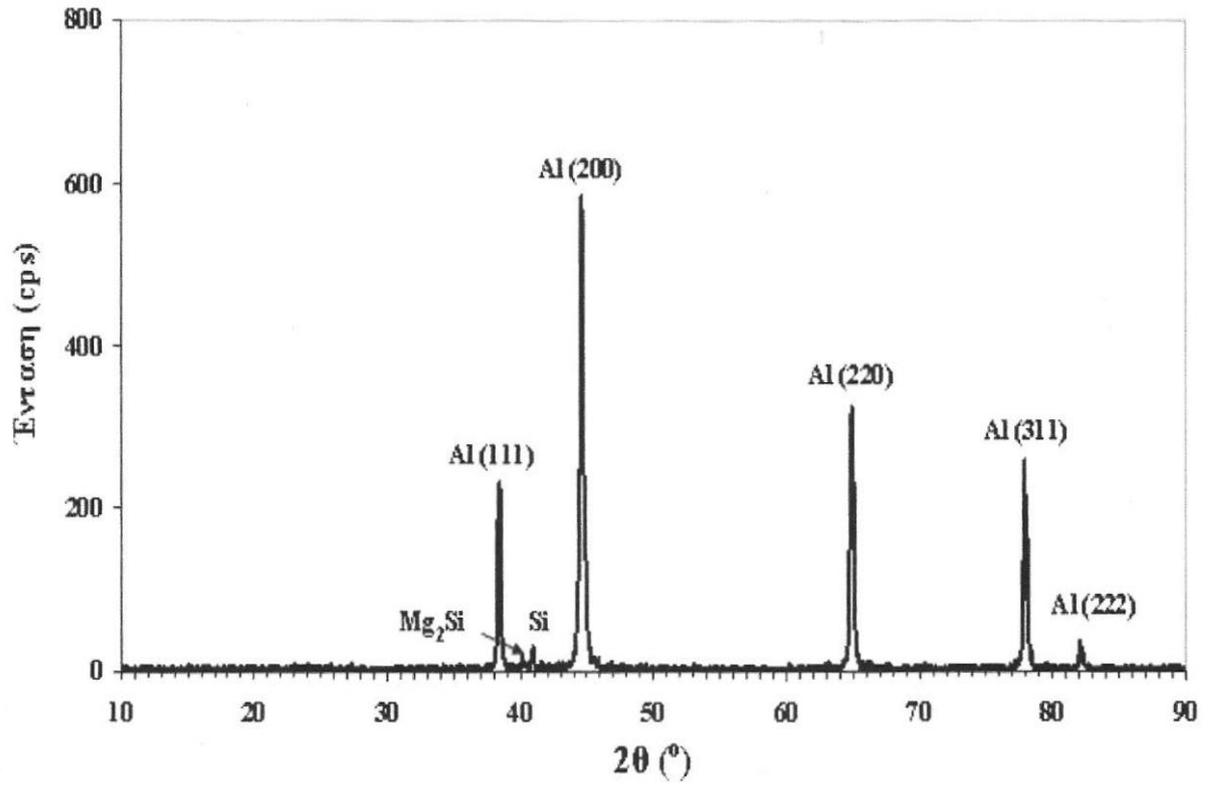
ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ



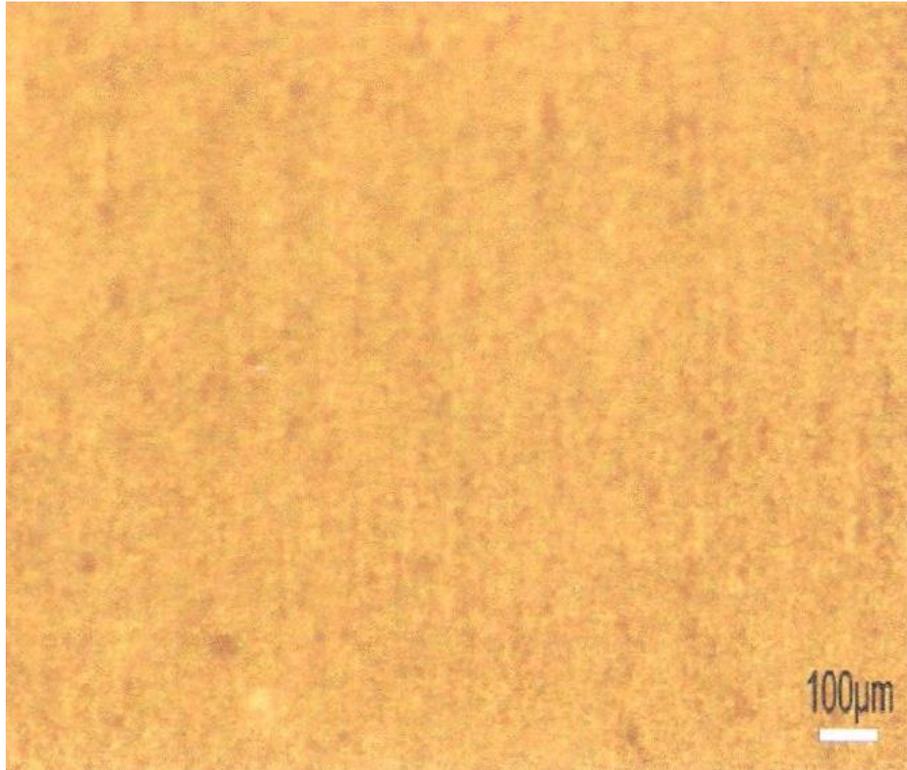
Εικόνα 22. Δομή κράματος Al 5752 στο οπτικό μικροσκόπιο



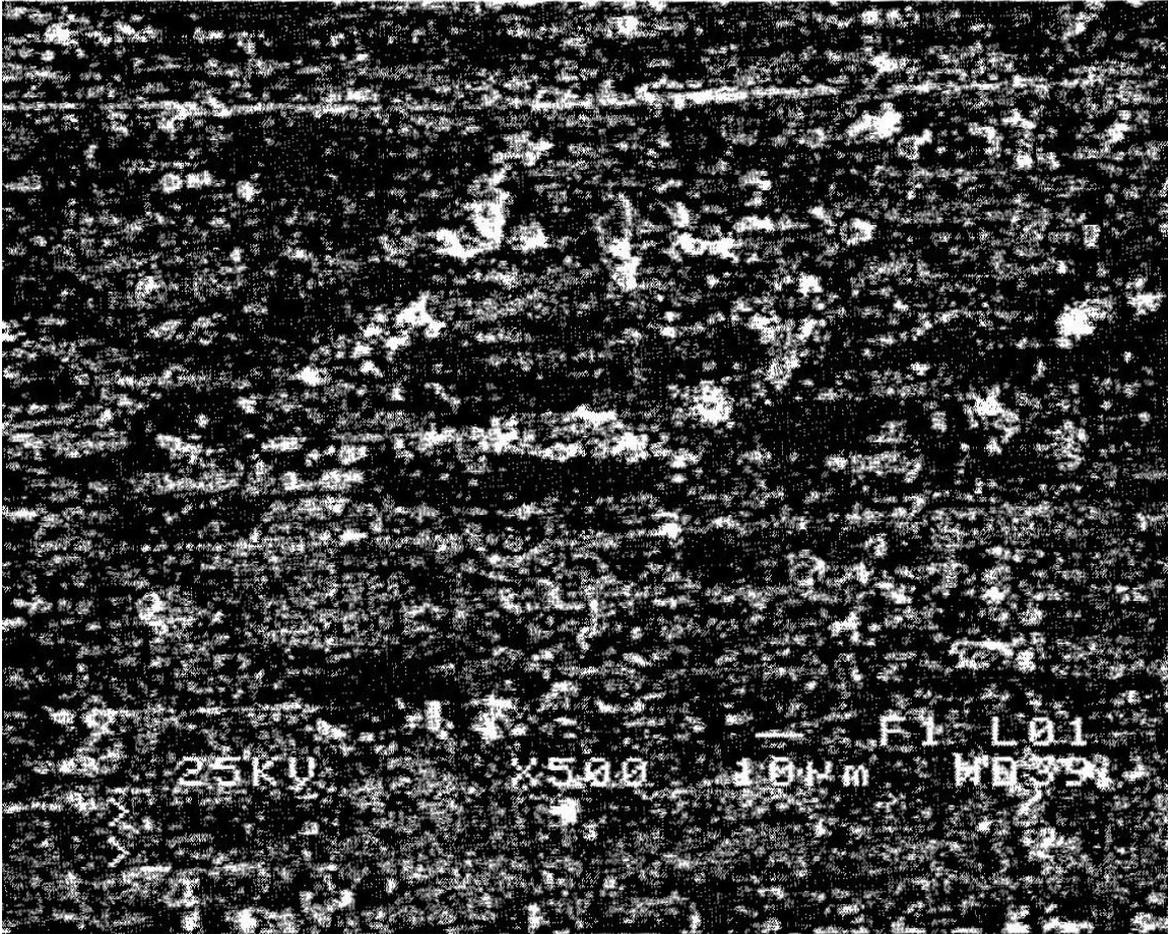
Εικόνα 23. Δομή του κράματος Al 5752 στο SEM



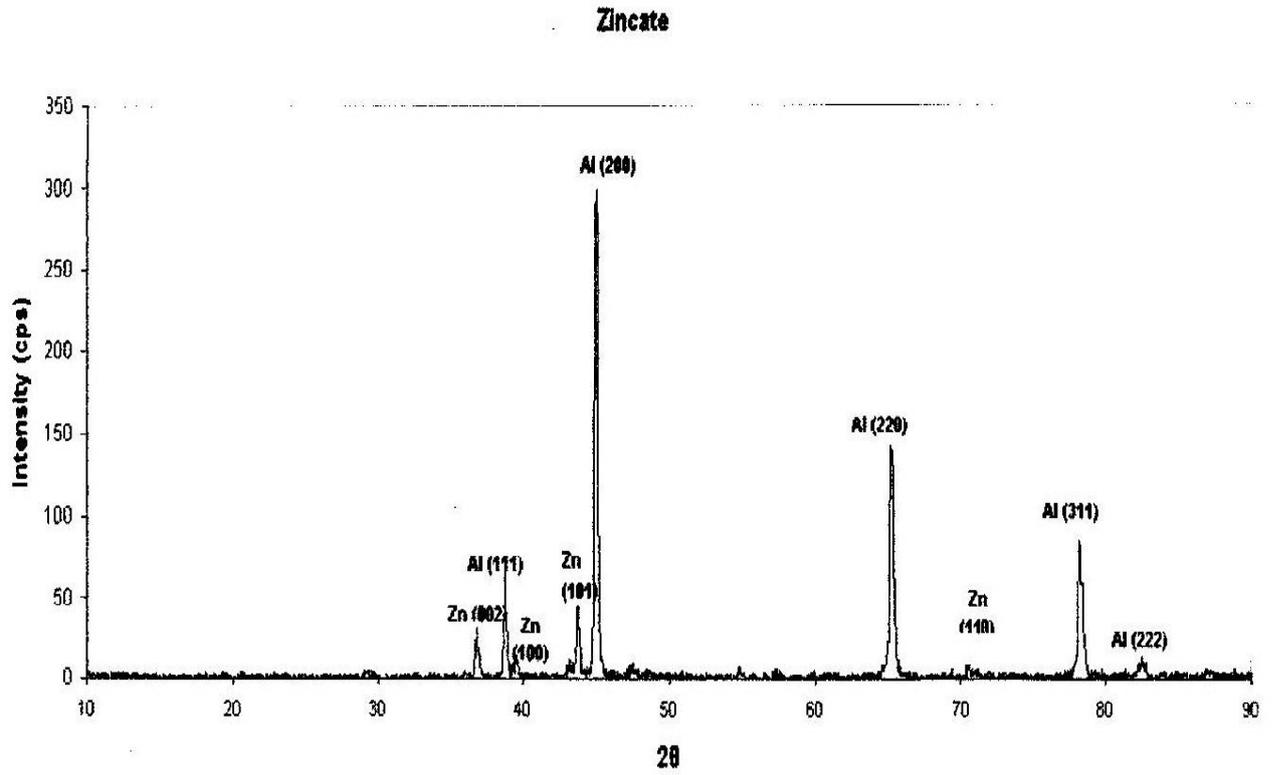
Σχήμα 3. Ακτινοδιάγραμμα Περίθλασης Χ του κράματος Al 5752



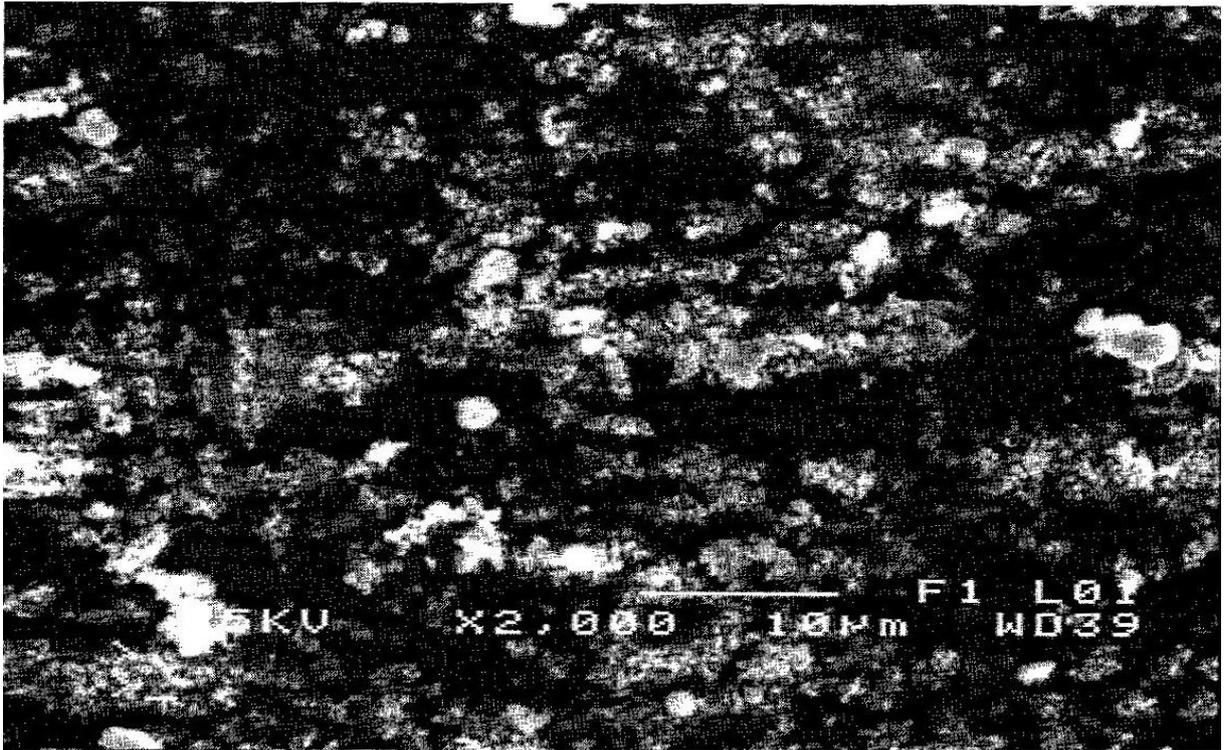
Εικόνα 24. Κράμα Al 5752 με Zn



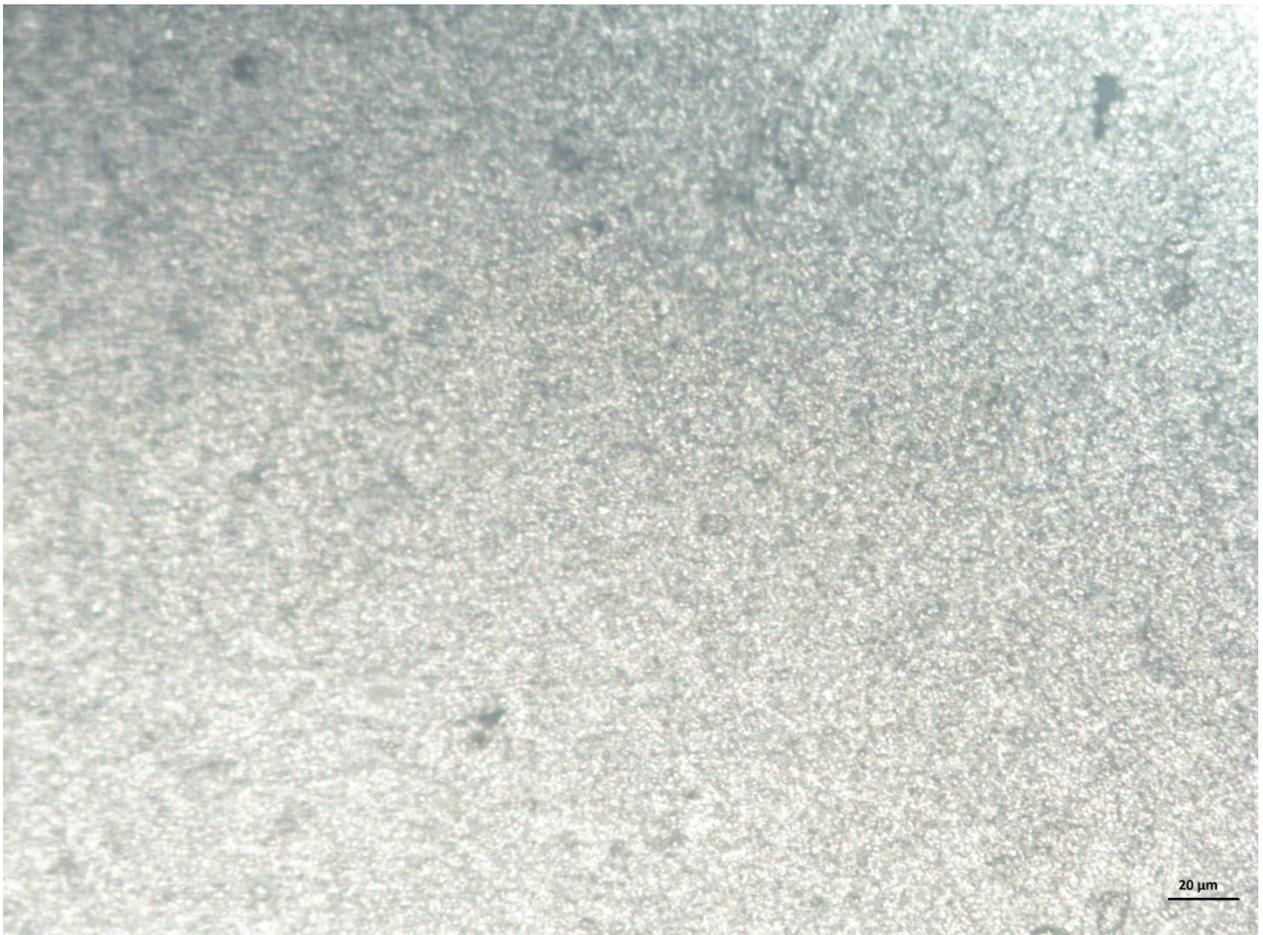
Εικόνα 25. Κράμα Al 5752 με επικάλυψη Zn



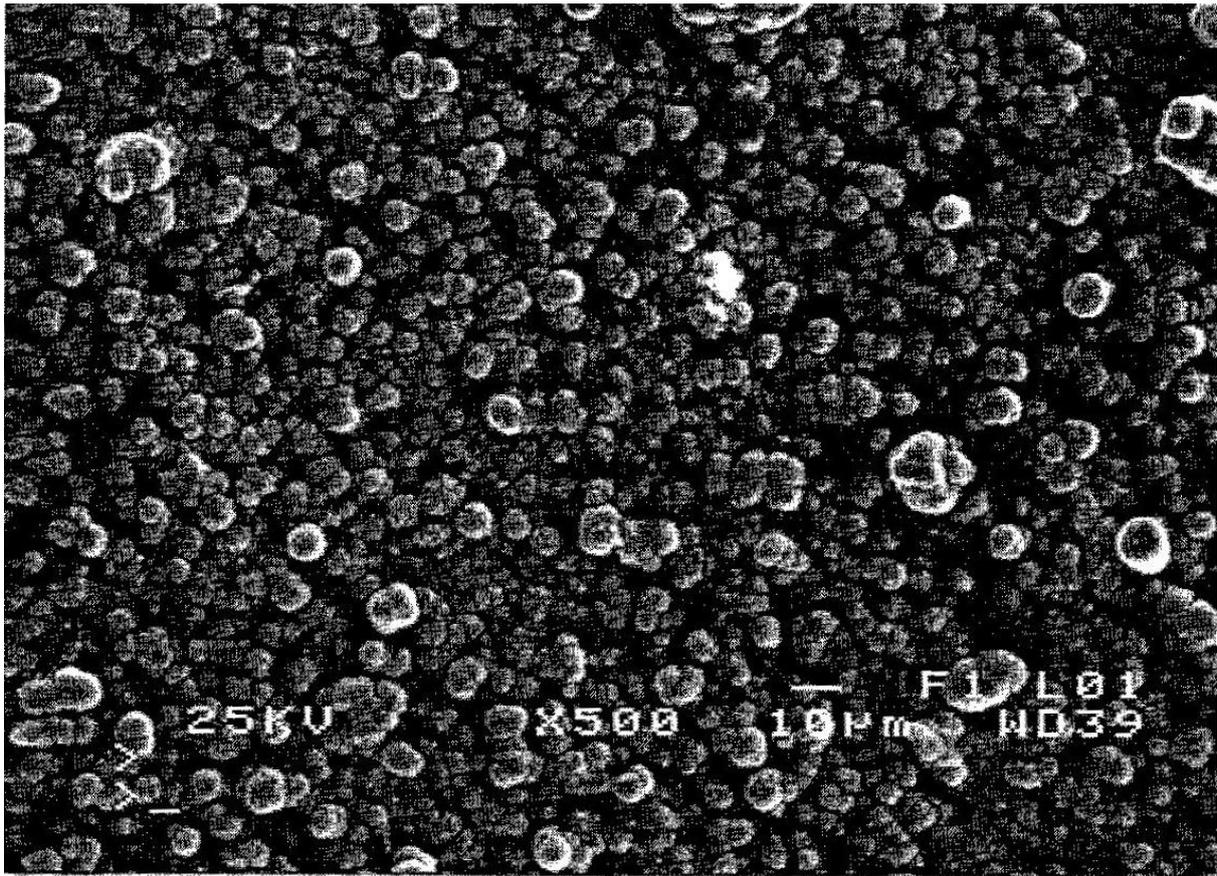
Σημα 4 . Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασης X του κράματος Al 5752 με Zincate



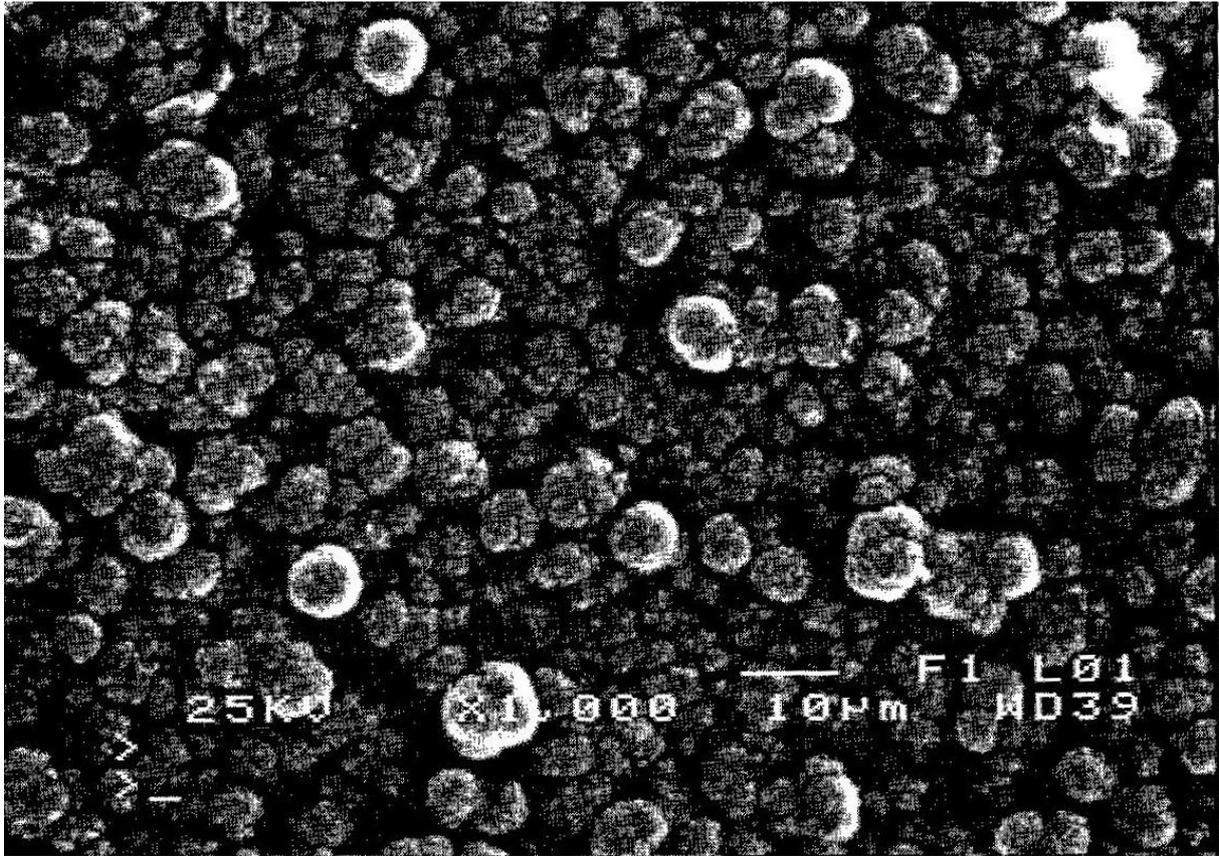
Εικόνα 26. Κράμα Al 5752 με επικάλυψη Zn



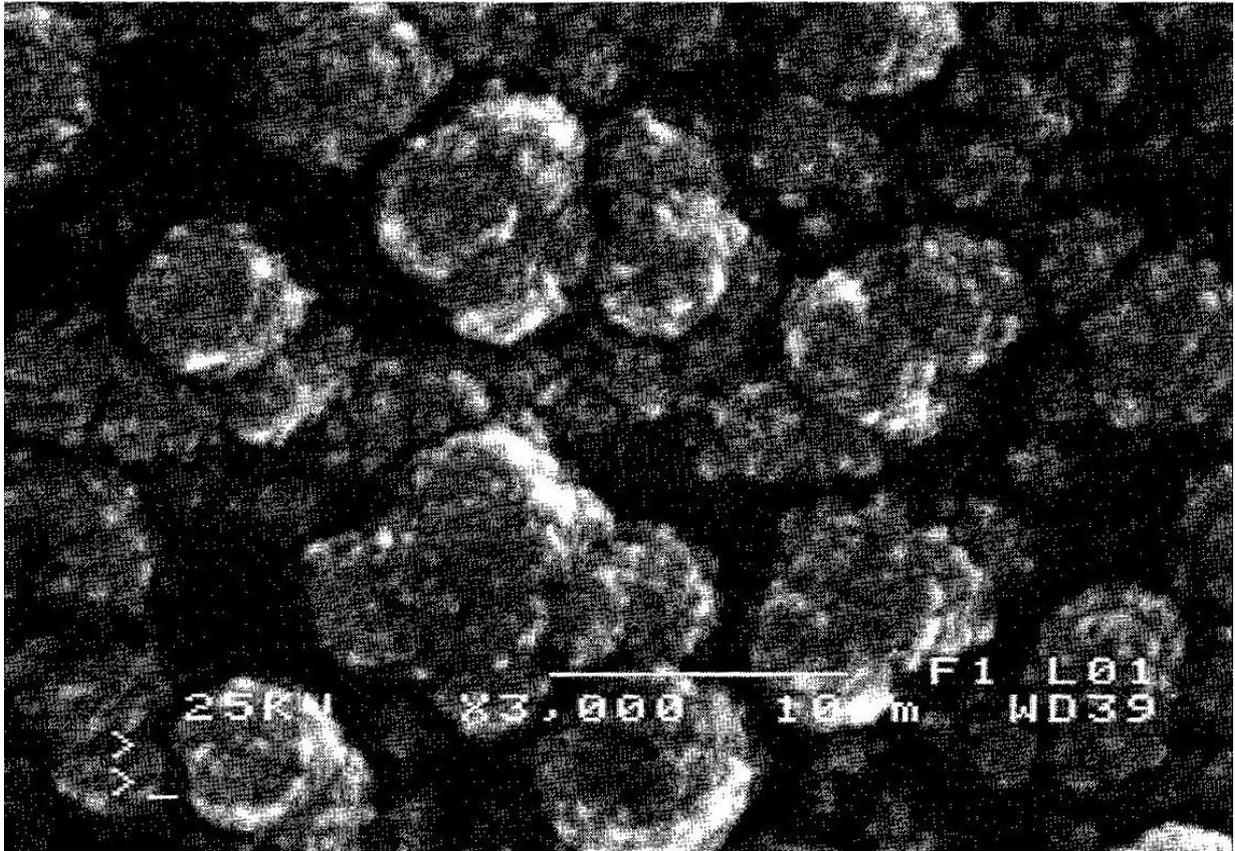
Εικόνα 27. Επιψευδαργυρωμένο κράμα Al 5752 με Ni στο οπτικό μικροσκόπιο



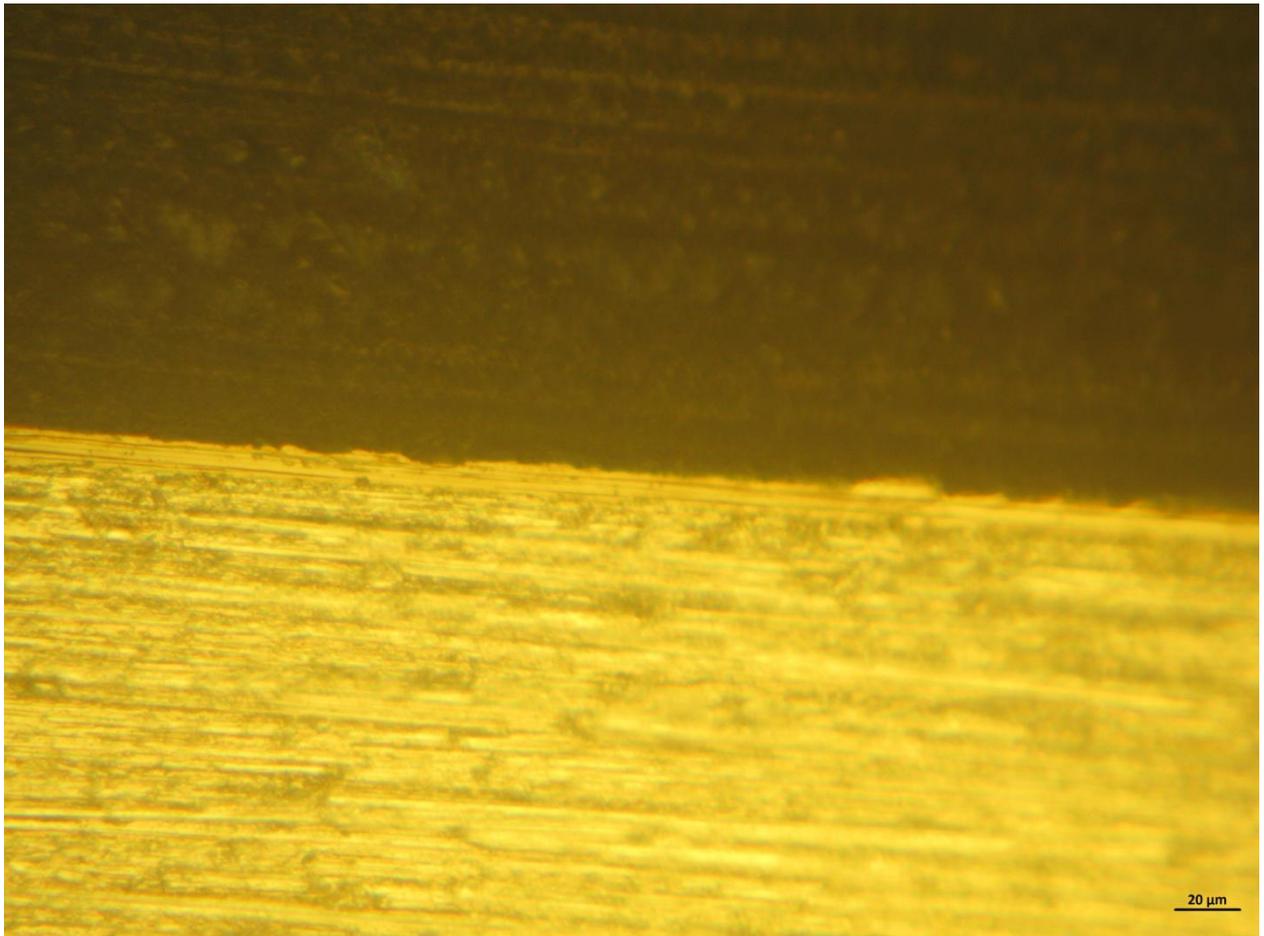
Εικόνα 28. Κράμα Al 5752 με επικάλυψη Ni



Εικόνα 29. Κράμα Al 5752 με Ni



Εικόνα 30. Επικάλυψη Νί στο κράμα ΑΙ 5752



Εικόνα 31. Κάθετη τομή κράματος Al 5752 με επικάλυψη Ni

EXEC(7-D) DATA LABEL
 Standardless Analysis
 25.0 kV 40.0 Degrees

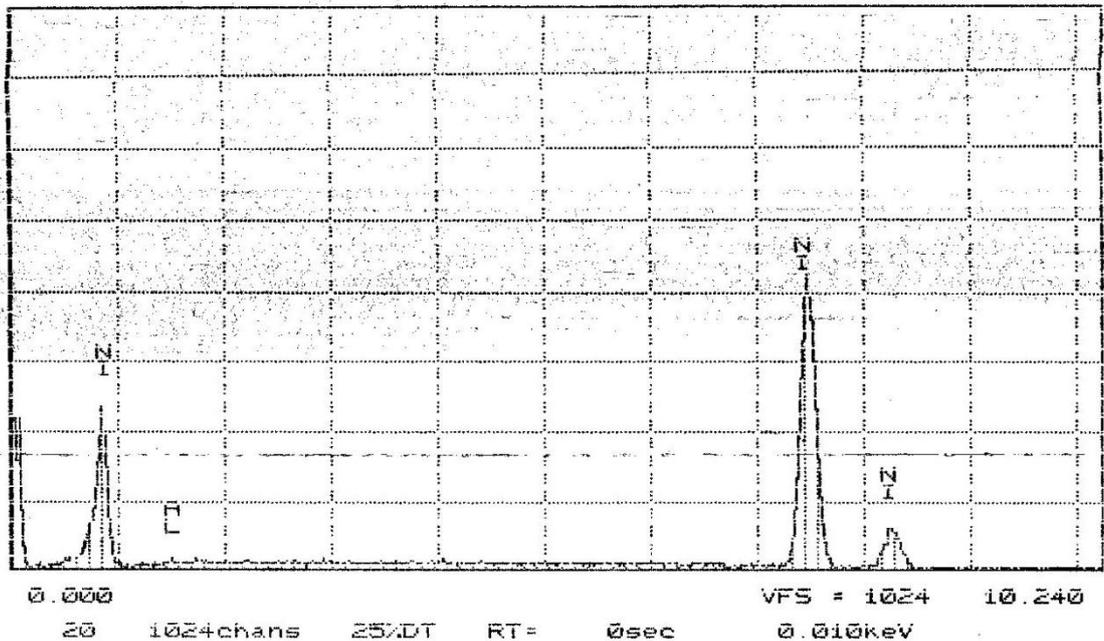
Refit ZNK ZNK"
 Refit ZNK NIK" ALK" ALK" NIL" NIL"
 Chi-sqd = 1.37

Element	Rel. K-ratio	Net Counts
Zn-K	0.00000 +/- 0.00000	0 +/- 0
Ni-K	0.48796 +/- 0.00674	10353 +/- 143
Al-K	0.00129 +/- 0.00034	79 +/- 21
Ni-L	0.51075 +/- 0.01022	3848 +/- 77

ZAF Correction 25.00 kV 40.00 deg
 No. of Iterations = 2

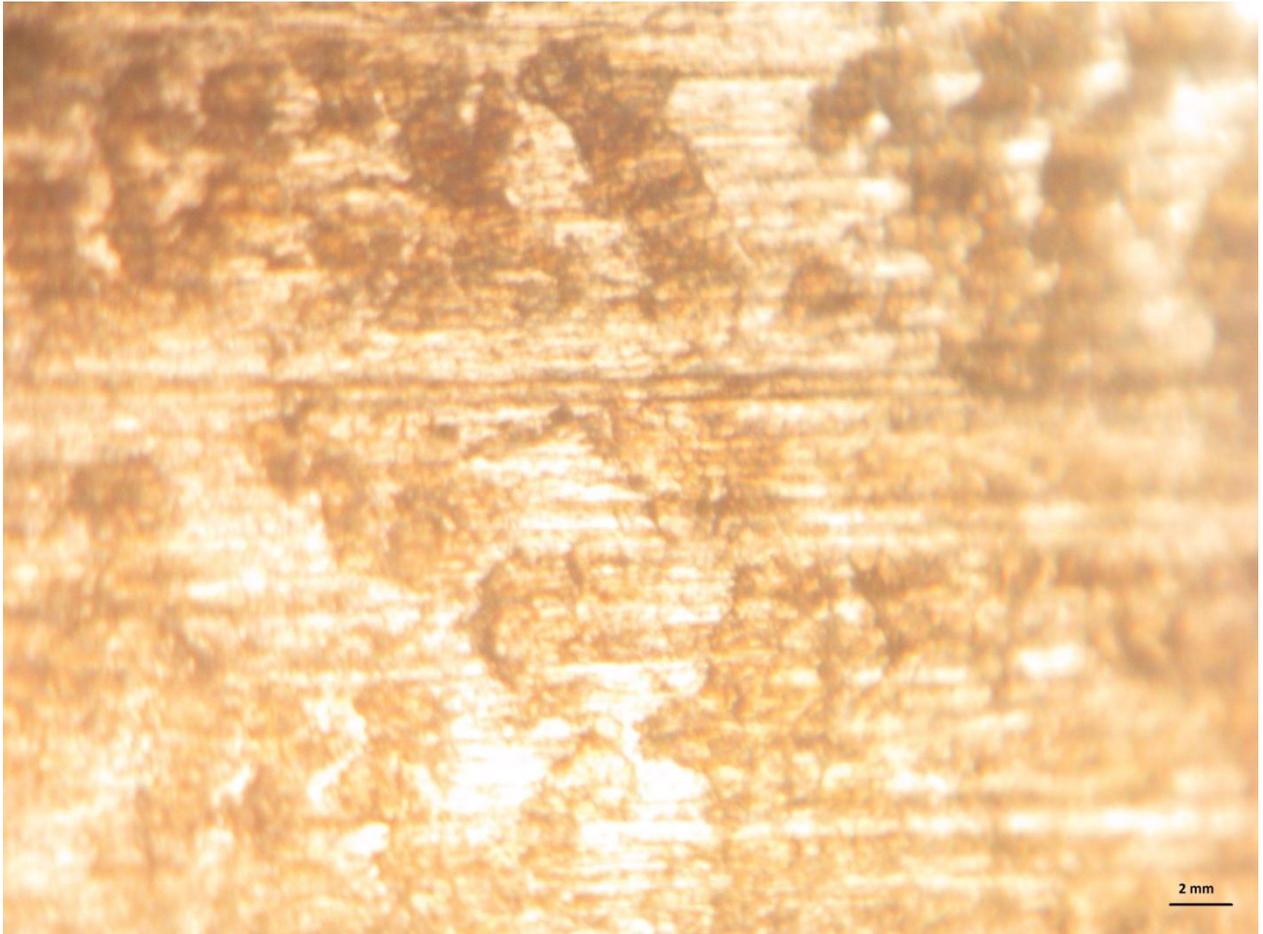
Element	K-ratio	Z	A	F	ZAF	Atom%	Wt%
Zn-K	0.000	1.043	1.155	1.000	1.208	0.00	0.00
Ni-K	0.990	1.000	1.000	1.000	1.000	97.89	99.02
Al-K	0.003	0.984	3.897	1.000	3.755	2.11	0.98
						Total=	100.00%

N.T.U.R - Lab. of Physical Metallurgy FRI 29-MAR-13 12:14
 Cursor: 0.000keV = 213



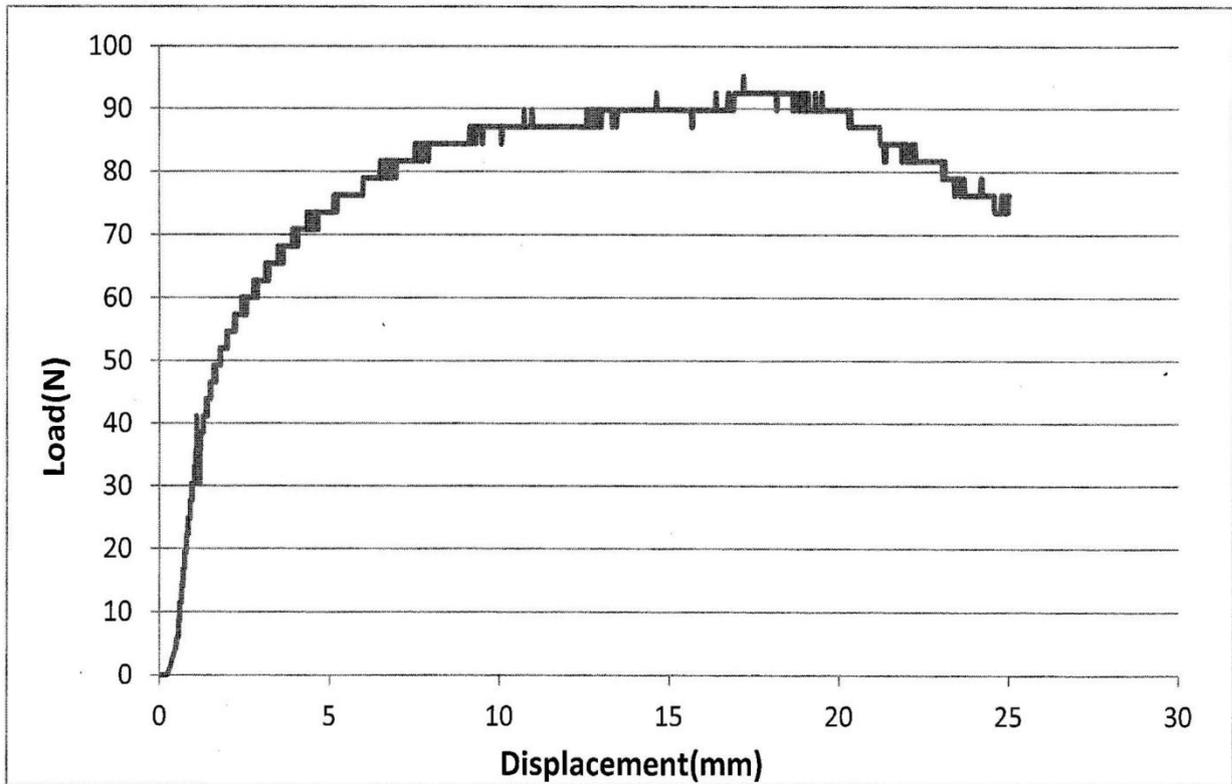
← E F

Εικόνα 32. Σύσταση επικάλυψης Ni

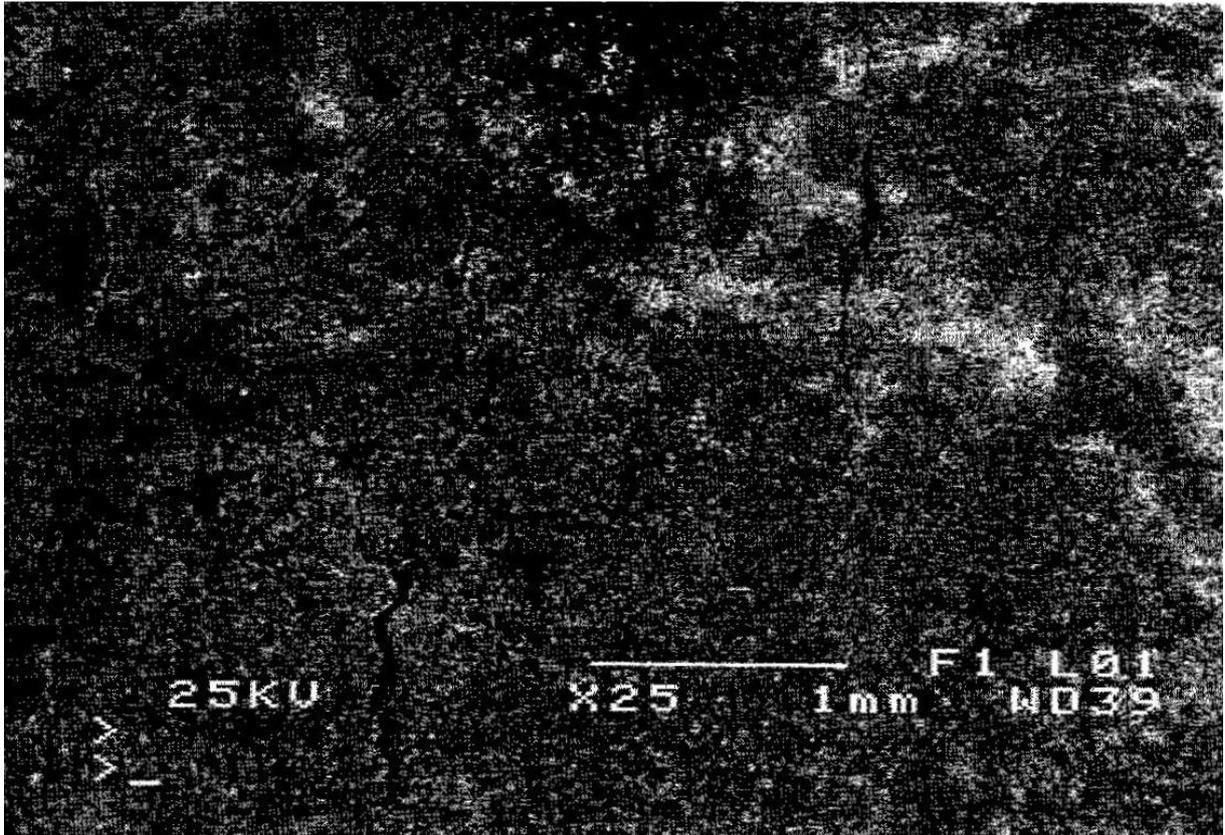


Εικόνα 33. Επιψευδαργυρωμένο κράμα Al 5752 μετά την δοκιμή κάψης

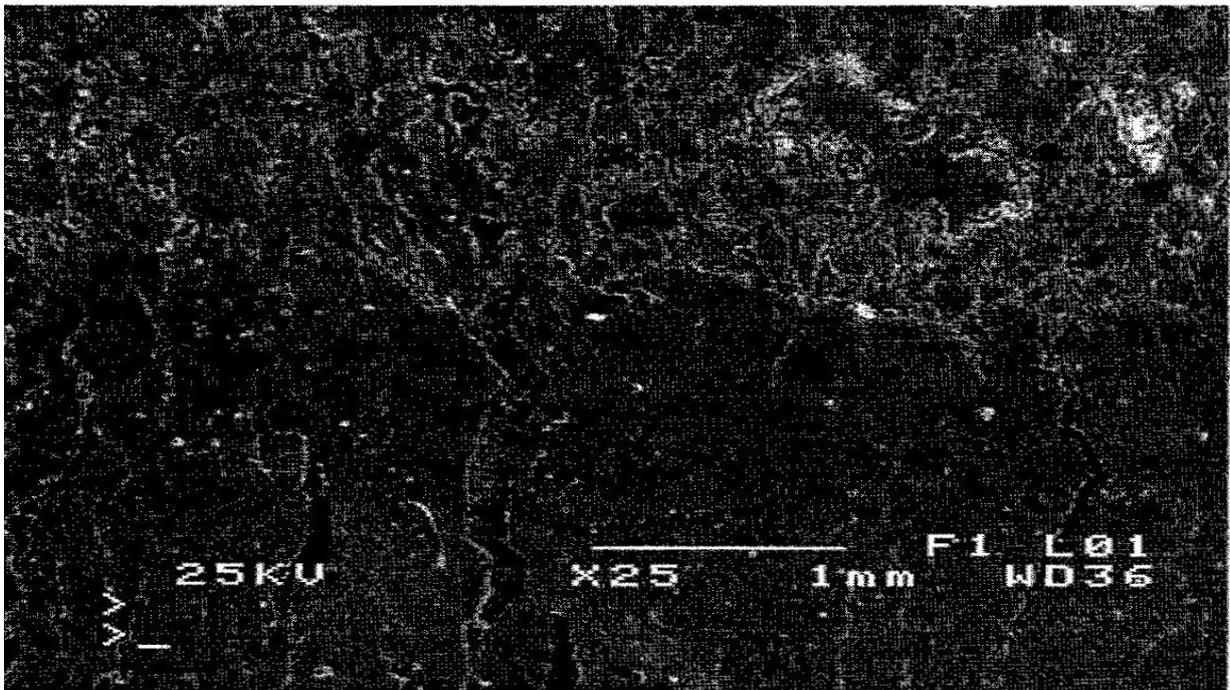
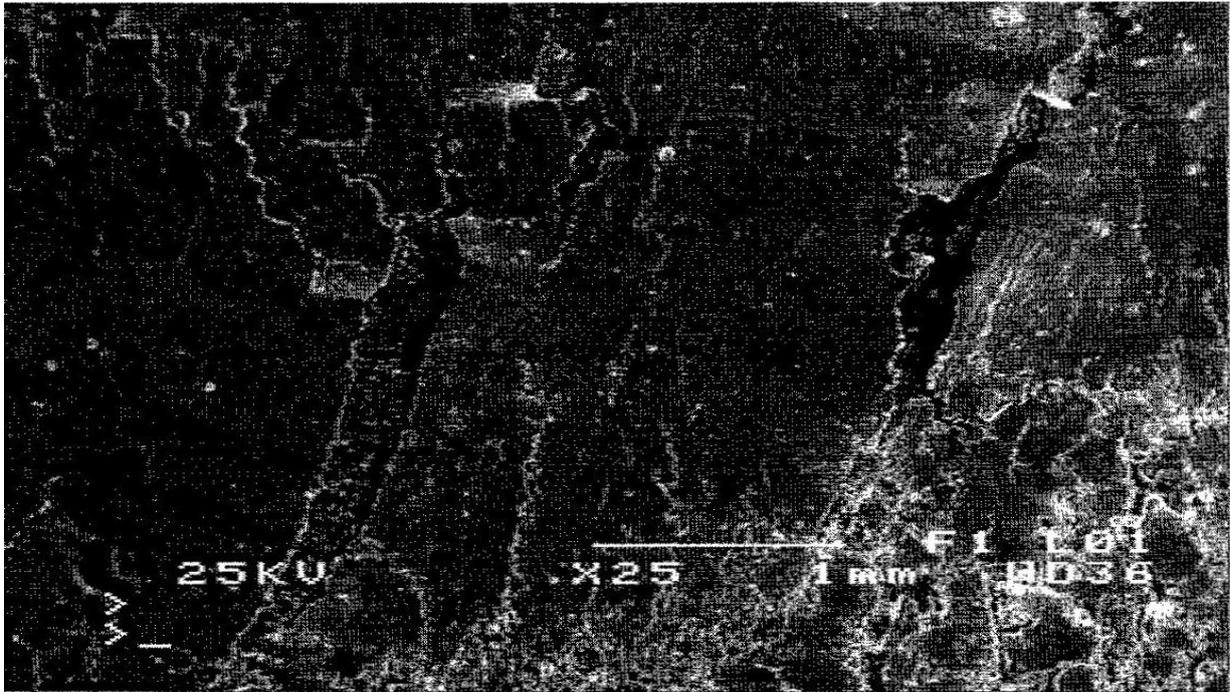
Με ταχύτητα παραμόρφωσης 2mm/s



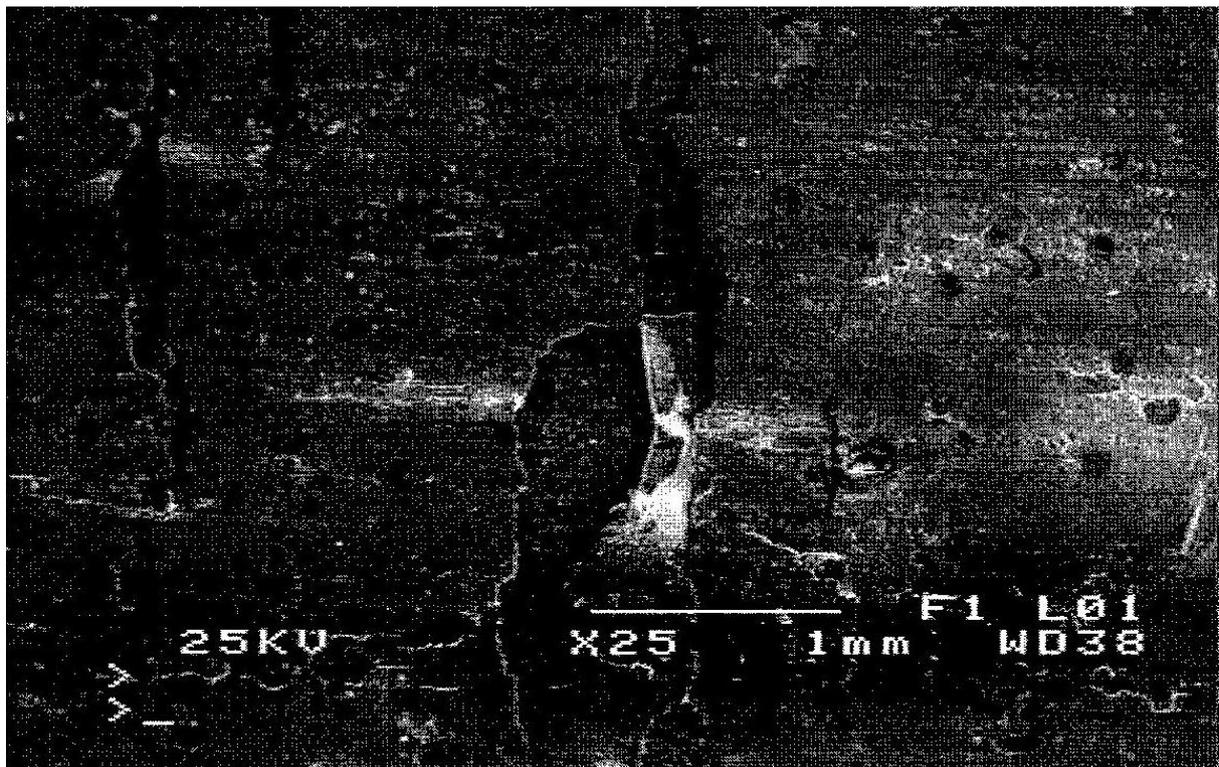
Σχήμα 5. Διάγραμμα κάμψης υποστρώματος Al 5752



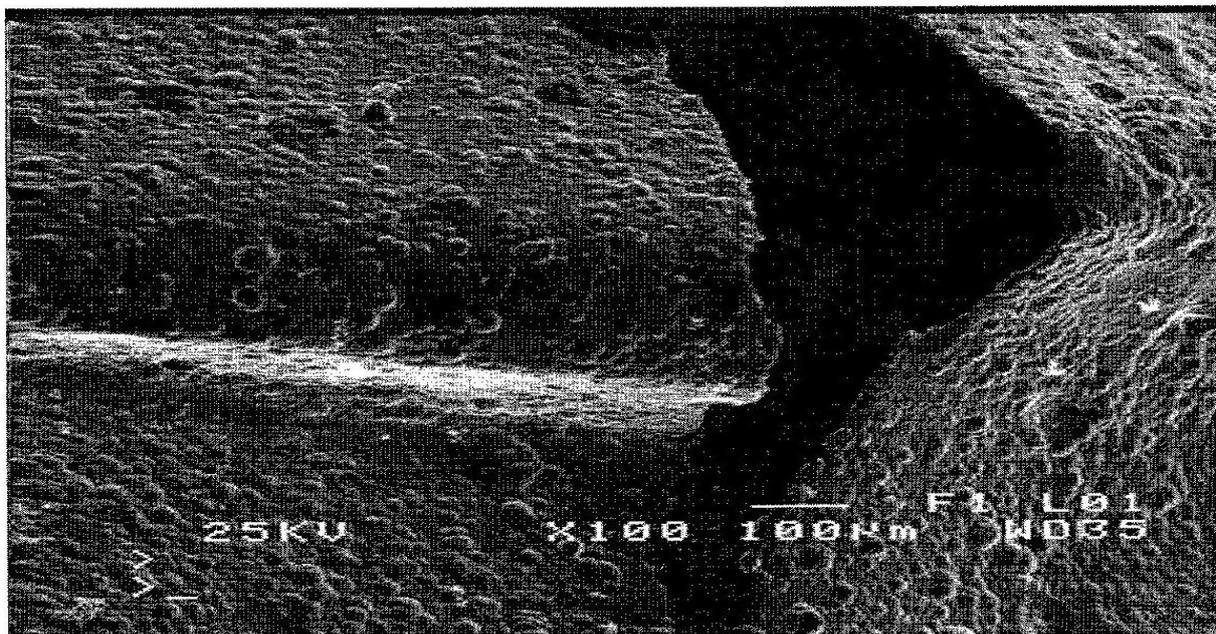
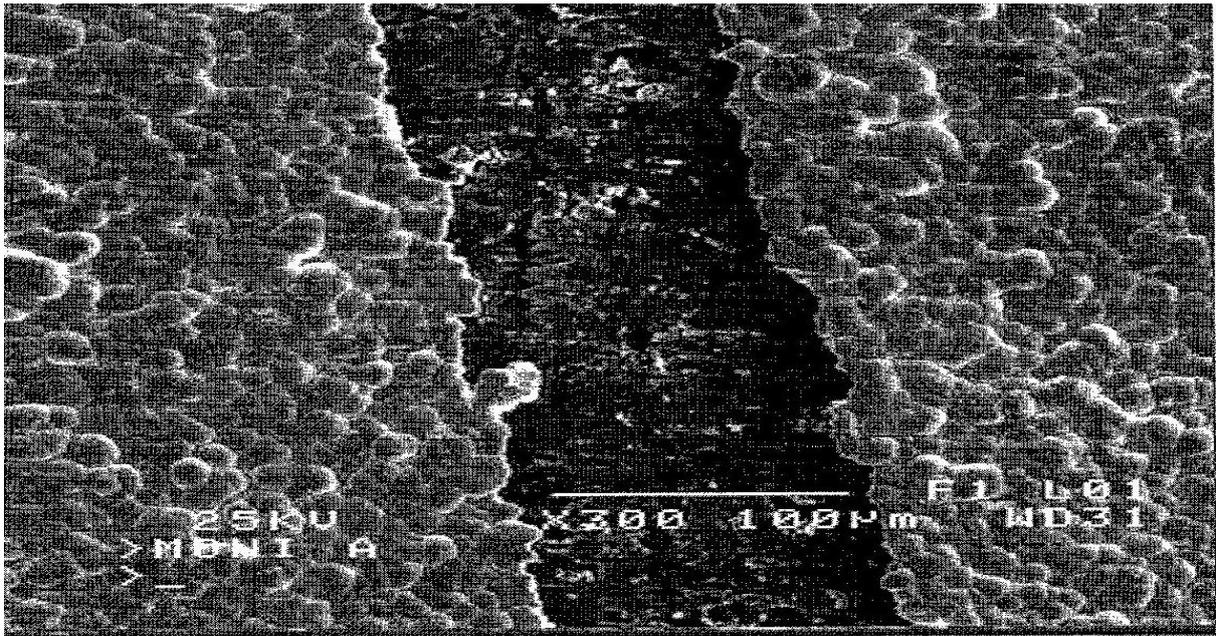
Εικόνα 34. Εφελκυσμένη περιοχή κράματος Al 5752 με Ni μετά την δοκιμή κάμψης.



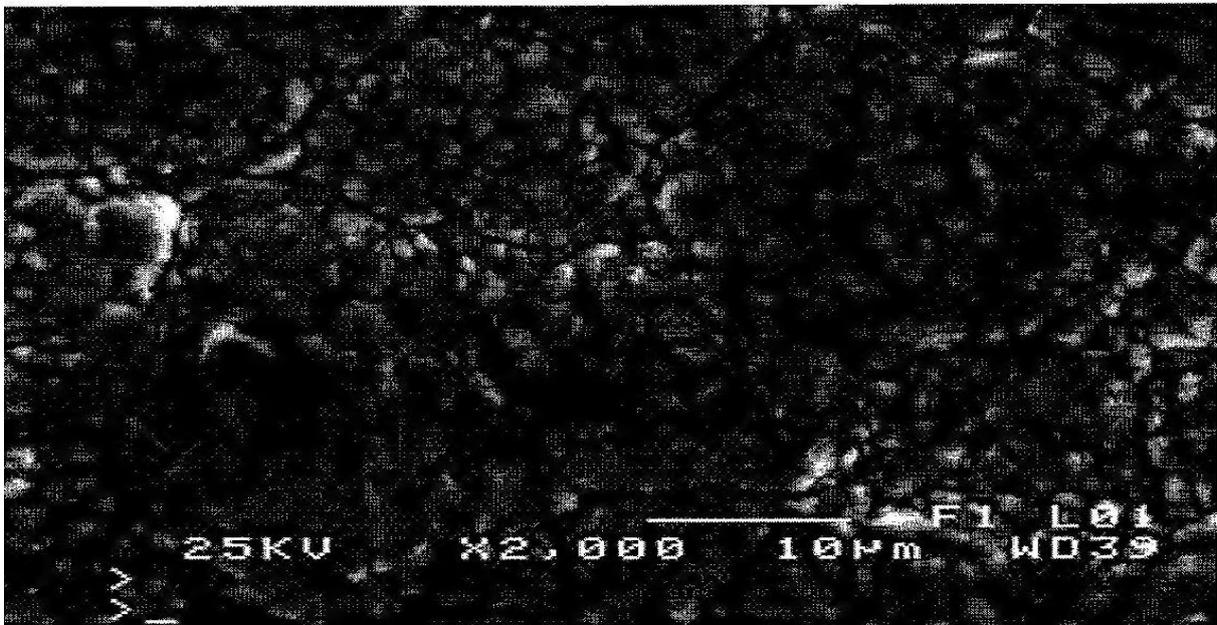
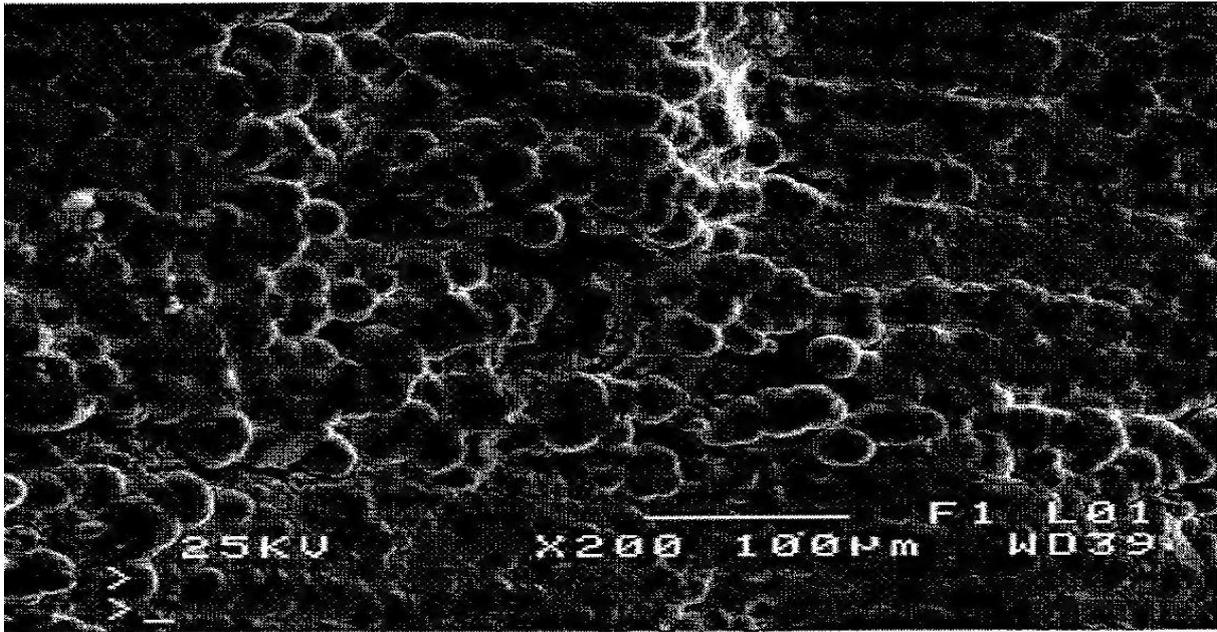
Εικόνα 35. Εφελκυσμένη περιοχή Al 5752 με Ni μετά την δοκιμή κάμψης.



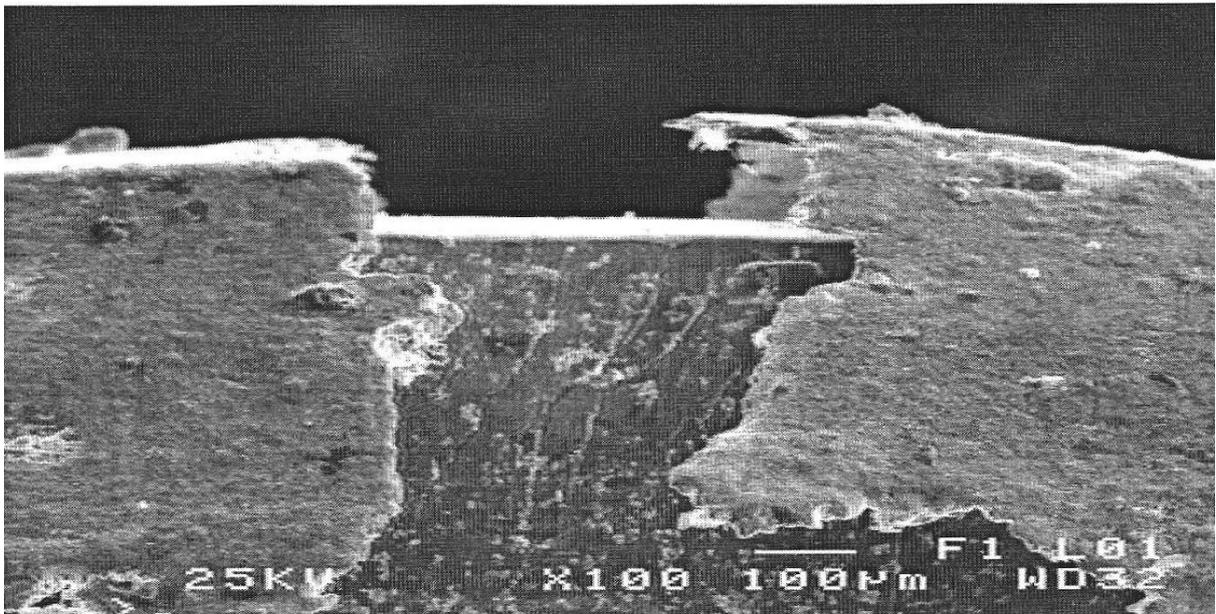
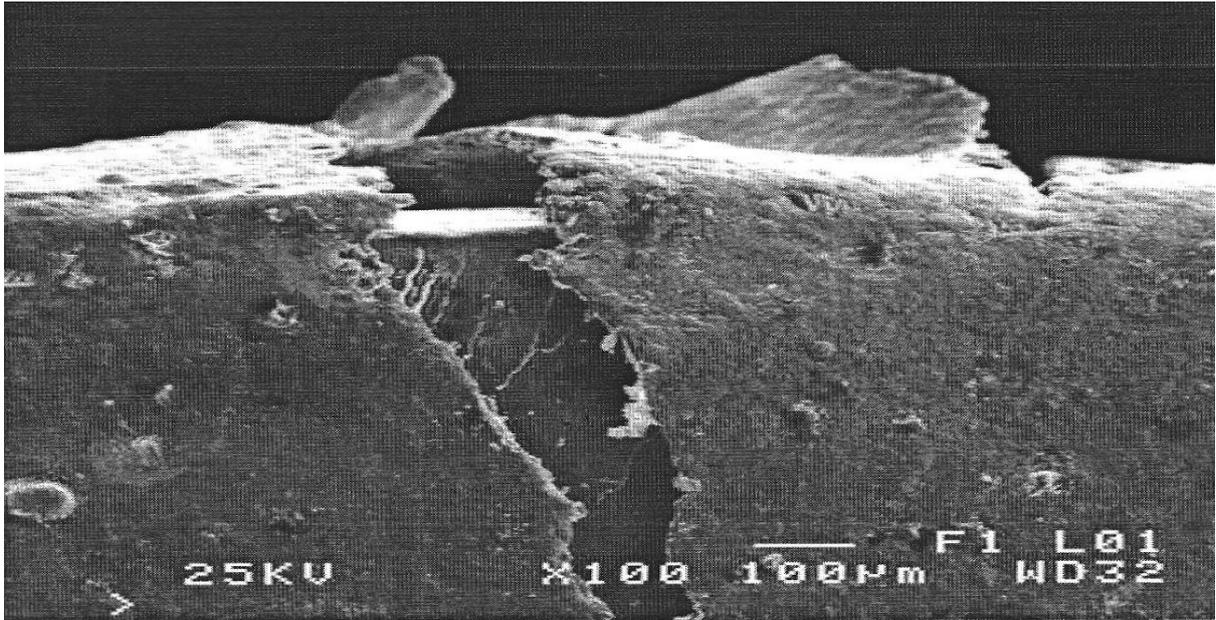
Εικόνα 36. Κράμα Al 5752 με Ni μετά την δοκιμή κάμψης



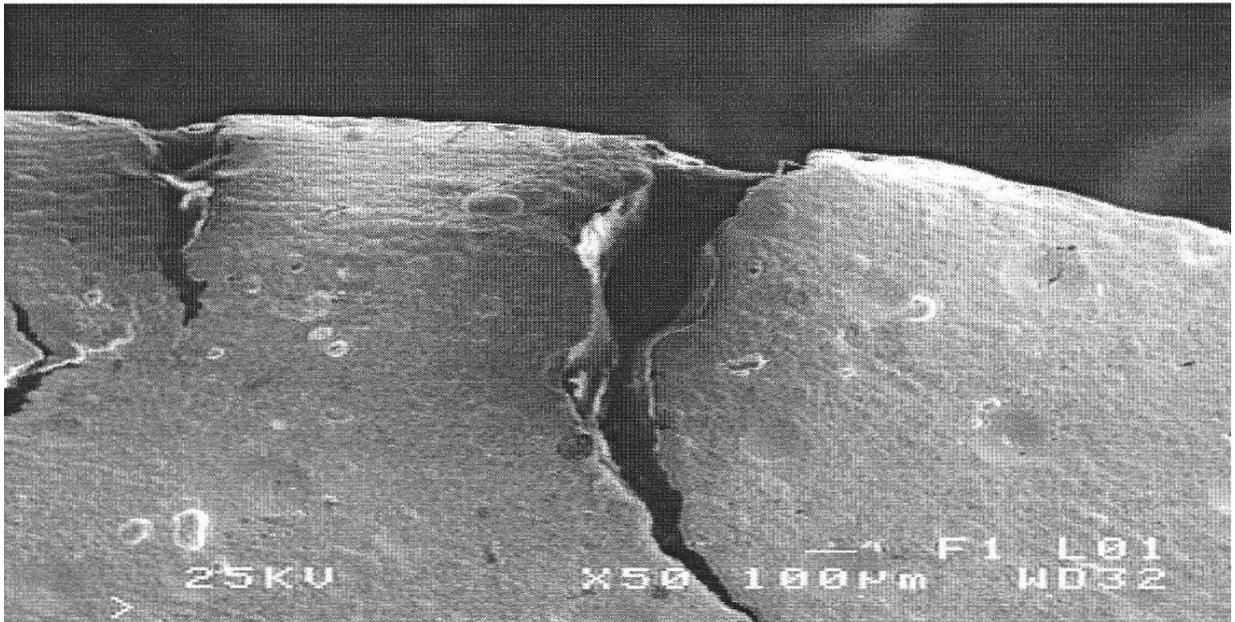
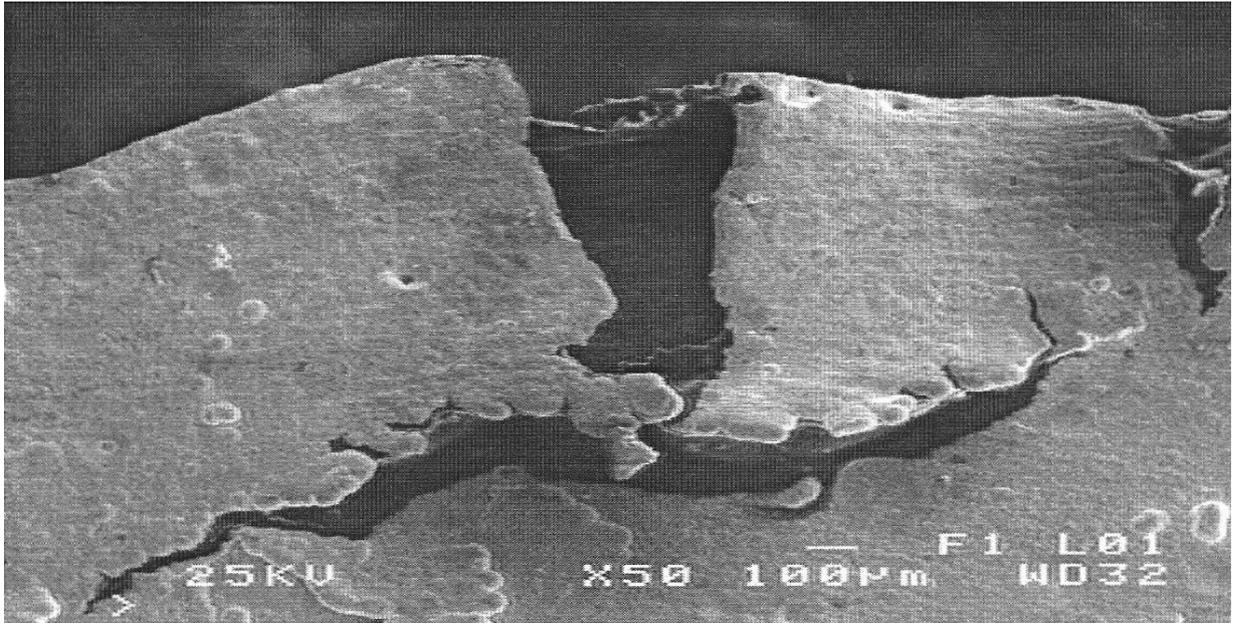
Εικόνα 37. Εφελκυσμένη περιοχή Al 5752 με Ni μετά την δοκιμή κάμψης



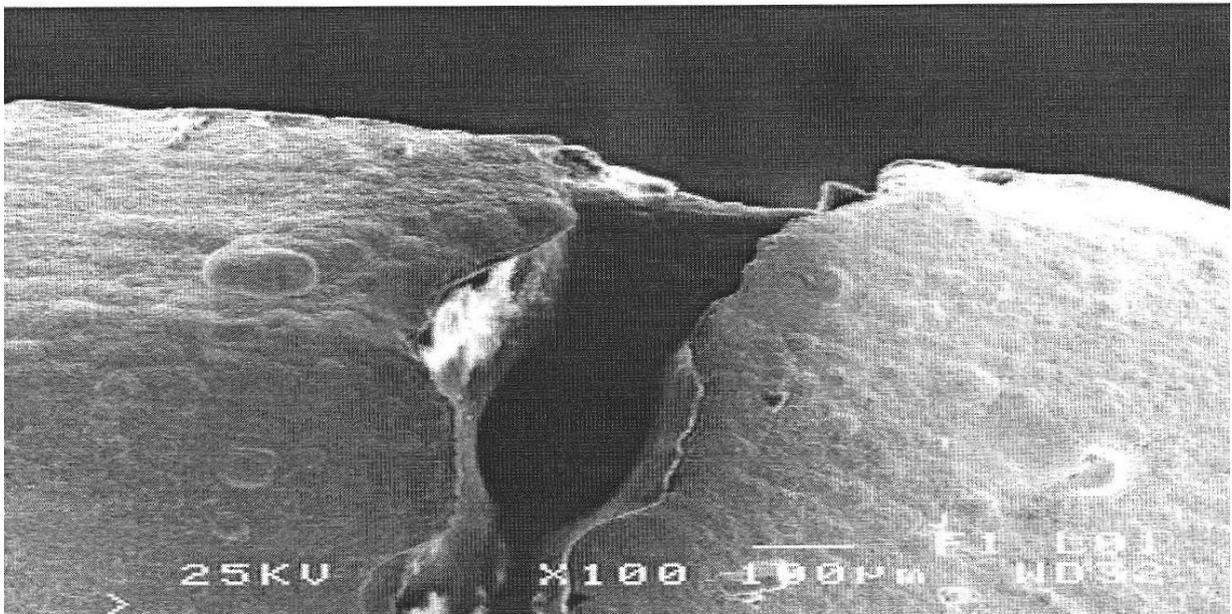
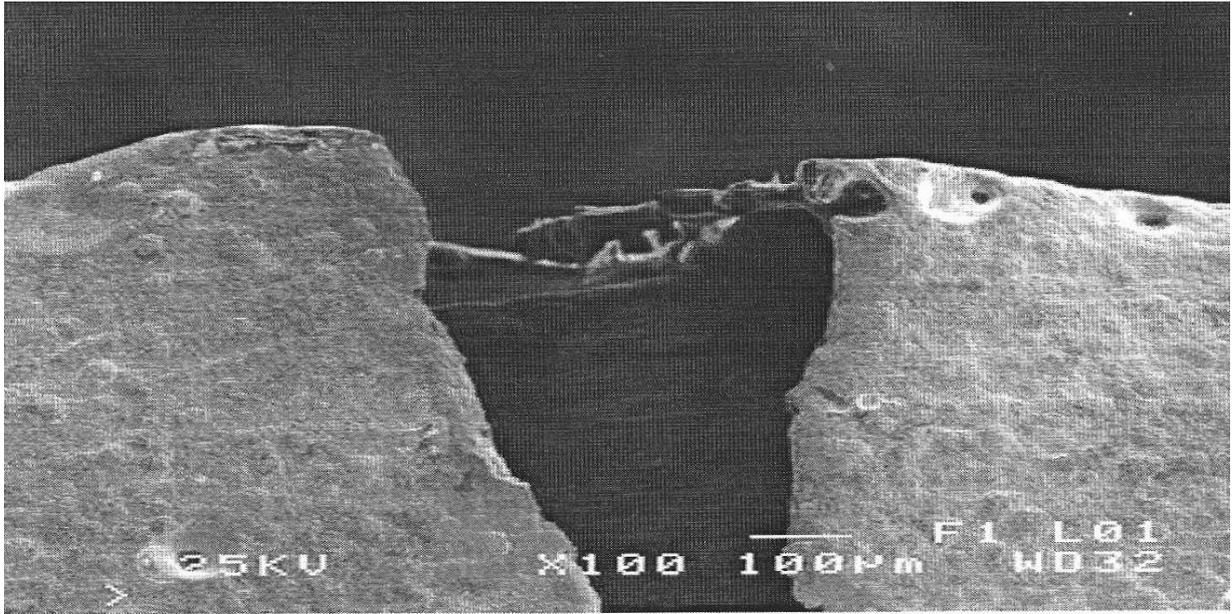
Εικόνα 38. Θλιβόμενη περιοχή Al5752 με Ni



Εικόνα 39. Πλάγια όψη ΑΙ5752 με Νί

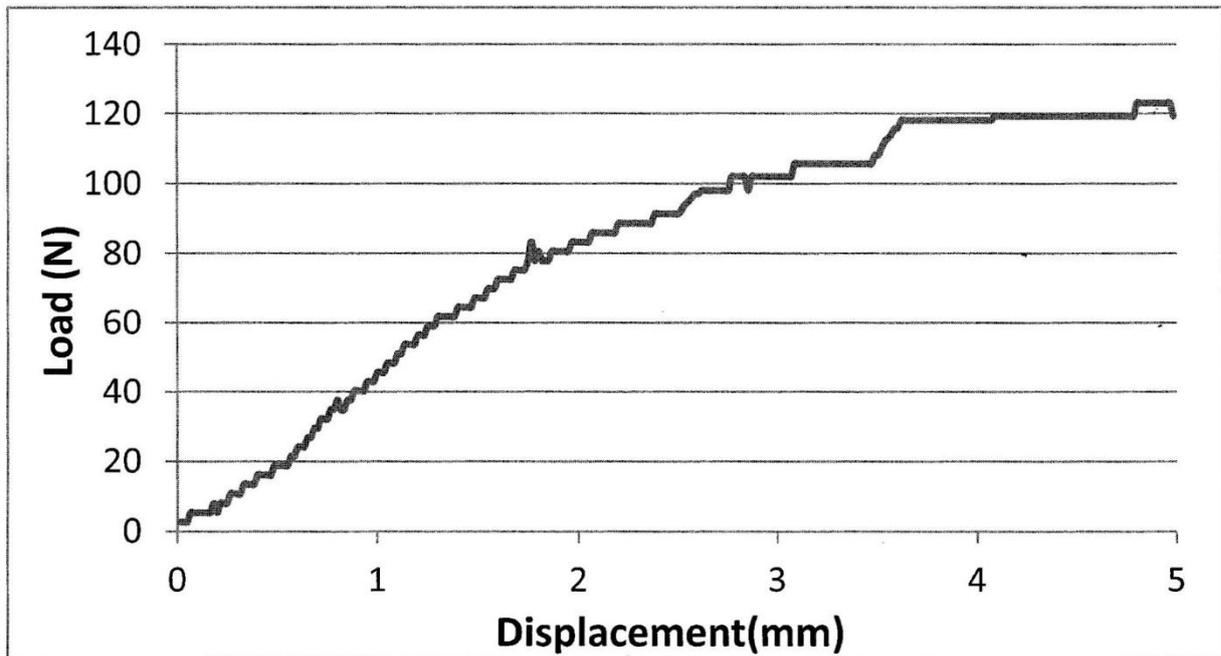


Εικόνα 40. Πλάγια όψη Al 5752 με Ni

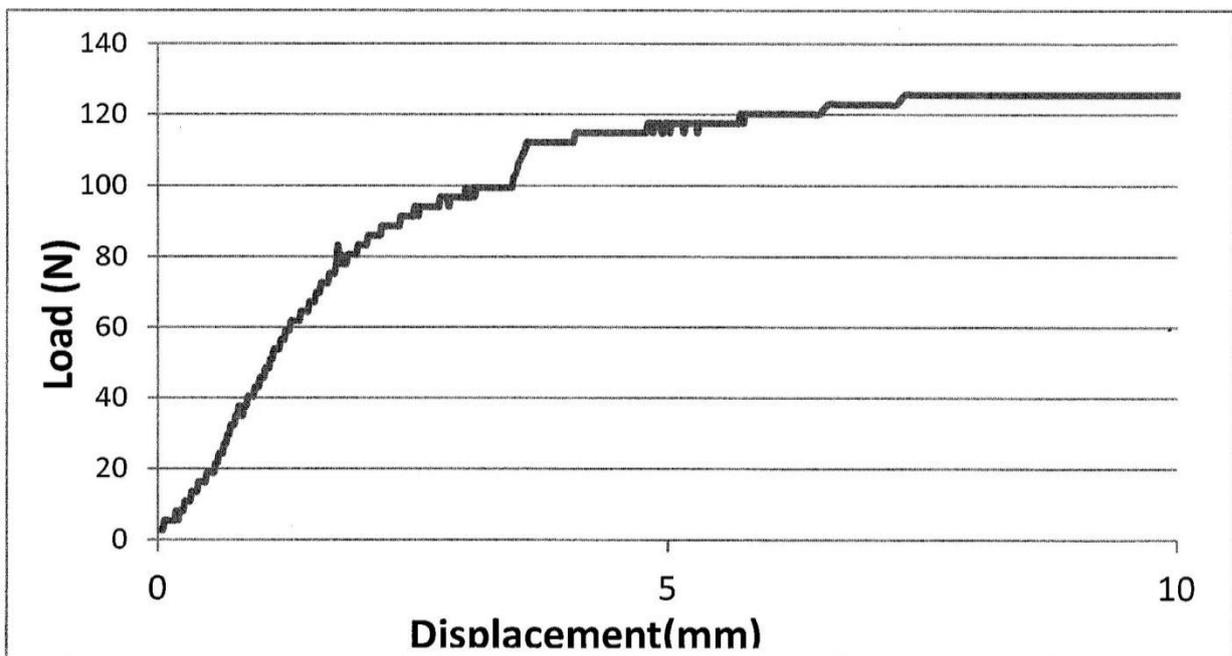


Εικόνα 41. Πλάγια όψη AI 5752 με Ni

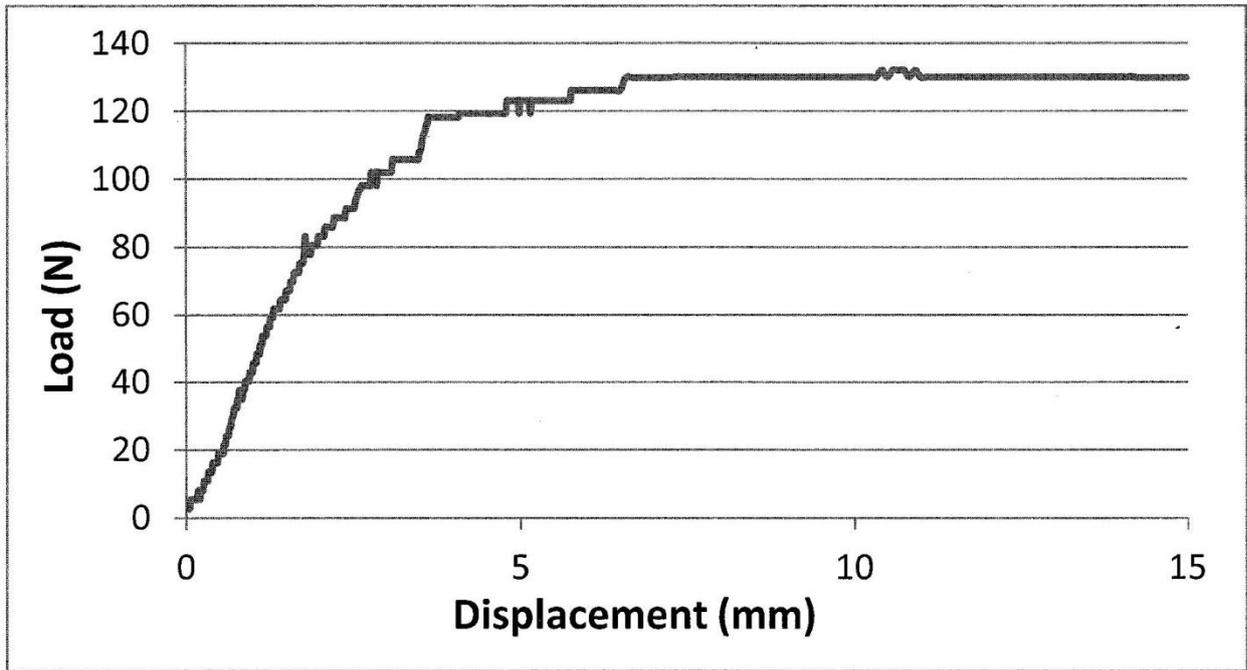
Με ταχύτητα παραμόρφωσης 2mm /s



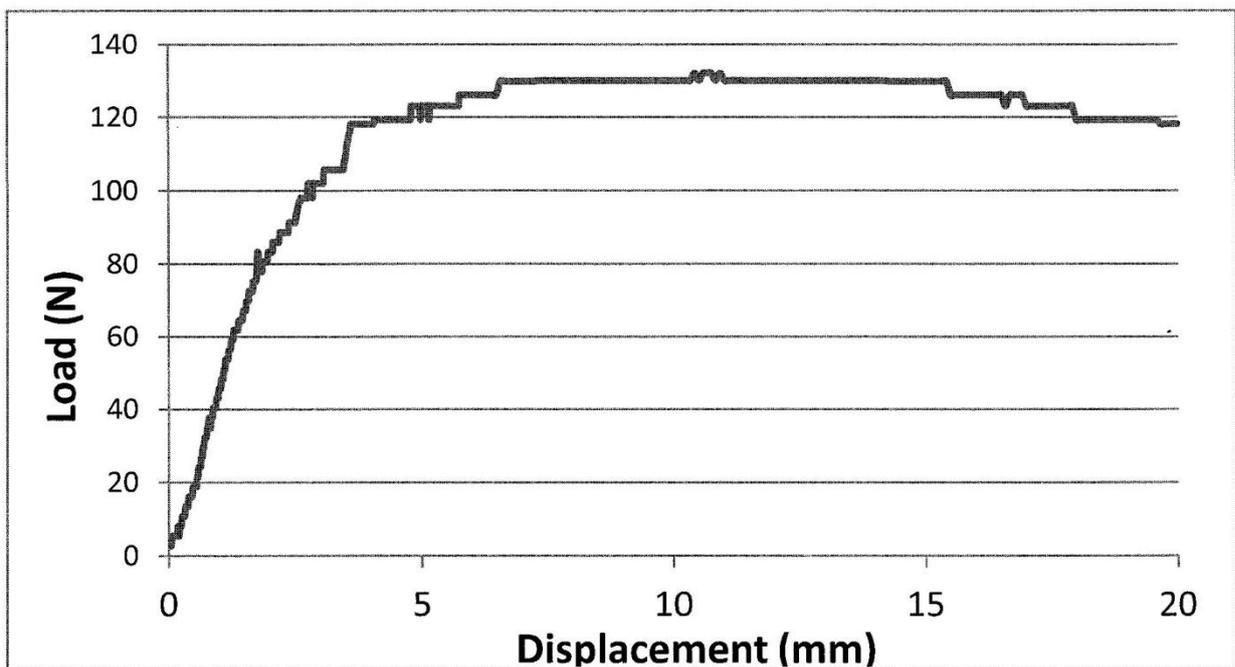
Σχήμα 6. Διάγραμμα κάμψης Υποτρώματος Al 5752 με επικάλυψη Ni



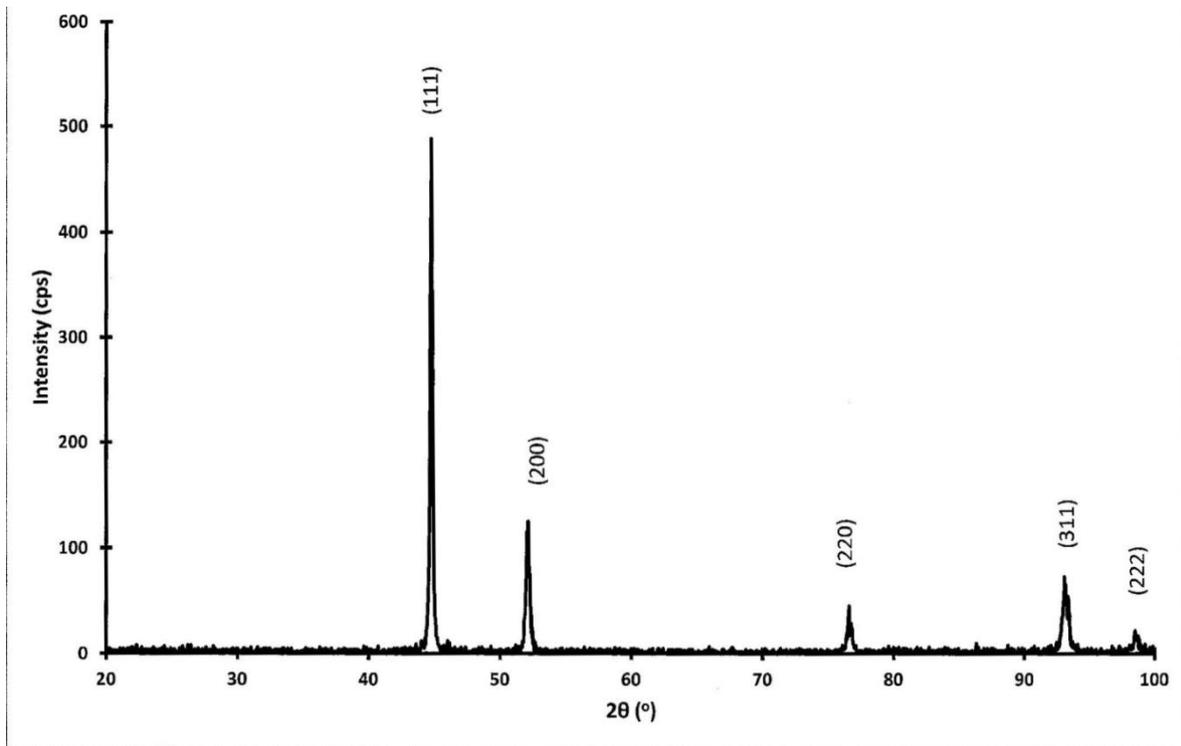
Σχήμα 7. Διάγραμμα κάμψης Υποτρώματος Al 5752 με επικάλυψη Ni



Σχήμα 8. Διάγραμμα κάμψης Υποτρώματος Al 5752 με επικάλυψη Ni



Σχήμα 9. Διάγραμμα κάμψης Υποτρώματος Al 5752 με επικάλυψη Ni



Σχήμα 10. Ακτινοδιάγραμμα Περίθλασης X του Ni

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Χρ. Ν. Παναγόπουλος καθ. Ε.Μ.Π., 1996. Τεχνολογία Επιφανειών
- [2] Χρ. Ν. Παναγόπουλος καθ. Ε.Μ.Π., 1996. Στερεοποίηση, Χύτευση και μην καταστροφικός έλεγχος
- [3] Χρ. Ν. Παναγόπουλος καθ. Ε.Μ.Π., 1996. Βιομηχανικά Κράματα
- [4] Γ. Δ. Παπαδημητρίου καθ. Ε.Μ.Π., 1996 Γενική Μεταλλογνωσία 1
- [5] Γ. Δ. Παπαδημητρίου καθ. Ε.Μ.Π., 1996 Γενική Μεταλλογνωσία 2- Τα κράματα
- [6] ASM “METAL HANDBOOK Desk Edition “
- [7] Shingo Ikawa , Mineo Asano , Mitsutoshi Kuroda , Kengo Yoshida “Effects of crystal orientation on bendability of aluminium alloy sheet “ . *Materials Science and Engineering A*, 528 (2011) 4050
- [8] Ashok .K . Ray and Rolf W. Steinbrech “ Crack Propagation Studies of Thermal Barrier Coatings Under Bending “ . *Journal of European Ceramic Society* , 0955 (99) 0028-X
- [9] C.N . Panagopoulos and E.P Georgiou “ Surface Mechanical behaviour of composite Ni-P-fly /zincate coated aluminium alloy “ . *Applied Surface Science* , 255 (2009) 6499
- [10] C.N. Panagopoulos , A. Panagiotakis “ The Tensile behaviour of phosphate-coated Aluminium “ *Thin solid Films* , 215 (1992) 52

[11] M.Hansen ,1959.Constitution of Binary Alloys , second ed. Mc Grow Hill

[12] R .Elansezhian , B. Ramamoorthy ,P.Kersavan Nair μελέτησαν την επίδραση του «surfactant on the mechanical properties of electroless Ni – P coating» , *Applied Surface Science 255 (2009) 6499*

[13] www.californiametal.com/aluminium

[14] www.fr.slideshare.net/aerospace materials and manufacturing

[15] Nadia Bahlouli , Cours de Materiaux Composites. Chapitre 6 : Comportement Mecanique des Materiaux Sandwichs et des Structures Composites . Institut Professionnel des Sciences et des Technologies (IPST) de Strasbourg , France.

