

Παρασκευή συνθέτων υλικών κραμάτων ΑΙ-ιπτάμενων τεφρών

Γρηγόριος Ίτσκος^{1, 2}, Αγγελική Μουτσάτσου¹, Νικόλαος Κούκουζας²,
Χαράλαμπος Βασιλάτος³, Pradeep K. Rohatgi⁴

¹Εργαστήριο Ανόργανης και Αναλυτικής Χημείας, Σχολή Χημικών Μηχανικών ΕΜΠ, Ηρώων Πολυτεχνείου 9, 157 73, Ζωγράφου, Αθήνα Εθνικό Κέντρο Έρευνας και Τεχνολογικής Ανάπτυξης

²Ινστιτούτο Τεχνολογίας & Εφαρμογών Στερεών Καυσίμων, 4ο χλμ Πτολεμαΐδας - Μποδοσακείου Νοσοκομείου, 502 00, Πτολεμαΐδα

³Τομέας Οικονομικής Γεωλογίας και Γεωχημείας, Τμήμα Γεωλογίας και Γεωπεριβάλλοντος ΕΚΠΑ, Πανεπιστημιούπολη, 157 84, Άνω Ιλίσια, Αθήνα

⁴College of Engineering and Applied Science, Materials Department, University of Wisconsin, Milwaukee, WI 53211, USA

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στην παρούσα εργασία παρουσιάζεται συνοπτικά η παρασκευή και ο χαρακτηρισμός συνθέτων υλικών μήτρας ΑΙ και κραμάτων του με υλικό ενίσχυσης ιπτάμενες τέφρες από τους ΑΗΣ Καρδιάς και Μεγαλόπολης. Τα υλικά παρασκευάστηκαν με τις τεχνικές της κονιομεταλλουργίας, της έγχυσης-υπό-πίεση και της χύτευσης-υπό-ανάδευση. Ο χαρακτηρισμός των υλικών αναφέρεται στη μικροδομή τους, στις τριβολογικές και μηχανικές τους ιδιότητες. Τα εξαγόμενα συμπεράσματα από το χαρακτηρισμό των υλικών συνηγορούν στην επωφελή χρήση των ελληνικών ιπτάμενων τεφρών για την παραγωγή συνθέτων υλικών μεταλλικής μήτρας.

Λέξεις κλειδιά: Σύνθετα Υλικά Μεταλλικής Μήτρας, Ιπτάμενη Τέφρα, Μικροδομή

1. Εισαγωγή

Τα σύνθετα υλικά μεταλλικής μήτρας παρουσιάζουν αντοχές σε κάμψη και θλίψη, χαμηλότερο συντελεστή θερμικής διαστολής, καλές τριβολογικές επιδόσεις και ενισχυμένες ιδιότητες απόσβεσης ταλαντώσεων και συνεπώς μπορούν να χρησιμοποιηθούν σε γενικές μηχανικές εφαρμογές [1]. Η αντικατάσταση του μονολιθικού μεταλλικού τμήματος διαφόρων μηχανικών μερών και εξαρτημάτων από σύνθετα μεταλλικής μήτρας, μπορεί να οδηγήσει σε σημαντική μείωση βάρους του συνολικού υλικού, με προφανή οικονομικά και περιβαλλοντικά οφέλη, ανάλογα με την εφαρμογή. Η παρασκευή συνθέτων υλικών ΑΙ – ιπτάμενων τεφρών έχει στο παρελθόν επιτευχθεί μόνο για την περίπτωση των πυριτικών τεφρών (Class F, ASTM C618) και έχει καταστεί δυνατόν να ενισχυθούν η σκληρότητα και οι τριβολογικές επιδόσεις των συνθέτων, με ταυτόχρονη μείωση του κόστους παραγωγής τους [2-8]. Αντιθέτως, δεν έχει επιτευχθεί σημαντική ενίσχυση των μηχανικών τους αντοχών, λόγω προβλημάτων συσσωμάτωσης των σωματιδίων των τεφρών και ομοιογενή κατανομή τους στη μήτρα του συνθέτου. Το βασικό τεχνολογικό και επιστημονικό κενό που κλήθηκε να καλύψει η συγκεκριμένη έρευνα αφορά στην πρώτη απόπειρα ενίσχυσης του αλουμινίου και κραμάτων του με τέφρες πολύ υψηλής περιεκτικότητας σε Ca και αφότου αυτό κατέστη δυνατόν, μετά από πολυδιάστατη εργαστηριακή προσπάθεια, στην διερεύνηση της επίδρασής τους στις ιδιότητες των συνθέτων

υλικών. Το είδος αυτό των τεφρών ήταν πολύ δύσκολο να ενσωματωθεί σε τήγματα Al και κραμάτων του λόγω πολύ περιορισμένης διαβροχής, ενώ η δυνατότητα σχηματισμού νέων ορυκτολογικών φάσεων με την αντίδραση του ελεύθερου Ca των τεφρών και του Si των κραμάτων προσέδιδε ιδιαίτερη αξία μελέτης του φαινομένου, λόγω της πιθανής ευεργετικής επίδρασής τους στις ιδιότητες των τελικών συνθέτων υλικών. Επίσης, διερευνάται η επίδραση της χρήσης τεφρών διαφορετικής κοκκομετρίας στις ιδιότητες των συνθέτων, καθώς επίσης και η χρήση συγκεκριμένων σωματιδιακών κλασμάτων των τεφρών.

2. Κονιομεταλλουργία [9, 10, 11]

Για την ενίσχυση των μεταλλικών μητρών (Al, 99.99% και Al/Si, 88-12) επιλέγονται λιγνιτικές ιπτάμενες τέφρες των ΑΗΣ Καρδιάς (1250MW) και Μεγαλόπολης (850MW), οι οποίες συλλέγονται από τα Ηλεκτροστατικά Φίλτρα (Η/Φ) των μονάδων των προαναφερθέντων θερμικών σταθμών, υπό μέγιστο ηλεκτρικό φορτίο. Προκειμένου για τη συγκριτική αποτίμηση των ιδιοτήτων τους, οι τέφρες χρησιμοποιούνται σε δύο μορφές: οι τέφρες χρησιμοποιούνται σε δύο μορφές: α) ως αυτές παρελήφθησαν από τα Η/Φ των ΑΗΣ Καρδιάς και Μεγαλόπολης και β) μετά από άλεση και κοσκίνιση, έτσι ώστε η διάμετρος όλων τους των σωματιδίων να είναι μικρότερη από 56 μm.

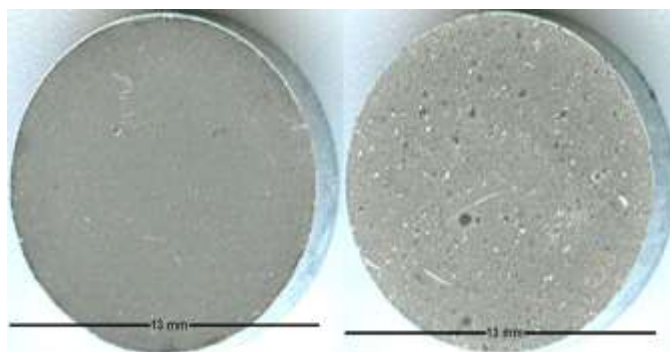
Η παραγωγική διαδικασία των συνθέτων υλικών μεταλλικής μήτρας/ ιπτάμενων τεφρών με τη μέθοδο της κονιομεταλλουργίας περιλαμβάνει τα εξής στάδια:

α) Ανάμιξη των κόνεων που αποτελούν τη μητρική και ενισχυτική φάση των συνθέτων υλικών και ομοιογενοποίηση του υλικού (συμμετοχή των ΙΤ στο μίγμα έως 20% κ.β.),

β) Μορφοποίηση των δειγμάτων με χρήση της τεχνικής της εν ψυχρώ μονοαξονικής συμπίεσης και

γ) Πυροσυσσώματωση των μισμάτων για δύο και έξι ώρες και παραγωγή των αντιστοιχών συνθέτων δοκιμίων.

Τα σύνθετα υλικά που προέκυψαν (Εικόνα 1), υποβλήθηκαν σε: α) μικροσκοπικό έλεγχο με τη χρήση οπτικού μικροσκοπίου και Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy, SEM), β) έλεγχο της χημικής και ορυκτολογικής τους σύστασης με τη χρήση Φασματοσκοπίας Φθορισμού Ακτινών-X και Περίθλασης Ακτινών-X (X-Ray Fluorescence (XRF) & Diffraction (XRD) Spectroscopy), αντίστοιχα, γ) έλεγχο των τριβολογικών τους επιδόσεων με τη χρήση της τεχνικής ακίδας σε δίσκο και εφαρμογή του πρωτοκόλλου ASTM G99-90, δ) έλεγχο της επιφανειακής σκληρότητάς τους με τη χρήση σκληρομέτρου και εφαρμογή του πρωτοκόλλου ASTM B648-10 και ε) έλεγχο της ανθεκτικότητάς τους στη διάβρωση με τη χρήση μισ σειράς από αναλυτικές τεχνικές.



Εικόνα 1. Συμπιεσμένα μίγματα Al/ITM < 56 μm (αριστερά) και «ως έχει» (δεξιά).

2.1 Συνοπτικά Συμπεράσματα Κονιομεταλλουργίας

- Τα μίγματα μητρικής / ενισχυτικής φάσης που παρασκευάστηκαν με αλεσμένες τέφρες παρουσίασαν καλύτερη συμπεριφορά, τόσο κατά την εν ψυχρώ μονοαξονική συμπίεσή τους, όσο και κατά την πυροσυσσωμάτωσή τους, σε σχέση με αυτά που είχαν ως υλικό ενίσχυσης ακατέργαστες τέφρες.
- Η 2-ωρη πυροσυσσωμάτωση δεν επιδρά σημαντικά στη μεταβολή των διαστάσεων των τελικών συνθέτων προϊόντων, σε αντίθεση με την 6-ώρη διεργασία, η οποία δημιουργεί, τόσο επιφανειακές μικροαλλοιώσεις, όσο και έντονη ποσοστιαία μεταβολή των αρχικών τους διαστάσεων, σε ορισμένες περιπτώσεις έως και κατά ~25%.
- Τόσο για την περίπτωση της μήτρας Al, όσο και Al/Si, τα δείγματα που περιέχουν 15 % κ.β. IT έχουν αποκτήσει υψηλότερες τιμές επιφανειακής σκληρότητας. Η ελαφρά μείωση των τιμών της σκληρότητας για δείγματα περιεκτικότητας 20 % κ.β. IT, αποδίδεται στην αύξηση του πορώδους των υλικών, με την αύξηση της συμμετοχής των τεφρών σε ποσοστά μεγαλύτερα του 20% κ.β.
- Η ενίσχυση της μήτρας Al/Si με έντονα ασβεστούχο IT, αναπόφευκτα οδηγεί στην ανάπτυξη στερεών, εύκολα αφαιρούμενων ασβεστούχων, επιφανειακών σφαιριδίων και συσσωματωμάτων. Η μηχανική ανάμιξη (για καλύτερη ομογενοποίηση) δύναται να περιορίσει το φαινόμενο, όχι όμως και να το απαλείψει, καθώς αποδίδεται κυρίως σε χημικά αίτια.
- Η ενσωμάτωση των ιπτάμενων τεφρών στη μεταλλική μήτρα αυξάνει την ποσότητα των παραγόμενων σκληρών ορυκτολογικών φάσεων Ca-Si, ο σχηματισμός των οποίων οδηγεί στην ενισχυμένη σκληρότητα των συνθέτων υλικών έναντι των μεταλλικών υλικών της μήτρας.
- Η χρήση των τεφρών σε αλεσμένη μορφή, όχι μόνο διευκολύνει σημαντικά την πορεία της παρασκευής των συνθέτων υλικών, αλλά ενισχύει εξίσου σημαντικά τις τριβολογικές τους ιδιότητες.
- Η πρόσθεση, τόσο ITK, όσο ITM ενισχύει σημαντικά τις τριβολογικές ιδιότητες του αλουμινίου. Η βέλτιστη αντικατάσταση αλουμινίου από τέφρες είναι ίση με 15% κ.β. για την περίπτωση της ITM και 10% κ.β. για αυτήν της ITK. Παρόλα αυτά, η συμμετοχή της IT στα σύνθετα υλικά μήτρας αλουμινίου σε ποσοστό 20% κ.β. είναι γενικά πραγματοποιήσιμη και οδηγεί σε ενισχυμένες ιδιότητες, παράλληλα με την προκύπτουσα μείωση του κόστους κατασκευής των συνθέτων.
- Το δοκίμιο Al/Si εμφανίζει καλύτερες τριβολογικές ιδιότητες από ότι τα σύνθετα υλικά Al/Si - IT. Παρόλα αυτά, η αντικατάσταση Al/Si σε ποσοστό έως και 15% κ.β. οδηγεί σε «ανεκτή» υποβάθμιση τριβολογικών ιδιοτήτων, η οποία, σε κάθε περίπτωση, αντισταθμίζεται από τη σημαντική μείωση των κόστους της παραγωγής των υλικών.
- Η ενίσχυση των υλικών μήτρας Al, τόσο με ITK, όσο και ITM υποβαθμίζει την ανθεκτικότητά τους στη διάβρωση. Το φαινόμενο οφείλεται κυρίως στην αντίδραση Fe-Al και στην συνεπακόλουθη δημιουργία διαμεταλλικών ενώσεων, ο εμπεριεχόμενος Fe στα σωματίδια των οποίων σχηματίζει γαλβανική γέφυρα με το Al των σωματιδίων της μήτρας και δημιουργεί τις προϋποθέσεις έναρξης διαβρωτικής υποβάθμισης των συνθέτων υλικών. Επίσης, λόγω της τοπικής διαφοροποίησης των τιμών του pH που προκύπτει από την προσθήκη σωματιδίων ITK και ITM στο Al, λαμβάνουν χώρα

φαινόμενα ενεργοποίησης, αναχαιτίζοντας την παθητικοποίηση του υλικού της μήτρας, οδηγώντας έτσι στην τοπική διάλυσή της (διάβρωση).

3. Τεχνικές Τηγμένου Μετάλλου

3.1 Χύτευση με Έγχυση-υπό-Πίεση [12, 13]

Στην περίπτωση της παρασκευής των συνθέτων υλικών με τη χρήση τεχνικών τηγμένου μετάλλου, χρησιμοποιείται ως μήτρα το κράμα με εμπορική ονομασία A356 Al (Al-7Si-0.35Mg). Οι τέφρες διαχωρίζονται στα σωματιδιακά κλάσματά τους και επιλέγονται σωματίδια των οποίων η διάμετρος δεν ξεπερνά τα 90 μm [(> 25), (25-40), (40-90)] μm, καθώς η επιλογή έλαβε χώρα με άξονα τις παρακάτω προτεραιότητες:

1. Επιλογή κλασμάτων **μικρού σωματιδιακού μεγέθους** λόγω φυσιολογίας (μεταξύ άλλων, η χρήση μεγάλων σωματιδίων επιδρούν αρνητικά στην ολκιμότητα των συνθέτων).
2. **Απόρριψη κλασμάτων με άκαυστο άνθρακα**, λόγω: 1) πρόκλησης ρωγμών που επηρεάζουν το πορώδες κατά την αύξηση της θερμοκρασίας και 2) αυξημένων ενεργειακών απαιτήσεων προκειμένου να επεξεργασθεί η τέφρα για μείωση του ποσοστού του άνθρακα.
3. Επιλογή κλασμάτων **μικρού εύρους διακύμανσης διαμέτρου**.

Επίσης, προκειμένου να ελεγχθεί η επίδραση της προσθήκης αλεσμένων τεφρών στη μεταλλική μήτρα, το κλάσμα (25-40) μm αλέθεται σε εργαστηριακό σφαιρόμυλο και χρησιμοποιείται επίσης ως υλικό πλήρωσης της μεταλλικής μήτρας, και κατόπιν τα αποτελέσματα των δοκιμών αξιολόγησης των ιδιοτήτων των τελικών συνθέτων υλικών αποτιμώνται συγκριτικά. Επιλέχθηκε προς άλεση το συγκεκριμένο σωματιδιακό κλάσμα, καθώς, όπως έδειξε η Περιθλασιμετρία Ακτινών-Χ, είναι αυτό το οποίο εμφανίζει την εντονότερη παρουσία υαλώδους φάσης, συνεπώς η συγκριτική αποτίμηση των υλικών που έχουν κατασκευασθεί με τη χρήση του «ως έχει» κλάσματος (25-40) μm και αυτών που έχουν κατασκευασθεί με αλεσμένο το κλάσμα (25-40) μm, θα αποδώσει ανάγλυφα την επίδραση της απελευθέρωσης του ενεργού Si των τεφρών (κυρίως της ITM) στις ιδιότητες (κυρίως τις τριβολογικές) των συνθέτων υλικών.

Η διαδικασία της παρασκευής των συνθέτων λαμβάνει χώρα σε ειδικά τροποποιημένο φούρνο, αποτελούμενο από υδρόψυκτη εστία και, εσωτερικά, από αντιστάσεις θερμότητας (University of Wisconsin-Milwaukee / Center for Composites) (Εικόνα 2.α). Οι κάψες που χρησιμοποιούνται για την παρασκευή των υλικών είναι κατασκευασμένες από καθαρό Al_2O_3 (εσωτερικά έχουν επικαλυφθεί με ZrO_2). Μια ποσότητα ~70 g ιπτάμενων τεφρών (είτε ΙΤΚ είτε ΙΤΜ) τοποθετείται, συμπιεσμένη, σε κάθε κάψα και από επάνω τοποθετείται διαχωριστικός δίσκος από γραφίτη (ελαφρώς μικρότερης διαμέτρου από την κάψα). Μια κατάλληλα μορφοποιημένη κυλινδρική ράβδος χυτευμένου κράματος A356, βάρους ~70 g, τοποθετείται επάνω από τον διαχωριστικό δίσκο του γραφίτη και, κατόπιν, η κάψα εισέρχεται στον τροποποιημένο φούρνο, μέσω γραφιτικής κάψουλας σωληνοειδούς σχήματος (Εικόνα 2.β). Ο φούρνος κατόπιν εκκενώνεται, σφραγίζεται και θερμαίνεται στους 800°C, θερμοκρασία η οποία διατηρείται για ~30min, προκειμένου να διασφαλισθεί η ολική τήξη του κράματος. Στη συνέχεια η πίεση αυξάνεται

σταδιακά στα 2.1 MPa, με χρήση αερίου (Ar), ωθώντας το τηγμένο κράμα εντός των κενών χώρων των «πακτωμένων» σωματιδίων της τέφρας. Η εστία καύσης ψύχεται και τα δείγματα λαμβάνονται αφότου η διαδικασία της στερεοποίησης έχει ολοκληρωθεί και η εφαρμογή πίεσης έχει σταματήσει.

Όπως φαίνεται στον Πίνακα 1, παρασκευάστηκαν οχτώ τύποι συνθέτων, χρησιμοποιώντας διαφορετικό είδος και επεξεργασία (άλεση, διάμετρος σωματιδίων) ιπτάμενων τεφρών (Εικόνες 2.γ και δ).¹



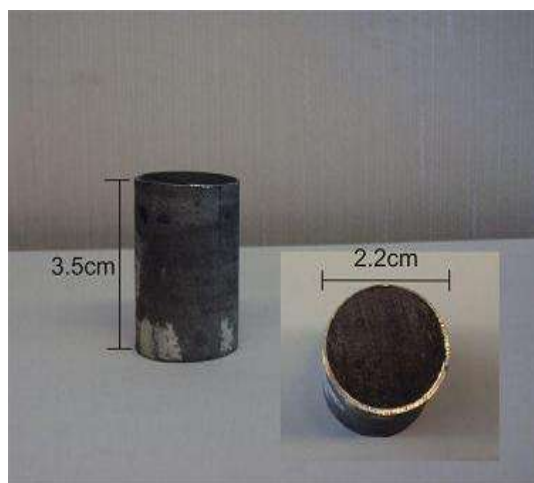
Εικόνα 2.α. Τροποποιημένος φούρνος για την παρασκευή των συνθέτων δοκιμίων με έγχυση υπό πίεση.



Εικόνα 2.β. Απεικόνιση των τιμών πίεσης και θερμοκρασίας σε πραγματικό χρόνο.



Εικόνα 2.γ. Κάβουλα δοκιμίων πρώτων υλών για την παρασκευή των συνθέτων δοκιμίων με έγχυση υπό πίεση..



Εικόνα 2.δ. Δοκίμιο A356 Al-ITM (Έγχυση-υπό Πίεση).

¹ Τα υλικά των τεχνικών τηγμένου μετάλλου υποβάλλονται στις ίδιες μεθοδολογίες χαρακτηρισμού με αυτές των υλικών της κονιομεταλλουργίας.

Πίνακας 1. Σύνθετα δοκίμια που παρασκευάστηκαν με την τεχνική της έγχυσης-υπό-πίεση

Σύνθετο	Μεταλλικό Κράμα	Πληρωτικό Υλικό	Σωματίδια τέφρας (μm)
01	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΚ	(<25)
02	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΚ	(25-40)
03	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΚ	(40-90)
04	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΚ	(25-40) αλεσμένο
05	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΜ	(<25)
06	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΜ	(25-40)
07	A356 Al	50% κ.β.Ι ΤΜ	(40-90)
08	A356 Al	50% κ.β. ΙΤΜ	(25-40) αλεσμένο

3.2 Συνοπτικά συμπεράσματα έγχυσης-υπό-πίεση

- Αποδεικνύεται ότι η ασβεστούχος σύσταση των ελληνικών ΙΤ δεν συνιστά εμπόδιο στην επιτυχή παρασκευή συνθέτων μήτρας A356 Al με την τεχνική της -υπό πίεση-έγχυσης του τηγμένου κράματος στους κενούς χώρους μεταξύ των σωματιδίων των τεφρών. Αντιθέτως, ο σχηματισμός νέων φάσεων λόγω αντίδρασης του Ca των τεφρών με το Si του κράματος, φάσεων σκληρότερων από ότι οι προϋπάρχουσες του τεφρών, φαίνεται ότι λειτουργεί ευεργετικά, όσον αφορά στην ανάπτυξη των επιφανειακών ιδιοτήτων των νέων συνθέτων υλικών.
- Η άλεση των τεφρών διευκολύνει την επιτυχή παρασκευή των συνθέτων υλικών και επίσης βελτιώνει τις, συσχετιζόμενες με την επιφανειακή σκληρότητα και την αναχαίτιση της τριβολογικής φθοράς, ιδιότητές τους. Μέσω της αλέσεως, διασπάται η υαλώδης φάση των σωματιδίων των ιπτάμενων τεφρών και, κατά συνέπεια, περιέχουν περισσότερο ενεργά συστατικά, λόγω της απελευθέρωσης δραστικού Si. ενώ, ταυτοχρόνως, η διάμετρος των σωματιδίων τους βρίσκεται εντός ενός επιθυμητού εύρους διαμέτρων.
- Η ανά περιπτώσεις εμφάνιση πορώδους παρατηρήθηκε σε περιοχές των συνθέτων όπου τα σωματίδια των τεφρών είναι πολύ κοντά το ένα στο άλλο. Η ύπαρξη πόρων αποδίδεται στη χαμηλή πίεση που εφαρμόζεται στις «διασυνοριακές» περιοχές ένωσης των κόκκων των συνθέτων υλικών.
- Στην περίπτωση της ΙΤΚ, το βέλτιστο κοκκομετρικό κλάσμα, όσον αφορά στη σύνθεση και στην ανάπτυξη της σκληρότητας και των τριβολογικών ιδιοτήτων των υλικών, είναι το λεπτόκοκκό της κλάσμα, με διάμετρο <25 μm. Στην περίπτωση της ΙΤΜ, το βέλτιστο κλάσμα είναι με διάμετρο 25-40 μm, αφότου υποστεί άλεση.
- Η χρήση των λεπτόκοκκων σωματιδίων ΙΤ μπορεί να οδηγήσει σε σύνθετα υλικά με βελτιωμένες ιδιότητες. Εντούτοις, εξαιτίας των αναπτυσσομένων ηλεκτροστατικών δυνάμεων, τα λεπτόκοκκα σωματίδια, τείνουν εντόνως να σχηματίσουν συσσωματώματα, εμποδίζοντας έτσι την επίτευξη της, κατά το δυνατόν, καλύτερης ομοιογένειας κράματος – τεφρών.
- Οι τριβολογικές ιδιότητες των συνθέτων υπολείπονται σαφώς του ενός εκ των δύο συστατικών τους (A356 Al) (όπως αναμένονταν), παρόλα αυτά η στοχευμένη επεξεργασία συγκεκριμένων σωματιδιακών κλασμάτων των ιπτάμενων τεφρών (όπως π.χ. η απομόνωση και χρήση των πολύ λεπτών σωματιδίων της ΙΤΚ) δύναται να οδηγήσει στην παρασκευή συνθέτων με

χαμηλότερο συντελεστή φθοράς από το κράμα A356 Al, και συντελεστή τριβής που υπολείπεται μόνο οριακά από αυτού.

- Συμπεραίνεται ότι η επόμενη μεγάλη πρόκληση αναφορικά με την ανάπτυξη συνθέτων μέταλλο-κεραμικών υλικών μήτρας κραμάτων Al και φάσης ενίσχυσης IT είναι η επίτευξη «από-συσσωμάτωσης» των σωματιδίων IT.

3.3 Χύτευση υπό Ανάδευση [14]

Για την παρασκευή των συνθέτων υλικών μήτρας A356 Al και υλικού ενίσχυσης ITK και ITM με τη μέθοδο της χύτευσης-υπό-ανάδευση, ράβδοι A356 Al τήκονται με τη χρήση ηλεκτρικού φούρνου στους 700°C σε ειδική κάψα από γραφίτη, η οποία επικαλύπτεται εσωτερικά με νιτρίδιο του βορίου (BN). Τα κοκκομετρικά κλάσματα των ιπτάμενων τεφρών που τελικά επιλέγονται προς χρήση είναι τα λεπτόκκοκα (<25 μm) των ITK και ITM. Η επιλογή των -κατά το δυνατόν- μικρότερης διαμέτρου, σωματιδίων τεφρών, γίνεται λόγω επιδίωξης αποφυγής σχηματισμού συσσωματωμάτων, τα οποία προκύπτουν έχοντας ως «βάση» τα μεγαλύτερου μεγέθους σωματίδια.

Πριν από την προσθήκη τους στο τήγμα, τα σωματίδια των τεφρών προθερμαίνονται για να διευκολυνθεί η διαβροχή τους με το τηγμένο κράμα. Τα σωματίδια προθερμαίνονται στους 800°C για 8 ώρες, με ρυθμό ανόδου της θερμοκρασίας ίσο με 100°C/h για την απομάκρυνση της υγρασίας και των εγκεκλεισμένων ποσοτήτων αέρα από την επιφάνεια των σωματιδίων των τεφρών ώστε να είναι πιο άμεση η επαφή σωματιδίου τέφρας – τηγμένου κράματος. Επίσης, ως παράγοντας αύξησης της διαβροχής και της ενσωμάτωσης των σωματιδίων των τεφρών στο τήγμα, ιδιαίτερα στην περίπτωση της ITM (λόγω Si), χρησιμοποιούνται τεμάχια Mg και αυτό οφείλεται στην διεπιφάνεια που σχηματίζεται μεταξύ SiO₂ και Mg. Το σύνολο του μίγματος τέφρας – Mg τοποθετείται σε αλουμινόχαρτο προκειμένου να προστεθεί στο τήγμα.

Η ανάδευση του τήγματος γίνεται με αναδευτήρα από γραφίτη, ο οποίος έχει επικαλυφθεί επίσης με BN. Στο -υπό ανάδευση- τήγμα του κράματος (μηχανική ανάδευση / 600 rpm / ατμόσφαιρα Ar) εισάγονται τα «πακέτα» των τεφρών - θραυσμάτων Mg (2% κ.β. επί της τέφρας). Η θερμοκρασία εισαγωγής των τεφρών στο τήγμα, υπό την παράλληλη ανάδευσή τους έγινε στους 750°C, όμως λόγω της εκτεταμένης απόρριψης των τεφρών από το κράμα η θερμοκρασία του τήγματος αυξήθηκε και τελικά τα δοκίμια παράχθηκαν με θερμοκρασία εισαγωγής 910°C. Προκειμένου να επιτευχθεί η, κατά το δυνατόν, καλύτερη διασπορά των σωματιδίων της τέφρας στο κράμα, επιλέγεται ιδιαίτερα χαμηλός ρυθμός πρόσθεσής της στο τήγμα, ήτοι 0.5-1 gr / min. Ως μήτρες μορφοποίησης των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκαν κυλινδρικά & ορθογώνια καλούπια χύτευσης.

Στις Εικόνες 3.α-δ δίδονται στιγμιότυπα της παρασκευής των συνθέτων υλικών A356 Al με την τεχνική της χύτευσης-υπό-ανάδευση. Κατά την παραγωγική διαδικασία των υλικών, είναι απαραίτητη η παρουσία δύο ατόμων, ένα για την ανάμιξη και ένα για την προσθήκη των σωματιδίων των ιπτάμενων τεφρών. Επίσης ένα τρίτο άτομο παρευρίσκεται στο χώρο των χυτεύσεων για λόγους ασφαλείας. Τα υλικά μήτρας A356 Al που παρήχθησαν περιέχουν ~10% κ.β. ITK και ITM. Στις Εικόνες 4.α και β δίδονται ενδεικτικά οι Εικόνες Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης για το καθαρό κράμα A356 Al και για το σύνθετο με 10% κ.β. ITK.



Εικόνα 3.α. Προσθήκη σωματιδίων ΙΤΚ στο υπό-ανάδευση τήγμα του κράματος A356 Al.



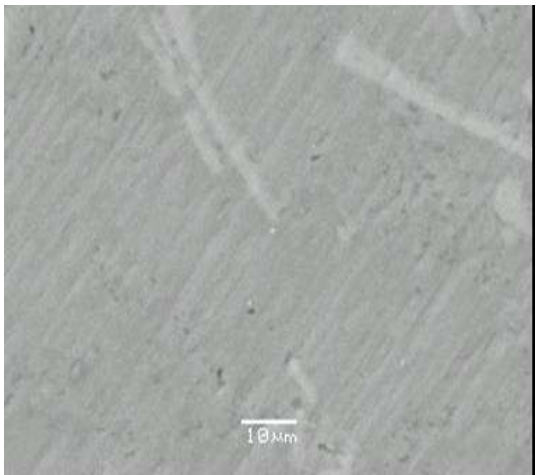
Εικόνα 3.β. Ανάμιξη τήγματος A356 Al – σωματιδίων ιπτάμενων τεφρών.



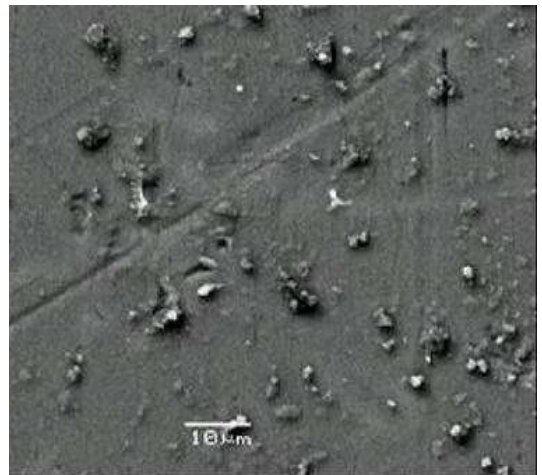
Εικόνα 3.γ. Χύτευση συνθέτου A356 Al – ΙΤΚ 10% σε κυλινδρικό καλούπι.



Εικόνα Β.66.δ. Δοκίμια του συνθέτου A356 Al – ΙΤΚ 10%.



Εικόνα 4.α. Μικροφωτογραφία Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης της επιφάνειας του κράματος A356 Al.



Εικόνα 4.β. Μικροφωτογραφία Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης της επιφάνειας του συνθέτου A356 Al-10%κ.β. ΙΤΚ .

3.4 Συνοπτικά συμπεράσματα χύτευσης-υπό-ανάδευση

- Τέφρα υψηλής περιεκτικότητας σε Ca ενσωματώθηκε με επιτυχία στο τηγμένο κράμα με την τεχνική της χύτευσης-υπό-ανάδευση και παρασκευάστηκαν σύνθετα υλικά με περιεκτικότητα ιπτάμενης τέφρας ίση με 10% κ.β.
- Το πρόβλημα της περιορισμένης διαβροχής των ασβεστούχων τεφρών με το τήγμα αντιμετωπίστηκε αποτελεσματικά με την άνοδο της θερμοκρασίας χύτευσης στους 910°C, από τους 700°C που είχε αρχικά σχεδιασθεί το πείραμα. Επιπροσθέτως, καταλυτικό ρόλο στην αντιμετώπιση της ελλιπούς διαβροχής διαδραμάτισε η σταδιακή θέρμανση-αφύγρανση στην οποία υποβλήθηκαν οι τέφρες για διάστημα οχτώ ωρών προ της εισαγωγής τους στο τήγμα.
- Η θερμοκρασία των 910°C αφορά μόνο στην ιπτάμενη τέφρα Καρδιάς. Τα αντίστοιχα πειράματα χύτευσης-υπό-ανάδευση με τη χρήση της ιπτάμενης τέφρας Μεγαλόπολης έλαβαν χώρα με επιτυχία στους 700°C.
- Παρότι τα σωματίδια των τεφρών εισήχθησαν επιτυχώς στο κράμα, εντούτοις η δημιουργία συσσωματωμάτων, η οποία είναι ιδιαίτερα επιβαρυντική για την επίτευξη αναβαθμισμένων ιδιοτήτων στα σύνθετα, δεν κατέστη δυνατόν να περιορισθεί.
- Η αντικατάσταση του κράματος A356 με ιπτάμενη τέφρα Καρδιάς και Μεγαλόπολης μπορεί να οδηγήσει στην παρασκευή συνθέτων με καλύτερες τριβολογικές επιδόσεις σε σχέση με το κράμα.

4. Βιβλιογραφία

- \
- [1] Rohatgi P.K., 1993. Metal-matrix Composites. Defence Science Journal 43 (4): 323-349.
- [2] Rohatgi, P.K., 1994. Low-cost, fly-ash-containing aluminum-matrix composites, JOM 46: 55-59.
- [3] Guo, R. Q., Rohatgi, P. K., and Ray, S., 1996. Casting Characteristics of Aluminum-Fly Ash Composites," AFS Transaction (USA) 104: 1097-1101.
- [4] T.P.D., Pillai, R.M., Pai, B.C., Satyanarayana, K.G., Rohatgi, P.K., 2007. Fabrication and characterisation of Al-7Si-0.35Mg/fly ash metal matrix composites processed by different stir casting routes. Composites Science and Technology 67 (15-16): 3369-3377.
- [5] Matsunaga, T., Hardcastle, S., Kim, J.K., and Rohatgi, P.K., 2002. Crystallinity and Selected Mechanical Properties of Fly Ash Composites. Materials Science and Engineering A 325: 333-343.
- [6] Sudarshan, M.K., Surappa, 2008. Synthesis of fly ash particle reinforced A356 Al composites and their characterization. Materials Science and Engineering A 480 (1-2): 117-124.
- [7] Hrairi, M., Ahmed, M., Nimir, Y., 2009. Compaction of fly ash-aluminum alloy composites and evaluation of their mechanical and acoustic properties. Advanced Powder Technology 20 (6): 548-553.
- [8] Zahi, S., Daud, A.R., 2011. Fly ash characterization and application in Al-based Mg alloys. Materials and Design 32: 1337-1346.

- [9] Moutsatsou A., Itskos G., Vounatsos P., Koukouzas N., Vasilatos C., 2010. Microstructural characterization of PM-Al and PM-Al/Si composites reinforced with lignite fly ash. *Material Science and Engineering A* 527: 4788-95.
- [10] Itskos, G., Moutsatsou, A., Rohatgi, P.K., Koukouzas, N., Vasilatos, Ch., Katsika, E., 2011. Compaction of high-Ca fly ash-Al- and Al-alloy-composites: Evaluation of their microstructure and tribological performance. *Coal Combustion and Gasification Products* 3:75-82.
- [11] Marin E., Lekka, M., Andreatta F., Fedrizzi, L., Itskos, G. Moutsatsou, A. Koukouzas N., Kouloumbi, N., 2012. Electrochemical study of Aluminum - Fly ash composites obtained by powder metallurgy. *Materials Characterization* 69: 16-30
- [12] Itskos, G, Itskos, S., Koukouzas, N., 2010. Size fraction characterization of highly calcareous fly ash. *Fuel Processing Technology* 91 (11): 1558-63
- [13] Itskos, G., Rohatgi P.K., Moutsatsou, A., DeFouw J.D., Koukouzas, N., Vasilatos, Ch. and Schultz, B.F., 2012. Synthesis of A356 Al-high Ca fly ash composites by pressure infiltration technique and their characterization. *Journal of Materials Science* 47 (9): 4042-52.
- [14] Itskos G., Rohatgi, P.K., Moutsatsou, A., Roven, H.J., Schultz, B.F., Koukouzas, N., Vasilatos, Ch., 2011. Incorporation of high-Ca fly ash particles into A356 Al by stir casting technique and characterization of the fabricated composites. *World of Coal Ash Conference (WOCA 2011)*, 9-12 May 2011, Denver, CO, USA.