



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**VLASTNOSTI NÁSTŘIKU SLITINOU INCONEL NA
AUSTENITICKOU OCEL ZHOTOVENÉHO TECHNOLOGIÍ
KINETICKÉHO NAPRAŠOVÁNÍ PO PŘETAVENÍ
ELEKTRONOVÝM PAPERSEM**

PROPERTIES OF INCONEL ALLOY COATING ON AUSTENITIC STEEL MADE BY COLD-SPRAY
TECHNOLOGY AFTER ELECTRON BEAM REMELTING

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Monika Chlupová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.

BRNO 2020

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Studentka:	Bc. Monika Chlupová
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.
Akademický rok:	2019/20

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Vlastnosti nástřiku slitinou Inconel na austenitickou ocel zhotoveného technologií kinetického naprašování po přetavení elektronovým paprskem

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Povlaky na bázi niklu jsou široce využívány ke zlepšení oxidační a korozní odolnosti, stejně tak jako odolnosti vůči opotřebením méně vhodných a lacinějších materiálů. Jedna z možných progresivních metod vytváření ochranných povlaků je technologie kinetického nanášení (cold-spray), která je instalována v laboratořích ÚMVI. Ke zlepšení vlastností takto vytvořených vrstev (zlepšení povrchové drsnosti, snížení porozity, zvýšení soudržnosti se substrátem) se používá jejich přetavování, často s využitím laseru. V rámci řešení DP bude ověřena možnost přetavení elektronovým paprskem

Cíle diplomové práce:

- Seznámení se s technologiemi kinetického naprašování a přetavování elektronovým paprskem.
- Nanesení povlaku slitiny Inconel 718 (kinetické naprašování) na austenitickou ocel typu 18/10 a následné její přetavení elektronovým paprskem.
- Vyhodnocení mikrostruktur použitého prášku, nanesené vrstvy před a po přetavení.
- Vyhodnocení výsledků, návrh dalších prací, které by mohly vést ke komerčnímu využití těchto technologií a použité kombinace materiálů.

Seznam doporučené literatury:

RAOELISON R. N. et al. Cold gas dynamic spray technology. Additive Manufacturing 2018, No. 19. pp. 134-159, ISBN 2214-8604.

WEN S. et al. Deposition characteristics of cold sprayed Inconel 718 particles on Inconel 718 substrates with different surface conditions. Materials Science & Engineering 2018, A720, pp. 75-84.

CHLEBUS E. et al. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting. Materials Science & Engineering 2015, A639, pp. 647-655.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá popisem vlastností vrstvy ze slitiny Inconel 718 nanesenou pomocí metody Cold spray na austenitickou ocel AISI 304 a následně přetavenou elektronovým paprskem. V první části je představena metoda Cold spray s jejími vlastnostmi, výhodami a nevýhodami a také je zde popsán princip přetavení vrstev elektronovým paprskem a další možné použití elektronového paprsku například při svařování, vrtání, tepelném zpracování atd. V druhé části práce je nejprve popsán materiál a metody použité pro přípravu a vyhodnocení vzorků a následně jsou zde vyhodnoceny získané výsledky. Je vyhodnocena pórovitost, mikrostruktura a mikrotvrdost vrstev nanesených pomocí metody Cold spray a tyto vlastnosti jsou dále porovnány s vlastnostmi stejných vrstev přetavených elektronovým paprskem. Na závěr jsou výsledky pórovitosti vrstev nanesených metodou Cold spray diskutovány s odbornou literaturou a výsledky přetavení elektronovým paprskem jsou pouze detailně popsány, protože nebylo možné dohledat odbornou literaturu, jež by se tímto tématem zabývala. Rovněž jsou uvedeny návrhy dalších prací, které je nutno provést, aby bylo možné uvažovat o zavedení tohoto způsobu výroby vrstev do komerční sféry.

Klíčová slova

Inconel 718, Cold spray, přetavení elektronovým paprskem

ABSTRACT

This diploma thesis is focused on description of the properties of a layer of Inconel 718 applied on austenitic steel AISI 304 by the Cold Spray and subsequently remelted by electron beam. The first part presents the Cold Spray with its properties, advantages and disadvantages, and also describes the principle of electron beam remelting and other possible uses of electron beam, for example welding, drilling, heat treatment etc. The second part describes the material and the methods used for the preparation and evaluation of the samples. There are evaluated the porosity, microstructure and microhardness of the layers applied by the Cold Spray and these properties are further compared with the properties of the same layers remelted by electron beam. In conclusion, the results of the porosity of the layers applied by the Cold Spray are discussed with the literature and the results of electron beam remelting are only partially described here, because it was not possible to find literature about this topic. There are also suggestions for further research of the properties of this layers, which is necessary to know before implementing this method of producing layers for commercial production.

Keywords

Inconel 718, Cold spray, electron beam remelting

Bibliografická citace

CHLUPOVÁ, Monika. *Vlastnosti nástřiku slitinou Inconel na austenitickou ocel zhotoveného technologií kinetického naprašování po přetavení elektronovým paprskem*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/125312>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Rudolf Foret.

Čestné prohlášení

Tímto prohlašuji, že předkládanou diplomovou práci na téma „Vlastnosti nástřiku slitinou Inconel na austenitickou ocel zhotoveného technologií kinetického naprašování po přetavení elektronovým paprskem.“ jsem vypracovala samostatně s využitím uvedené odborné literatury a podkladů na základě konzultací a pod vedením vedoucího diplomové práce.

Datum

Monika Chlupová

Poděkování

Tímto děkuji vedoucímu své diplomové práce prof. Ing. Rudolfu Foretovi, CSc. za vstřícný přístup a cenné rady a připomínky, které mi během psaní diplomové práce velmi pomohly. Dále děkuji Ing. Drahomíře Janové, Ing. Lukáši Řehořkovi, Ph.D., Ing. Petru Havlíkovi, Ph.D., Ing. Jířímu Matlákovi, Ph.D. a ostatním zaměstnancům FSI, kteří mi pomohli s přípravou a vyhodnocením vzorků. A v neposlední řadě děkuji celé své rodině za podporu během studia.

OBSAH

1	ÚVOD.....	8
2	CÍL PRÁCE.....	9
3	COLD SPRAY.....	10
3.1	PODSTATA.....	10
3.2	POUŽÍVANÁ ZAŘÍZENÍ.....	11
3.3	ZÁKLADNÍ PROCESNÍ PARAMETRY.....	12
3.4	KLADY A ZÁPORY METODY CS.....	15
3.5	NANÁŠENÍ SLITIN NI, DŮVODY, VLASTNOSTI.....	16
4	PŘETAVOVÁNÍ POVRCHOVÝCH VRSTEV ELEKTRONOVÝM PAPRSKEM.....	19
4.1	ELEKTRONOVÝ PAPERSEK (EB).....	19
4.2	KONSTRUKCE ZAŘÍZENÍ.....	19
4.3	MOŽNÉ APLIKACE ELEKTRONOVÉHO PAPERSKU.....	22
4.4	VLIV PŘETAVENÍ ELEKTRONOVÝM PAPERSEKEM NA VLASTNOSTI VRSTEV.....	24
5	POUŽITÝ MATERIÁL A METODY.....	26
5.1	ZÁKLADNÍ MATERIÁL (SUBSTRÁT).....	26
5.2	PRÁŠEK.....	27
5.3	COLD SPRAY.....	29
5.4	ELEKTRONOVÝ PAPERSEK.....	29
5.5	METALOGRAFIE.....	30
5.6	RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE (REM), ENERGIJĚ DISPERSNÍ SPEKTROMETR (EDS).....	31
5.7	TVRDOST.....	31
6	VÝSLEDKY EXPERIMENTÁLNÍCH PRACÍ.....	32
6.1	NASTAVENÍ PARAMETRŮ COLD SPRAY A VÝSLEDKY DETAILNÍ DOKUMENTACE OPTIMÁLNÍHO STAVU.....	32
6.2	NASTAVENÍ PARAMETRŮ EB A VÝSLEDKY PŘETAVENÍ, DETAILNÍ POPIS.....	36
6.3	POROVNÁNÍ VRSTEV VYTVOŘENÝCH METODOU CS PŘED A PO PŘETAVENÍ ELEKTRONOVÝM PAPERSEKEM.....	45
7	DISKUZE A ROZBOR VÝSLEDKŮ.....	49
8	ZÁVĚR.....	51
9	SEZNAM LITERATURY.....	52
10	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK.....	55
11	SEZNAM OBRÁZKŮ.....	56
12	SEZNAM TABULEK.....	58

1 Úvod

Slitina Inconel 718 (IN718) je vysoce pevná, žáruvzdorná slitina niklu s obsahem 15 až 20 % Cr s dobrou odolností proti tečení, až do teploty 650 °C. Díky těmto vlastnostem je slitina IN718 používána především v leteckém průmyslu, pro součásti plynových turbín leteckých motorů, součásti raketových motorů, nebo pro konstrukční prvky, kde je zapotřebí vysoká pevnost. Pro její použití v leteckém průmyslu je výhodné znát možnosti nanášení této slitiny na povrch součástí metodou Cold spray (CS), kterou lze provádět opravy velmi drahých komponent, které by bylo v opačném případě nutné vyměnit. [1]

Metoda CS, neboli metoda kinetického naprašování za studena, patří mezi metody nanášení vrstev a je často srovnávána s žárovými nástřiky, při kterých se využívá plasma, elektrický oblouk, plamen nebo tzv. vysokorychlostní nástřiky HVOF (High Velocity Oxygen Fuel). Od žárových nástřiků se CS liší především výrazně nižší teplotou procesního plynu, která se pohybuje do 1 100 °C. Nanášený materiál, v podobě prášku, je v kontaktu s horkým procesním plynem pouze velmi krátkou dobu, za kterou se ohřeje maximálně na 200 °C. Při takto nízké teplotě nedojde k jeho natavení, vzniku velké zbytkové napjatosti, oxidaci povrchu, ani nežádoucím strukturním změnám, jak je běžné u žárových nástřiků. CS je vhodná metoda pro vytváření vrstev odolných proti oxidaci za vysokých teplot, korozi, erozi a dalším vlivům degradace, ale také pro výrobu zcela nových součástí a opravu poškozených kovových dílů. Metoda CS je drahá díky vysoké spotřebě drahých procesních plynů, kterými jsou dusík nebo helium, proto je využívána převážně v leteckém a raketovém průmyslu pro opravu velmi drahých součástí, jejichž výměna by byla daleko nákladnější než oprava pomocí CS. Z tohoto důvodu není CS perspektivní metodou pro opravu běžných strojních součástí. [2; 3]

Nanesení slitiny Inconel 718 metodou CS může vést k vytvoření vrstvy s relativně vysokou pórovitostí, která značně snižuje mechanické a korozní vlastnosti vrstvy. Z tohoto pohledu může být výhodné následné přetavení vrstvy IN718, například elektronovým paprskem, při kterém dojde k propojení všech částic vrstvy a snížení pórovitosti. Elektronový paprsek je úzký proud elektronů, které se pohybují přibližně stejným směrem a rychlostí. Po dopadu elektronu na povrch materiálu se uvolní velké množství tepla, které umožňuje velmi rychlý ohřev součástí. Protože celý proces přetavení elektronovým paprskem musí probíhat ve vakuu, aby nedošlo k rozptýlení paprsku, není možné ohřátou součást ochladit standardními chladicími médii. Ochlazení součástí probíhá i tak velmi rychle, protože ohřátá oblast je velmi úzká a teplo je rychle odváděno do tepelně neovlivněného objemu materiálu. Z toho vyplývá, že pro přetavení elektronovým paprskem jsou vhodné součásti, které mají velký objem a jsou tak schopny pojmout velké množství tepla. Díky velmi úzkému paprsku a možnosti přesného pohybu s paprskem, pomocí soustavy elektromagnetických cívek, je možné provádět přetavení přesně vymezené oblasti i složitých tvarů, bez výrazného ovlivnění okolního materiálu. Nutnost přítomnosti vakua však výrazně limituje maximální rozměry přetavované součásti, podle velikosti vakuové komory. [4; 5]

2 Cíl práce

Cílem této diplomové práce je popsat technologii kinetického naprašování (Cold spray) a přetavování elektronovým paprskem. Následně pomocí technologie kinetického naprašování nanést povlak slitiny Inconel 718 na austenitickou ocel typu 18/10 a takto nanesenou vrstvu přetavit elektronovým paprskem.

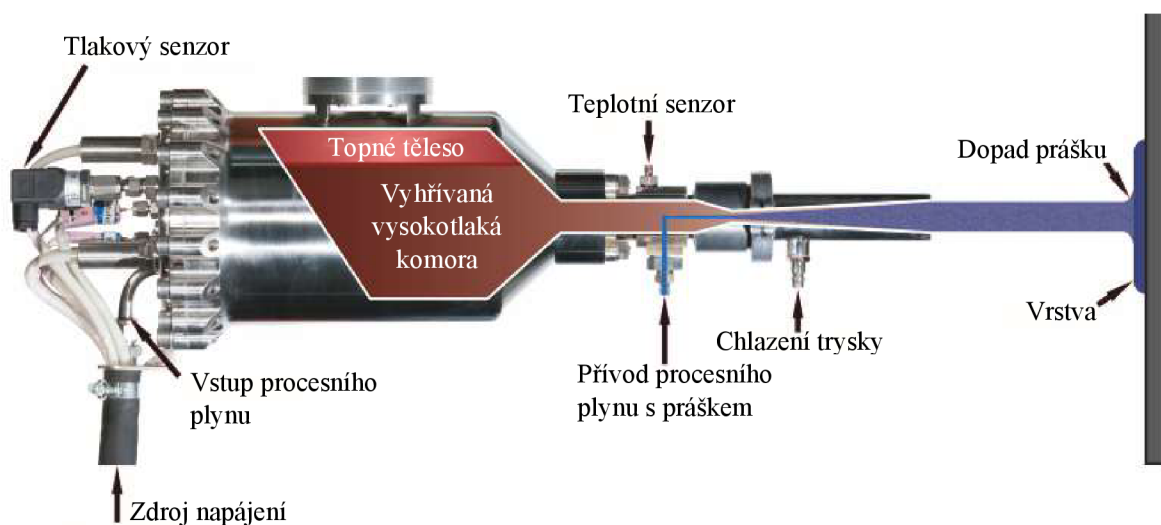
Další částí práce je vyhodnocení mikrostruktur použitého prášku a substrátu, nanesené vrstvy před a po přetavení. Dále vyhodnocení dosažených výsledků, porovnání obou vytvořených stavů vrstvy IN718 a návrh dalších prací, které by mohly přispět k vytvoření kvalitní vrstvy IN718 s optimálními vlastnostmi pro zavedení takto vyrobených vrstev do průmyslové praxe.

3 Cold spray

3.1 Podstata

Cold spray (CS), česky nazývaná technologie nízkoteplotního kinetického naprašování, je technologie, při které je kovový prášek stříkán rychlostí blížíící se rychlosti zvuku na podkladový materiál. Teplota procesu je tak vysoká, aby nedošlo k natavení částic prášku, ale aby bylo možné dosáhnout dostatečně vysoké rychlosti proudění procesního plynu, který částice urychluje. Soudržná kovová vrstva se vytváří převážně pomocí vysoké kinetické energie urychlených částic a následného uplatnění adhezivních sil. [6]

Proces probíhá tak, že stlačený plyn (dusík, helium nebo vzduch) proudí přes vyhřívanou vysokotlakou komoru, kde je ohříván na vysokou teplotu (až 1 000 °C), do Lavalovy trysky. Prášek je pomocí neohřívaného procesního plynu vháněn do proudu ohřátého procesního plynu v trysce, těsně před jejím zúžením. Tlak procesního plynu s práškem musí být o trochu vyšší než tlak ohřátého procesního plynu, aby bylo zajištěno dostatečné promíchání prášku s ohřátým procesním plynem. Zúžení trysky způsobí rozdílný tlak na vstupu a výstupu z trysky, což ve výsledku znamená, že procesní plyn proudí za zúžením nadzvukovou rychlostí a urychluje částice prášku na rychlost 300 až 1200 m/s. Prášek má vysokou kinetickou energii, což po dopadu na podkladový materiál způsobí silnou plastickou deformaci částic. Soudržnost vrstvy zajišťují mechanické vazby mezi částicemi prášku. [6; 7] Schéma, výše popsané technologie cold spray je znázorněno na Obr. 1.



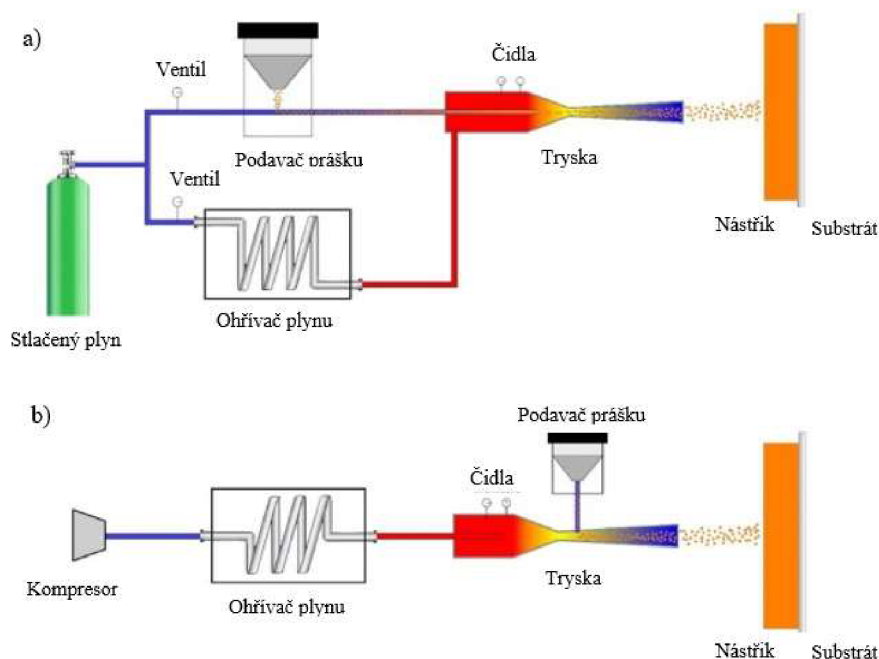
Obr. 1 Schéma technologie Cold spray [8]

Prášek je při tomto procesu v kontaktu s vysoce ohřátým plynem krátkou dobu, za kterou se ohřeje maximálně na 200 °C. Při takto nízké teplotě nedochází ani k částečnému natavení částic prášku, takže nedochází k tvorbě oxidů, fázovým transformacím a vzniku zbytkové teplotní napjatosti. Tyto vlastnosti metody CS jsou hlavními odlišnostmi od konvenčních vysokoteplotních metod vytváření nástřiků. [7]

Tloušťka nanesené vrstvy se může pohybovat ve velkém rozsahu od 20 μm až po několik centimetrů, ovlivňuje ji především rychlost posuvu trysky vůči substrátu (neboli doba po kterou tryska stříká prášek na jedno místo substrátu) a počet opakování nástřiku. [2]

3.2 Používaná zařízení

Zařízení používaná metodou CS lze rozdělit, do dvou kategorií dle použitého tlaku procesního plynu, na vysokotlaký a nízkotlaký CS. Nízkotlaké zařízení využívá tlak procesního plynu nižší než 1 MPa a vysokotlaké zařízení používá tlak procesního plynu vyšší než 1 MPa. Tato dvě zařízení se rovněž liší uspořádáním jednotlivých částí zařízení a druhem použitého procesního plynu. Hlavní rozdíl v uspořádání jednotlivých částí zařízení je v umístění vyústění podavače prášku do proudu ohřátého procesního plynu, které je v případě nízkotlakého CS až za zúžením trysky a v případě vysokotlakého CS se nachází těsně před zúžením trysky. Jako procesní plyn lze u nízkotlakého zařízení použít okolní vzduch, který je do zařízení vháněn přes kompresor, jež jej stlačí na požadovaný tlak nižší než 1 MPa. U vysokotlakého zařízení je procesním plynem dusík, helium, nebo směs těchto dvou plynů, které jsou dodávány v tlakových lahvích. Zjednodušené schéma těchto dvou zařízení je znázorněno na Obr. 2. [2]

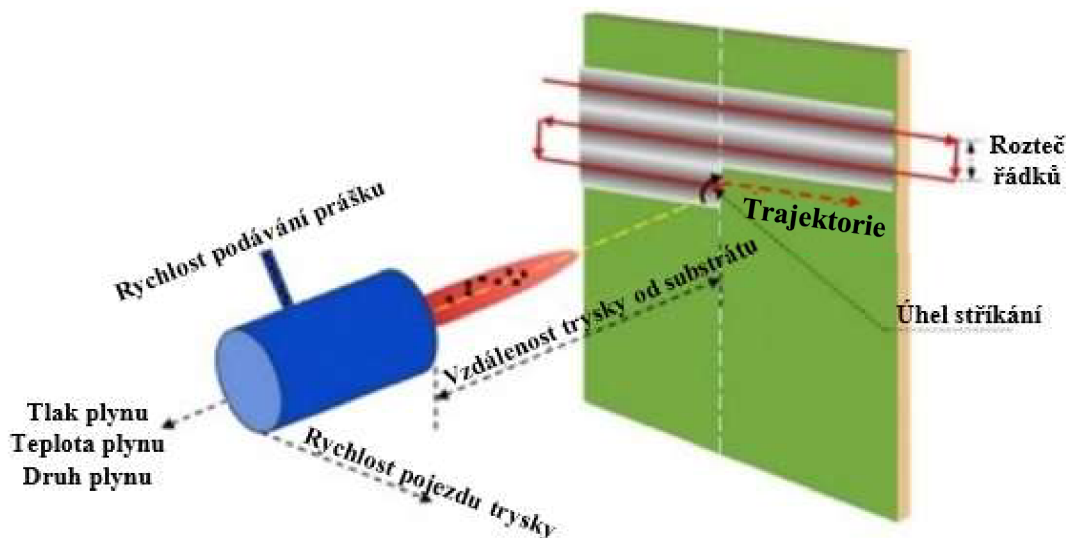


Obr. 2 a) schéma vysokotlakého zařízení CS b) schéma nízkotlakého zařízení CS [4]

Rozložení vysokotlakého zařízení CS umožňuje pracovat i při tlaku nižším než 1 MPa, stejně jako nízkotlaké zařízení, ale rozložení nízkotlakého zařízení CS neumožňuje pracovat při tlaku vyšším než 1 MPa. Hlavními výhodami nízkotlakého zařízení CS je jeho přenosnost, jelikož na vyvinutí dostatečného tlaku používá vzduchový kompresor, který je přenosný, a to že prášek je možné do ohřátého procesního plynu přidávat pod atmosférickým tlakem, jelikož je přidáván až za zúžením trysky, kdy už je tlak hnacího plynu dostatečně nízký, takže dojde k potřebnému promíchání prášku s hnacím plynem i bez zvýšení tlaku nosného plynu. Tyto dvě hlavní výhody dělají nízkotlaké zařízení CS flexibilnějším a mnohem levnějším, co se týče vybavení i provozních nákladů než vysokotlaké zařízení CS. Nízkotlaké zařízení CS je díky těmto výhodám vhodné pro renovaci poškozených nebo zničených komponent. Nízkotlaké zařízení CS však lze použít pouze na velmi omezený počet materiálů, které jsou dostatečně plastické a lze je lehce deformovat (hliník, měď), protože dokáže částice urychlit pouze na nízkou rychlost a tím jim předat podstatně méně kinetické energie než vysokotlaké zařízení CS. Proto se většinou používá vysokotlaké zařízení CS, které toto omezení nemá a lze s ním nanášet vrstvy všech běžně používaných kovových materiálů. V praxi je pravidlem, že pojem „cold spray“ označuje vysokotlaké zařízení CS a nízkotlaké zařízení je označováno jako „nízkotlaký cold spray“. [2]

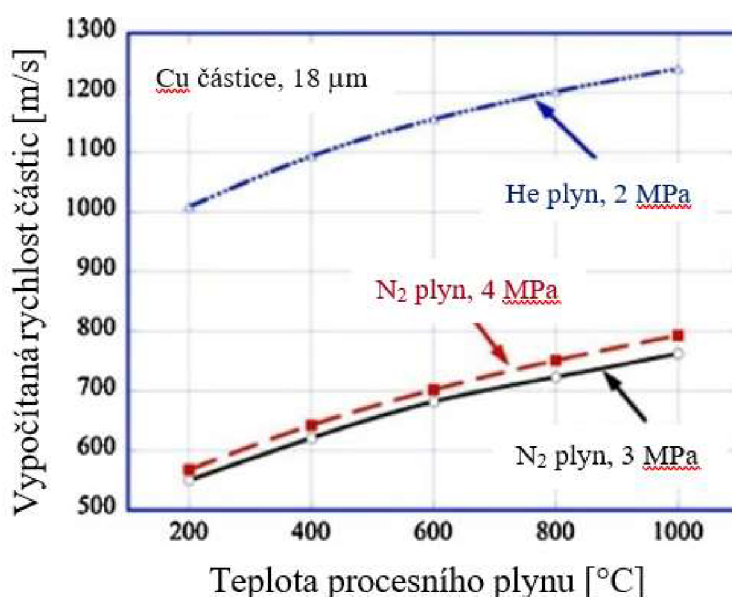
3.3 Základní procesní parametry

Základní procesní parametry lze rozdělit do tří skupin parametrů, které se odvíjí od části zařízení, kterou je lze nastavovat. Tyto skupiny jsou parametry procesního plynu, parametry podavače prášku a parametry trysky. Všechny základní parametry, které lze na zařízení CS nastavit, aby došlo k tvorbě kvalitní vrstvy jsou znázorněny na Obr. 3. [2]



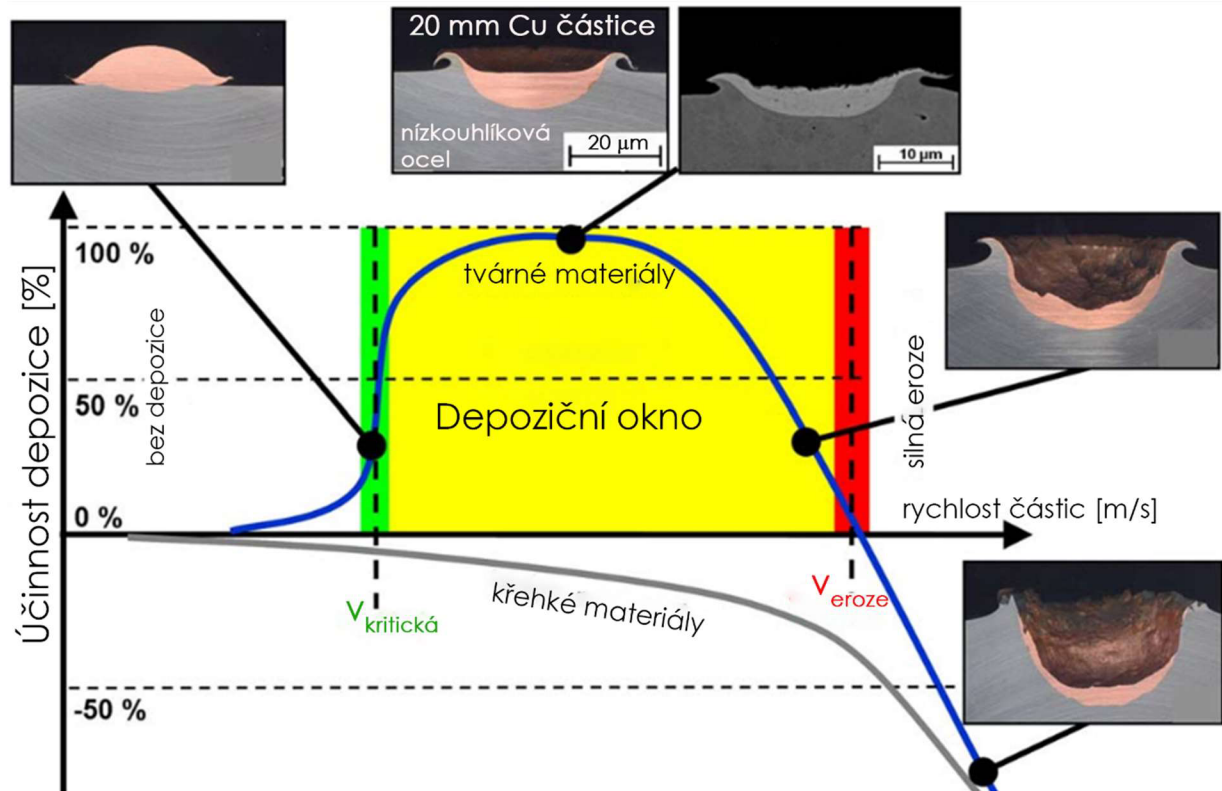
Obr. 3 Znázornění základních procesních parametrů [4]

Nejdůležitější skupinou parametrů jsou parametry procesního plynu, protože přímo ovlivňují rychlost dopadu částic na substrát a tím určují vlastnosti vytvořené vrstvy. Do této skupiny parametrů patří druh procesního plynu, je možné použít dusík, helium a vzduch, tlak procesního plynu (0,5 až 6,0 MPa) a teplota procesního plynu (25 °C až 1000 °C). Rychlost částic se zvyšuje se zvyšujícím se tlakem a teplotou a zároveň se snižující se molekulární hmotností plynu. To je znázorněno na Obr. 4, z něhož je patrné, že nejefektivnější způsob, jak zvýšit rychlost prášku je použít jako procesní plyn helium, které je však oproti dusíku výrazně dražší. Rovněž lze pozorovat, že zvýšení teploty procesního plynu má větší vliv na výslednou rychlost prášku než zvýšení tlaku plynu. [2]



Obr. 4 Závislost rychlosti částic na parametrech procesního plynu [4]

Vyšší rychlost částic prášku může obecně vést ke zlepšení vlastností vytvořené vrstvy. Především se jedná o snížení porozity, zvýšení pevnosti, soudržnosti a tvrdosti vrstvy. Těchto pozitivních vlastností lze dosáhnout pouze pokud je rychlost částic nad hodnotou tzv. kritické rychlosti. Od určité nadkritické rychlosti částic roste zbytkové napětí ve vrstvě, protože dochází k větší plastické deformaci částic a může tak docházet k odlupování vrstvy od substrátu, nebo dokonce k odražení částic prášku od povrchu substrátu a tím k silné erozi povrchu. Proto je nutné, aby bylo dosaženo optimální rychlosti částic. Rozpětí rychlosti, při které dochází k úspěšné tvorbě vrstvy se nazývá depoziční okno a je znázorněno na Obr. 5. [2; 9; 10]



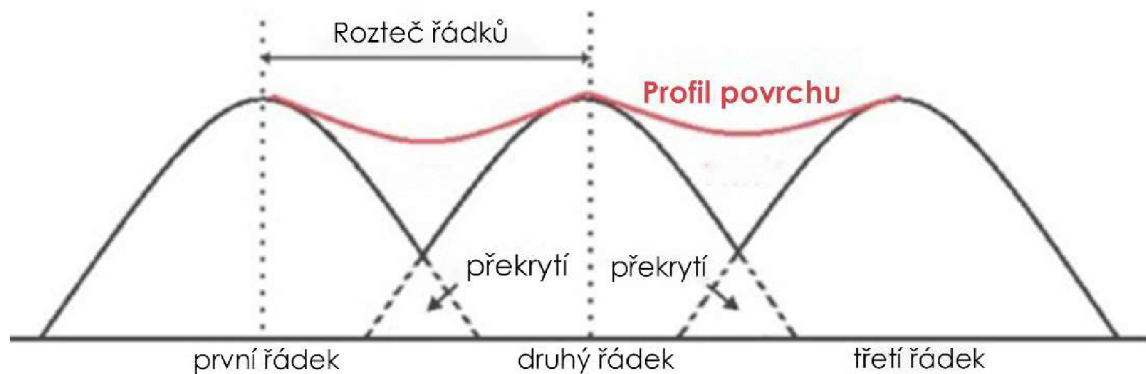
Obr. 5 Grafické znázornění pojmu depoziční okno [6]

Parametry podavače prášku zastupuje jediný parametr, který lze podavačem prášku ovlivnit, a to rychlost podávání prášku, která je definovaná jako množství prášku, které proteče tryškou za jednotku času. Tento parametr ovlivňuje vlastnosti procesu třemi způsoby. Zaprvé, ovlivňuje urychlování částic prášku procesním plynem. Pokud je do proudu procesního plynu přidáno moc velké množství prášku, pak prášek není urychlen na dostatečnou rychlost a může dojít ke zvýšení porozity vrstvy a ke snížení tvrdosti, přilnavosti, pevnosti a efektivnosti nanášení vrstvy. Obvykle se rychlost podávání prášku pohybuje mezi 10 až 30 g/s, v tomto rozmezí není patrná výrazná změna v urychlování částic prášku. Zadruhé, ovlivňuje tloušťku a profil jednovrstvého nástřiku. Čím vyšší je rychlost podávání prášku, tím tlustší a ostřejší tvar má jedna nastříkaná linka. Zatřetí, vysoká rychlost podávání prášku může vést k vysokému zbytkovému napětí, které má za následek odlamování vrstvy již během jejího nanášení. [7; 2]

Poslední skupinou jsou parametry trysky – rychlost pojezdu trysky, vzdálenost trysky od substrátu, úhel stříkání, trajektorie a rozteč řádků. Rychlost pojezdu trysky určuje tloušťku a tvar jedné vrstvy nástřiku, stejně jako rychlost podávání prášku. Tyto dva parametry musí být voleny závisle na sobě, aby společně vytvořily požadovaný tvar jedné vrstvy nástřiku. Rychlost pojezdu trysky značně ovlivňuje i mikrostrukturu a vlastnosti vrstvy. Se snižující se rychlostí pojezdu trysky roste hustota, ale klesají mechanické vlastnosti (modul pružnosti, pevnost vrstvy, adhezní pevnost). Malá rychlost pojezdu trysky rovněž způsobuje vyšší zahřívání vytvářené

vrstvy. Tento jev je způsobený vyšším počtem dopadajících částic, které uvolní více tepla při své deformaci, což vede ke zvýšení povrchového napětí. Z těchto důvodů se v praxi nepoužívá nízká rychlost pojezdu trysky pro vytvoření vysoké vrstvy, ale tato se vytváří pomocí většího množství tenkých vrstev. [2; 11]

Se zvětšující se vzdáleností trysky od substrátu se zvětšuje rozptyl proudu částic a na okrajích dochází ke snížení rychlosti částic. Pokud rychlost na okrajích proudu klesne pod kritickou hodnotu, pak nedochází k efektivní depozici. Nejčastěji se používá vzdálenost trysky od substrátu 10 až 40 mm. Úhel stříkání je úhel, který mezi sebou svírá povrch substrátu s tryskou. Optimální úhel stříkání je 90° . Čím odlišnější je úhel stříkání od 90° , tím větší je pórovitost vrstvy. Pokud je povrch základního materiálu plochý, pak se uplatňuje tzv. cik-cak trajektorie. Na složité tvary základního materiálu tuto trajektorii nelze použít a robotická hlava s tryskou musí kopírovat tvar substrátu, aby byla vytvořena homogenní vrstva. S trajektorií úzce souvisí rozteč jednotlivých řádků vrstvy, aneb vzdálenost vrcholů jednotlivých řádků od sebe. Aby byla vytvořena souvislá vrstva o relativně konstantní tloušťce, používá se překrývání jednotlivých řádků přes sebe, tak jak je znázorněno na Obr. 6. [2]



Obr. 6 Znázornění tvorby vrstvy s konstantní tloušťkou pomocí optimální rozteče řádků [4]

Kromě výše uvedených parametrů nastavení přístroje je důležitá i velikost částic nanášeného prášku. Obecně se částice větší než $100\ \mu\text{m}$ obtížně urychlují na nadkritickou rychlost, proto je výhodnější používat částice o menší velikosti. Optimální velikost pak závisí na druhu materiálu částic. Většina běžně používaných materiálů (Cu, Ni, Ti, Fe...) má velikost částic mezi 20 a $60\ \mu\text{m}$, výjimkou jsou hliník a zinek, u kterých se běžně používá velikost částic prášku až $100\ \mu\text{m}$. Spodní hranice velikosti částic prášku není tak limitující jako horní hranice velikosti částic a je možné nanášet vrstvy i z prášku s velikostí částic menší než $20\ \mu\text{m}$. [6]

Pro dobrou přilnavost vytvořené vrstvy k základnímu materiálu je nutné povrch aktivovat odstraněním všech nečistot a oxidů z povrchu. Povrch před použitím metody CS se zpravidla pískuje nebo brousí případně i leští. Konkrétní použitá technologie zpracování povrchu před nástřikem musí být volena s ohledem na požadavky konkrétní kombinace základního materiálu a prášku. Některé kombinace materiálů vykazují lepší spojení při vyšší drsnosti povrchu substrátu, kdy dojde k deformaci částic okolo nerovností a vznikne mechanické spojení vrstvy s podkladovým materiálem. Ve speciálních případech lze k dosažení ještě lepšího mechanického spojení vrstvy se substrátem použít laser nebo elektronový paprsek k vytvoření velmi jemné textury na povrchu substrátu. To však neplatí pro všechny kombinace materiálů, některé materiály naopak vyžadují vyleštěný povrch ke vzniku pevného rozhraní. [6]

3.4 Klady a zápory metody CS

Převážná většina výhod metody CS se odvíjí od používání teplot nižších, než je teplota tavení použitých materiálů, což je odlišné od všech ostatních konvenčních metod nanášení vrstev. Výhody metody CS podle [7; 12] jsou následující:

- vyhnutí se oxidaci vrstvy a vzniku nežádoucích fází;
- zachování výchozích vlastností práškového materiálu;
- indukování nízkých zbytkových napětí, která jsou tlaková, takže zvyšují únavovou životnost vlastní vrstvy;
- dobrá tepelná a elektrická vodivost, díky absenci oxidace a vysoké hustotě vrstev;
- vysoká tvrdost a pevnost výsledné vrstvy;
- lze nanášet i povlaky z tepelně citlivých materiálů;
- je možné použít velmi jemné prášky s velikostí částic menší než 5 μm ;
- možnost spojovat i dva velmi odlišné materiály;
- jednoduchá příprava povrchu substrátu pískováním, broušením nebo leštěním;
- možnost zachycení a opětovného použití nedeponovaného prášku, což vede téměř ke 100% využití materiálu;
- minimální zahřívání substrátu, takže nemůže docházet k jeho mikrostrukturním změnám;
- zvýšení provozní bezpečnosti a ekologie výroby.

Výše uvedené výhody jsou motivací pro další vývoj metody CS a její následné využití při výrobě a renovacích široké škály průmyslových dílů. Například lopatek turbín, pístů, válců, ventilů, částí čerpadel, objímek, hřídelů a těsnění pro různá použití. Případně pro tvorbu povlaků zvyšujících odolnost proti opotřebení, odolnost proti korozi, elektromagnetickou a tepelnou vodivost atd. [7; 12]

Na druhé straně má tato metoda následující nevýhody:

- téměř vyčerpaná plasticita naneseného materiálu, zvýšená křehkost nanesené vrstvy;
- rozsah materiálů omezený pouze na houževnaté materiály, zatím není možné touto metodou vytvářet keramické vrstvy;
- značné mechanické zatížení substrátu, substrát musí mít určitou minimální tloušťku a tvrdost, aby se během nanášení vrstvy nedeformoval;
- vysoká spotřeba dusíku a helia, od čehož se odvíjí vysoká cena procesu;
- pro vytvoření vrstvy na vnitřních plochách, musí být průměr dostatečně velký na to, aby tam bylo možné manipulovat s „tryskou“ CS zařízení, která navíc musí mít speciální, zahnutý tvar, aby bylo možné vytvořit kvalitní vrstvu;
- zatím neexistují normy pro tuto technologii. [12]

Jelikož se jedná o relativně mladou technologii, tak se některé z výše uvedených nevýhod v budoucnu ještě mohou eliminovat podrobnějším výzkumem a vývojem této metody. Některé z těchto nevýhod lze dokonce už i dnes eliminovat, například vyčerpanou plasticitu vrstvy, lze konkrétně u hliníku vyřešit žiháním na 270 °C, kdy dojde k rekrytalizaci a obnovení plasticity vrstvy. Je velmi pravděpodobné, že rekrytalizační žihání obnoví plasticitu i u dalších kovových vrstev. [12]

3.5 Nanášení slitin Ni, důvody, vlastnosti

Povlaky z niklových slitin se v praxi používají pro jejich velmi výhodné vlastnosti, které dodají podstatně levnějším a méně odolnějším materiálům. Niklové povlaky se využívají pro zlepšení chemické a mechanické odolnosti povrchu nebo i jako alternativa k nahrazení objemového materiálu při opravách a renovacích součástí s již existujícím niklovým povlakem. Vylepšením chemické odolnosti se myslí zvýšení korozivzdornosti a žáruvzdornosti. Mechanická odolnost zase představuje ochranu proti ořezu a erozi povrchu. Používání metody CS je atraktivní pro slitiny Ni především pro opravy a renovace již existujících komponent z těchto slitin. Jelikož koupit novou niklovou součást by bylo daleko dražší než ji opravit pomocí metody CS. Pro opravu a renovaci dílů již existuje mnoho studií, např. [13], [14], [15], které se zabývají optimalizováním procesních parametrů tak, aby opravená část měla správnou hustotu, co nejmenší pórovitost a dobrou adhezi k opravovanému povrchu. [16]

Při tvorbě niklových povlaků konvenčními vysokoteplotními metodami vzniká ve vrstvě velké množství oxidů a pórů, které snižují korozní odolnost a mechanické vlastnosti vrstev. Tyto problémy jsou při použití metody CS k tvorbě povlaku omezeny na minimum, proto takto vytvořené vrstvy vykazují daleko lepší vlastnosti než vrstvy vytvořené konvenčními metodami. [17]

Níže popisované vlastnosti niklových slitin nanesených metodou CS za různých podmínek jsou všechny uvedeny v následujících zdrojích [16], [18], [19].

V Tab. 1 jsou uvedeny vybrané základní informace o použitých prášcích, substrátech a procesních parametrech, které byly použity v jednotlivých studiích, ve kterých jsou popsány vlastnosti nástřiků niklových slitin.

Tab. 1 Základní parametry prášků a procesní parametry CS použité v uvedených zdrojích.

Zdroj	Prášek	Substrát	Procesní plyn	Tlak plynu [bar]	Teplota plynu [°C]	Vzdálenost trysky od substrátu [mm]	Velikost prášku [μm]
[16]	IN625	AISI4130	Helium	38	600	25,4	5–25
[16]	NiCr	AISI4130	Helium	38	600	25,4	5–25
[18]	Ni	Uhlíková ocel	Dusík	28	500	23	10–45
[18]	Ni + 30 % Cu	Uhlíková ocel	Dusík	30	525	23	16–38
[19]	IN718	IN718	Dusík	30; 50; 70	600; 800; 1000	30	15–35
[19]	IN718	IN718	Helium	30	1000	30	15–35

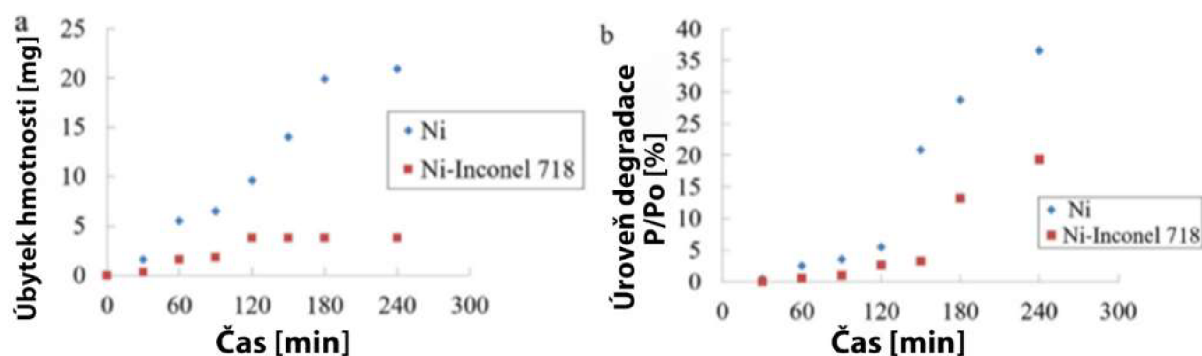
Základní vlastností nástřiku, od které se odvíjí všechny ostatní vlastnosti vrstvy, je pórovitost. Ta ovlivňuje korozivzdornost, jak bylo prokázáno v článku [18]. Kdy při korozních testech ve slané vodě a mlze bylo ukázáno, že pokud v nástřiku existují oblasti s větší pórovitostí, pak na nich snadněji probíhá koroze a povlak neplní svůj účel. Nejrizikovější místa k tvorbě pórů jsou na hranicích částic prášku, kde nedošlo k úplnému spojení. Na druhé straně tyto testy prokázaly, že pokud je vytvořena vrstva s pórovitostí maximálně 0,2 %, pak lze niklové slitiny nanesené metodou CS použít jako korozivzdorné povlaky.

Porozita rovněž přímo ovlivňuje mechanické vlastnosti vrstvy, zejména napěťové a únavové. Aby byly tyto vlastnosti přijatelné, je nutné dosáhnout pórovitosti nepřesahující 0,2 % a nejlépe ještě provést tepelné zpracování. Vliv tepelného zpracování na výsledné mechanické vlastnosti je popsán v Tab. 2. Z tabulky je patrné, že napěťové charakteristiky se výrazně zvýší po tepelném zpracování, které bylo konkrétně v tomto případě ohřev na 990 °C, výdrž 4 h a poté ochlazení na vzduchu. Markantní rozdíl v hodnotách mechanických vlastností mezi nástřikem provedeným pomocí dusíku a pomocí helia je způsoben tím, že s použitím helia vznikl nástřik s porozitou 0,1 %, zatímco při použití dusíku byla nejlepší porozita 0,2 %. Hodnoty dosažené při použití helia a následného tepelného zpracování, jsou natolik dobré, že by tento způsob nanášení šel využít pro opravy součástí v leteckém průmyslu. Poslední zkoumanou vlastností v těchto studiích byla tvrdost, která se ve všech případech pohybuje mezi 400 až 550 HV. [18; 19]

Tab. 2 Mechanické vlastnosti vrstvy IN718 nanesené metodou CS za různých podmínek na substrát tvořený rovněž slitinou IN718 [19]

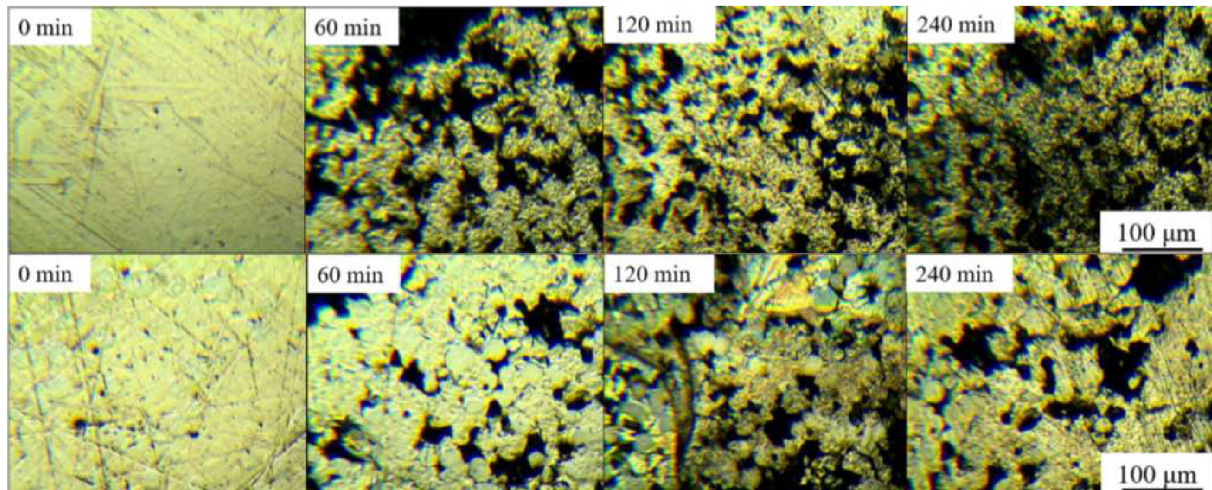
Podmínky	Mez pevnosti [MPa]	Prodloužení [%]	Youngův modul [GPa]	Adhezní pevnost [MPa]
Dusík – po nanesení	611	0,48	130	133
Dusík – tepelně zpracováno	1160	2,94	153	600
Helium – po nanesení	1168	0,58	201	400
Helium – tepelně zpracováno	1272	9,64	206	900
Substrát	1240	12	211	—

V případě použití niklových povlaků pro ochranu proti kavitační erozi je výhodné vytvořit kompozitní vrstvu složenou z prášku čistého niklu a Inconelu 718 v poměru 1:1. Tato kombinace je výhodná především s ohledem na cenu vytvořené vrstvy. Kvalitní vrstva IN718 potřebuje jako procesní plyn helium (viz. Tab. 2), které je drahé, zatímco pro vytvoření kvalitní kompozitní vrstvy postačuje jako procesní plyn dusík, který je výrazně levnější než helium. Oproti vrstvě z čistého niklu, kterou lze vyrobit rovněž za pomoci dusíku a použít pro ochranu proti kavitační erozi, dosahuje kompozitní vrstva lepších výsledků při kavitačním testu. Zejména nižšího úbytku hmotnosti a nižší úrovně degradace, jak je patrné z Obr. 7. Z těchto obrázků lze vyčíst, že rozdíl mezi úbytky hmotnosti je mezi zkoumanými vzorky daleko větší než rozdíl v úrovni degradace těchto vzorků. To je pravděpodobně známkou toho, že u kompozitní vrstvy probíhá kavitace převážně na povrchu a nezasahuje tak hluboko jako u vrstvy z čistého niklu. [20]



Obr. 7 Výsledky kavitačního testu vrstvy čistého niklu a kompozitu Ni+IN718 a) úbytek hmotnosti b) úroveň degradace [20]

Na zkoušeném povrchu byla pomocí obrazové analýzy zjištěna celková erodovaná plocha (P) v časových intervalech po třiceti minutách během kavitačního testu. Tato plocha byla následně podělena celkovou plochou sondy (P_0), která má průměr 16 mm, tento podíl značí úroveň degradace v jednotlivých časových úsecích. Na Obr. 8 je zaznamenán povrch zkoušených vzorků na začátku a v průběhu kavitačního testu po 60, 120 a 240 minutách. Vrchní řada obrázků je vzorek s vrstvou čistého niklu a spodní řada je vzorek s kompozitní vrstvou. Lze pozorovat, že vrstva čistého niklu má daleko větší erodované oblasti než kompozitní vrstva, což odpovídá zjištěným hodnotám úbytku hmotnosti a úrovně degradace. [20]



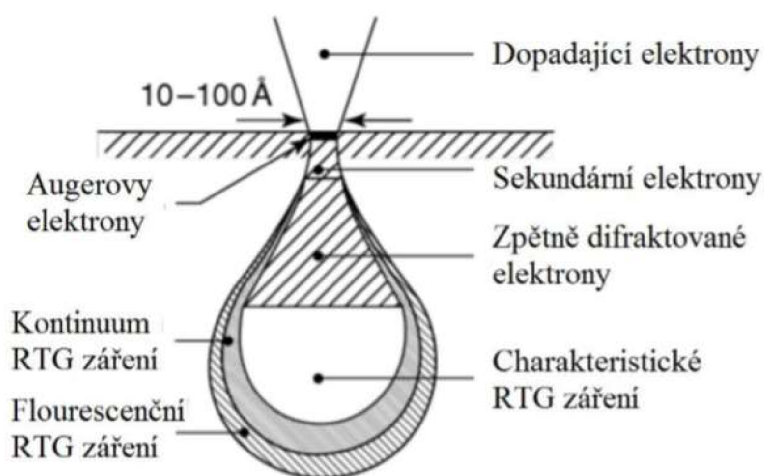
Obr. 8 Povrch vzorků vrstvy čistého niklu (nahore) a kompozitní vrstvy Ni+IN718 (dole) před a v průběhu kavitačního testu. [20]

Pro použití těchto kompozitních vrstev pro ochranu proti kavitační erozi v praxi je třeba optimalizovat distribuci velikosti částic prášků tak, aby účinnost depozice prášku IN718 byla vyšší než prozatímních 40 až 50 %. Pak tyto vrstvy mohou nabídnout odolnější ochranné vrstvy, než jsou vrstvy z čistého niklu a zároveň cenově výhodnější ochranné vrstvy, než jsou vrstvy z čistého IN718. [20]

4 Přetavování povrchových vrstev elektronovým paprskem

4.1 Elektronový paprsek (EB)

Elektronovým paprskem se rozumí úzký proud elektronů, které se pohybují vysokou rychlostí a stejným směrem. Díky tomu, že elektrony jsou záporně nabitě částice, lze elektronový paprsek urychlovat a vychylovat pomocí změny vnějšího elektromagnetického pole. Kinetická energie urychlených elektronů se po dopadu na povrch materiálu z velké části přemění na teplo, čímž dochází k ohřevu materiálu. Na Obr. 9 je znázorněn interakční objem, ve kterém elektrony reagují s hmotou materiálu, přičemž vznikají signály specifické pro každou oblast pod povrchem materiálu. [21]

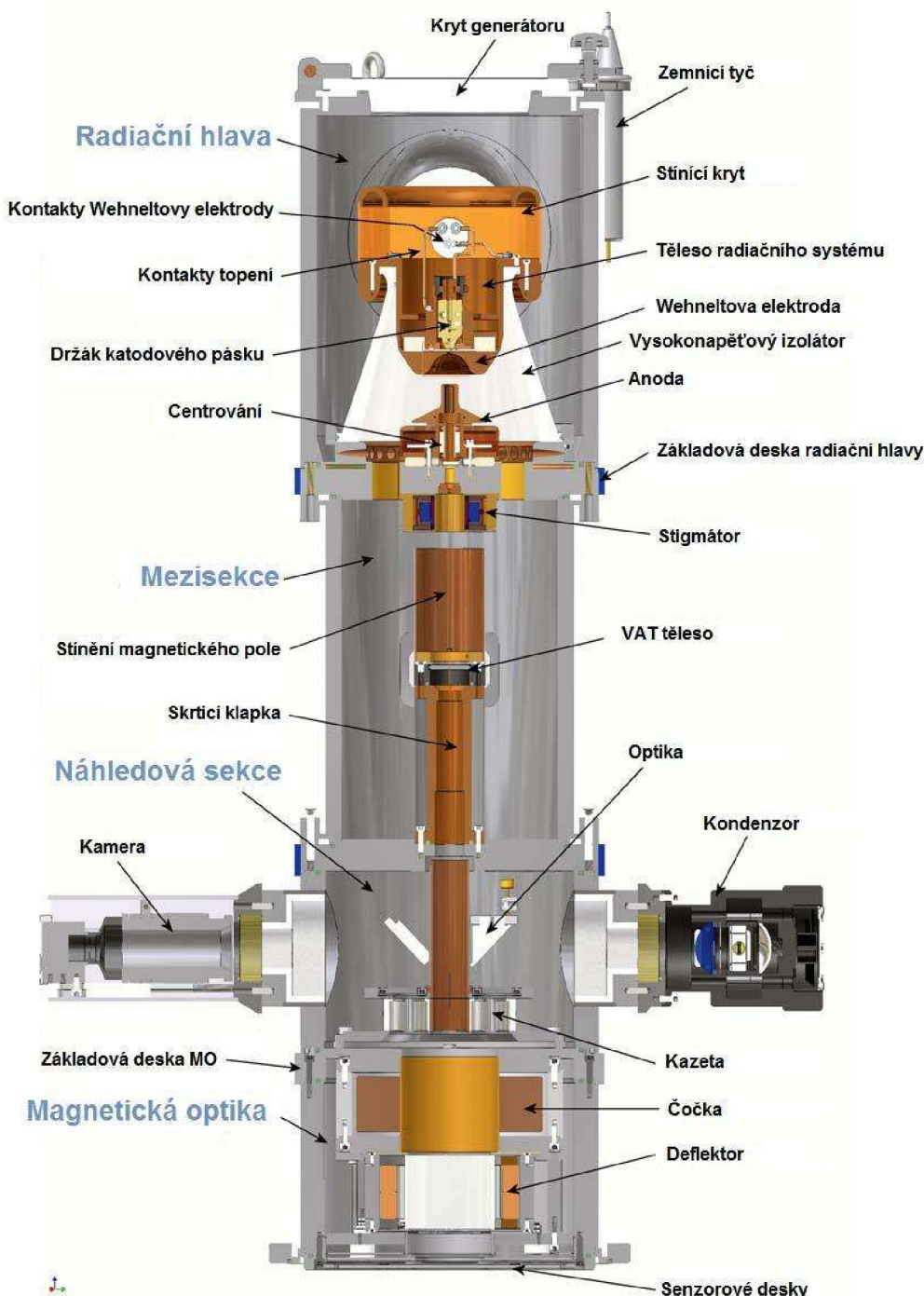


Obr. 9 Interakční objem [4]

4.2 Konstrukce zařízení

Zařízení elektronového paprsku se skládá z mnoha částí, asi nejdůležitější z nich je generátor elektronového paprsku, který je znázorněný na Obr. 10, a jeho hlavní části jsou popsány pod obrázkem. Další komponenty zařízení jsou následující:

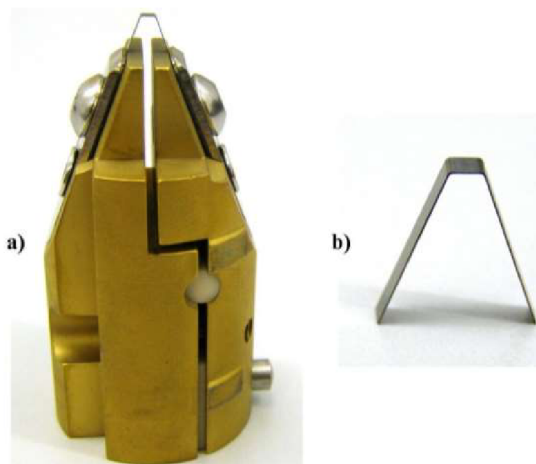
- vakuová komora, do které se umísťuje zpracovávaná součást nebo vzorek;
- vakuový systém, je soustava vývěv, tvořících vysoké vakuum (10^{-3} až 10^{-6} mbar) ve vakuové komoře a v generátoru elektronového paprsku. Vysoké vakuum je v obou těchto částech zapotřebí, aby nedocházelo k rozptylu elektronového paprsku vlivem srážek s molekulami plynu;
- generátor vysokého napětí, který vytváří vysoké napětí, pro práci generátoru elektronového paprsku, z nízkého napětí v rozvodné síti;
- chladič systém, jenž chladí zařízení, která pracují s vysokým napětím;
- řídicí a ovládací systém, jímž je řízen a kontrolován celý proces;
- bezpečnostní systém, jež zabráňuje úniku radiace během procesu a celkově zajišťuje bezpečný chod přístroje. [5; 22]



Obr. 10 Generátor elektronového paprsku [15]

Jednou z velmi důležitých částí generátoru elektronového paprsku je zdroj elektronů. Zdroj elektronů je katoda, z níž jsou emitovány elektrony do okolí buď autoemisí nebo termoemisí. Aby mohlo docházet k uvolňování elektronů, pak musí být katoda tvořena tělesem s velmi úzkým hrotem, nebo ohnutým drátkem či páskem. Jako materiál katody je výhodné použít wolfram, nebo hexaborid lanthanu (LaB_6), protože mají nízkou výstupní práci elektronů a vysokou teplotu tání. Při autoemisí jsou elektrony z katody uvolňovány působením silného elektrického pole. Značnou nevýhodou autoemisních zdrojů představuje fakt, že pro jejich fungování vyžadují ultra vysoké vakuum (10^{-5} až 10^{-10} Pa), aby nedošlo ke zničení hrotu vlivem narážení iontů plynů do hrotu, který musí mít průměr několik desetin mikrometrů. Autoemisní zdroje rovněž obtížněji dosahují vysokého výkonu. Z těchto dvou důvodů jsou autoemisní zdroje

elektronů vhodné spíše pro elektronové mikroskopy. U termoemisních zdrojů elektronů dochází k uvolňování elektronů pomocí zahřátí katody na velmi vysokou teplotu (pro wolfram 2200 až 2700 °C, pro LaB₆ 1100 až 1700 °C), není zde přítomno vnější elektrostatické pole. Termoemisní zdroj lépe dosahuje vysokého celkového výkonu, takže je vhodnější pro použití v zařízení pro přetavování či svařování elektronovým paprskem. [23; 4]



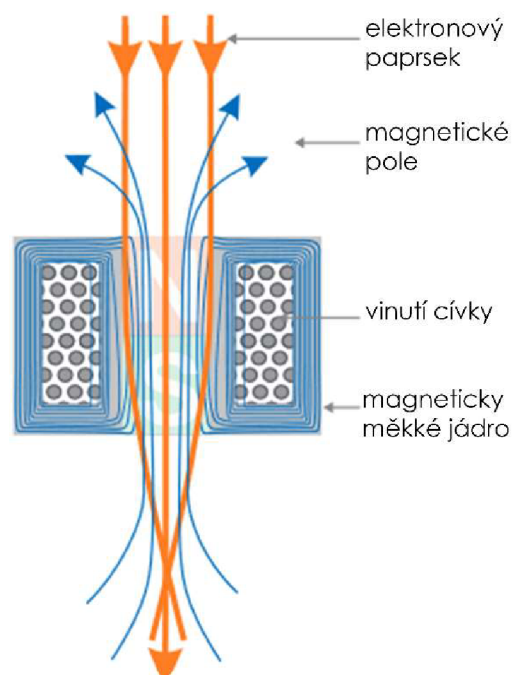
Obr. 11 a) termoemisní zdroj elektronů b) vyměnitelný wolframový pásek [15]

K modifikaci tvaru a řízení trajektorie elektronového paprsku slouží tzv. elektronová optika. Soustava cívek, která společně vytváří elektromagnetické pole uvnitř generátoru elektronového paprsku. Ve spodní části generátoru elektronového paprsku v části označené jako magnetická optika na Obr. 10 je umístěna válcová cívka, rovněž nazývaná magnetická čočka (Obr. 12). Ta má za úkol usměrnit emitované elektrony do úzkého paprsku a tím zvýšit jeho hustotu energie na požadované rozmezí 10^6 až 10^7 W · cm⁻². Magnetické pole vyvolané průchodem elektrického proudu přes cívku působí na prolétající elektrony tzv. Lorentzovou silou (F_L), čímž upravuje ohniskovou vzdálenost paprsku. Velikost Lorentzovy síly lze dynamicky měnit změnou elektrického proudu. Pro kompenzaci optických vad se používají centrovací cívka a stigmátor. Ty jsou umístěny pod zdrojem elektronů. Centrovací cívka zabráňuje vychýlení paprsku a stigmátor zajišťuje, aby měl paprsek symetrický průměr. [4; 24; 25]

$$\vec{F}_L = q\vec{E} + q\vec{v} \times \vec{B} \quad [N] \quad (1)$$

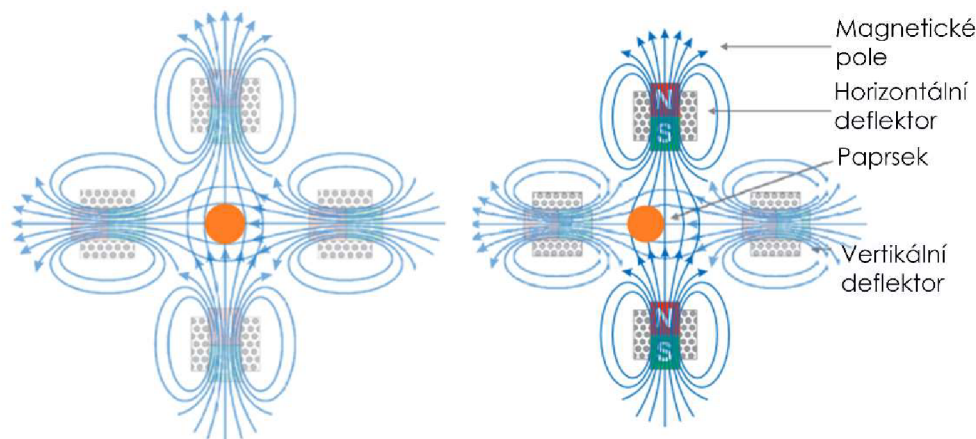
Kde:

q [C]	velikost náboje
E [N · C ⁻¹]	intenzita elektrického pole
v [m · s ⁻¹]	rychlost elektronu
B [T]	velikost magnetické indukce



Obr. 12 Magnetická čočka [24]

Pro řízení trajektorie elektronového svazku po vzorku se využívá deflektor. To je soustava dvou párů cívek, které jsou vůči sobě posunuty o 90 stupňů (Obr. 13). Takto postavené cívky mezi sebou vytváří magnetické pole, jehož změnou skrze změnu elektrického proudu protékajícího cívkami, lze s paprskem pohybovat v libovolném směru. Díky tomu, že pohyb paprsku není nijak mechanický lze s paprskem pohybovat velmi rychle s dynamickými změnami směru. Toho lze využít, pokud je nutné přetavit či svařit součásti se složitým tvarem. [24]

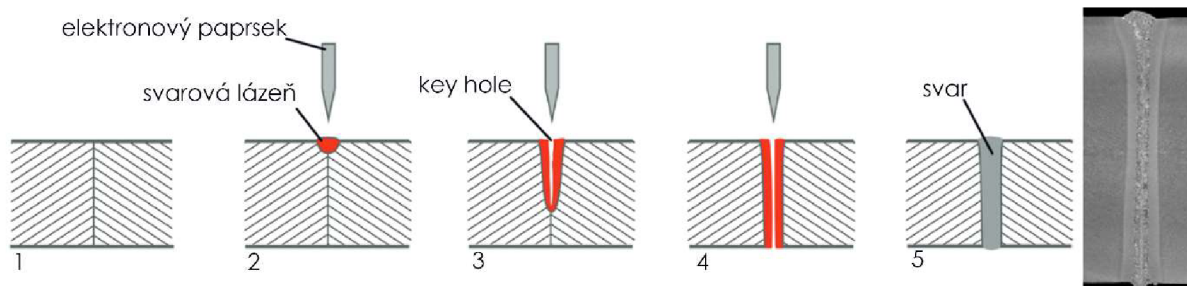


Obr. 13 Grafické znázornění funkce deflektoru [24]

4.3 Možné aplikace elektronového paprsku

4.3.1 Svařování

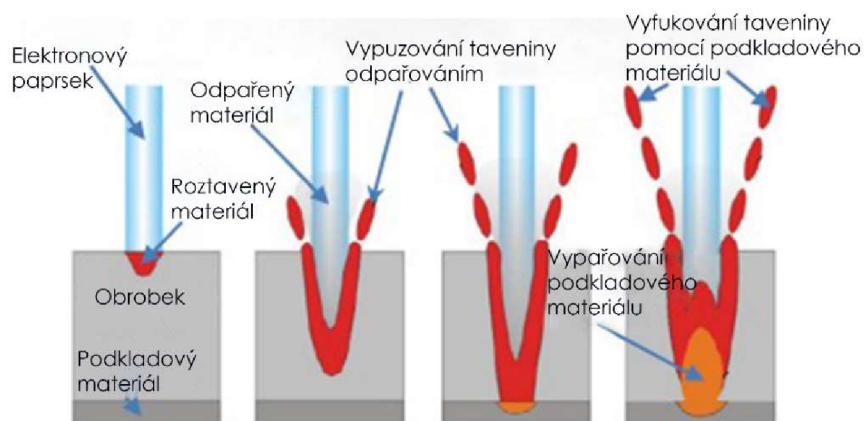
Nejstarší a nejvíce rozšířená aplikace elektronového paprsku je v elektronových mikroskopech. Tato kapitola se však nezabývá využitím elektronového paprsku pro zobrazování, proto elektronovou mikroskopii nezahrnuje. Druhou nejvíce rozšířenou aplikací je svařování elektronovým paprskem. Jednou z hlavních výhod svařování elektronovým paprskem oproti ostatním metodám svařování je jeho použití pro širokou škálu materiálů a materiálových kombinací, včetně materiálů, které lze elektrickým obloukem svařit buď omezeně, nebo vůbec. Navíc umožňuje vytvoření velmi hlubokých, ale zároveň úzkých svarů s malou tepelně ovlivněnou zónou (HAZ). Samotné elektrony sice pronikají do hloubky méně než 0,1 mm, ale jev zvaný efekt hluboké penetrace umožňuje vytvoření svarů hlubokých až několik centimetrů při jednom průchodu paprsku a při poměru šířky k hloubce 1:30. Při efektu hluboké penetrace dochází k zahřátí kovu elektronovým paprskem natolik, že dojde k roztavení kovu. Ve středu svarové lázně se kov odpaří a vznikne tzv. key hole (klíčová dírka), která je vytvořena tlakem par a umožňuje elektronovému paprsku proniknout do větší hloubky. Efekt hluboké penetrace je na Obr. 14. Hloubka svaru rovněž závisí na druhu svařovaného materiálu. Jelikož se u svařování elektronovým paprskem často nepoužívá přídavný materiál, tak nelze kompenzovat odpařování legujících prvků. Na druhou stranu, svarová lázeň má tak malý objem, že tento vliv na chemické složení svaru lze velmi často zanedbat. [24]



Obr. 14 Grafické znázornění efektu hluboké penetrace [24]

4.3.2 Vrtání

Vrtání elektronovým paprskem se od svařování liší pouze tím, že vrtaná součást je uchycena na podkladovém materiálu, který v kontaktu s elektronovým paprskem začne uvolňovat značné množství plynu. Tím vytlačí roztavený materiál ven a po odstranění paprsku tak vznikne díra. Tento proces je uveden na Obr. 15. [26]



Obr. 15 Grafické znázornění postupu vrtání elektronovým paprskem [26]

Díry vyvrtané elektronovým paprskem mají průměr 0,06 až 1,1 mm a lze je vytvářet do všech kovových materiálů, včetně titanu a dalších obtížně zpracovatelných materiálů. Maximální tloušťka plechu, do kterého lze díry vyrobit, je 6 mm. Tato metoda je vhodná pro výrobu filtrů a sít, kde je zapotřebí vytvořit velké množství velmi malých děr. Takto vyrobené filtry mají výrazně vyšší mechanické vlastnosti než filtry vyrobené z vláken. Touto metodou lze vyrobit až 3000 děr za sekundu. Protože celý proces probíhá ve vakuu, je ekonomicky výhodné vyrábět součásti, které mají více než 10 000 děr. Vlastní proces tvorby děr je velice rychlý (v řádu sekund), zpomaluje ho však nutné vakuování pracovní komory po vložení výrobku. Tuto metodu lze použít i pro zvláštní aplikace, například vytváření děr šikmo k vrtanému povrchu, nebo díky přesnému řízení paprsku vytvářet otvory složitých tvarů. [22; 26; 27]

4.3.3 Tepelné zpracování povrchu

Jedná se převážně o kalení povrchových vrstev. Hlavní výhody tepelného zpracování elektronovým paprskem jsou, velmi rychlý ohřev povrchu, nepřítomnost deformace a oxidické vrstvy, lze ohřát pouze přesně definovanou část povrchu součásti, u které má dojít k tepelnému zpracování tak, aby nedošlo k jejímu natavení. Tyto výhody zajišťují, že součást nemusí být dále opracovávána, proto může být tento způsob tepelného zpracování posledním krokem zpracování před dodáním výrobku zákazníkovi. Protože celý proces probíhá ve vakuu, není možné použít jakékoliv chladicí prostředí. Ochlazování probíhá v důsledku velmi dobré tepelné vodivosti kovu, kdy je teplo z tenké povrchové vrstvy rychle odvedeno do vnitřního, chladného objemu součásti. Tento jev se nazývá samokalení a lze jím dosáhnout hodnoty tvrdosti kolem 650 HV10 nebo 53 HRC. Maximální hloubka kalení je silně závislá na materiálu kalené součásti. U vysoce legovaných součástí se hloubka prokalení pohybuje okolo 0,5 až 1 mm a pro nelegované a nízko legované oceli je hloubka prokalení cca 1,5 mm. Z tohoto principu ochlazování vyplývá, že nelze tepelně zpracovávat celou součást, ale pouze její povrch. Aby bylo tepelné zpracování účinné, musí mít součást dostatečnou tloušťku stěny, aby bylo teplo z povrchu rychle odvedeno do objemu chladného materiálu a zpracovávaná plocha musí být dobře přístupná pro elektronový paprsek. V případě kalení ještě musí být materiál kalitelný, například uhlíkové oceli musí mít minimálně 0,3 % C, aby došlo k tvorbě dostatečného množství martenitu. Tento proces je vhodný pro součásti, které vyžadují vysokou ořezavost, tedy pro součásti dopravních prostředků, například pro vačkové jednotky (Obr. 16). [24; 27]



Obr. 16 Příklad vačkových jednotek, jejichž povrch lze povrchově kalit elektronovým paprskem [27]

4.3.4 Přetavování

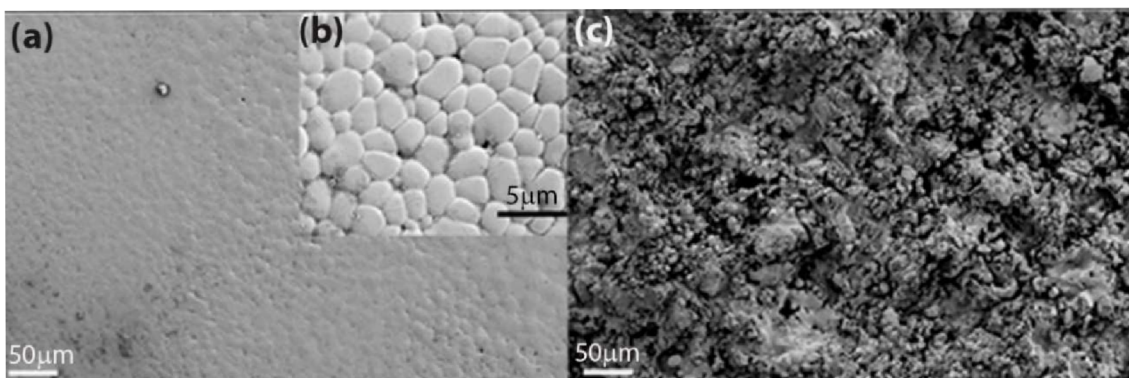
Přetavování je další způsob tepelného zpracování povrchu součásti a od procesů zmiňovaných v kapitole 4.3.3 se liší tím, že povrchová vrstva je ohřata nad teplotu tavení daného materiálu, čímž dojde k natavení povrchu do jisté hloubky. K ochlazení dochází stejným způsobem jako při tepelném zpracování. Rychlé ochlazení taveniny vede k tvorbě jemnozrnné vrstvy, která má za následek zvýšení tvrdosti a v některých případech i zvýšení odolnosti proti některým druhům koroze. Při přetavení rovněž dochází ke snížení pórovitosti materiálů, čehož se využívá při přetavování slitutých materiálů, žárových nástřiků nebo i vrstev vytvořených metodou CS. Ke snížení pórovitosti dochází díky rychle se pohybující tavné lázni v okolí key hole a díky tomu, že přetavování probíhá ve vakuu. Odstranění pórovitosti vede ke zvýšení mechanických vlastností a korozivzdornosti nástřiků. Elektronovým paprskem lze přetavovat i kovy a slitiny s vysokou teplotou tání a vysokou reaktivitou s atmosférickými plyny, jelikož proces probíhá ve vakuu a elektronový paprsek má vysoký příkon. Mezi tyto kovy patří například hořčík, titan, wolfram, platina a další. Pokud jsou před přetavením nanесeny na povrch součásti legující prvky, pak při následném přetavení vzniknou na povrchu požadované slitiny či fáze. Legující prvky lze rovněž přidat do vrstvy za pomoci drátku, který je pomocí podavače rozpouštěn přímo v roztavené vrstvě. Legující prvky přináší zlepšení vlastností výsledného povrchu. [22; 24; 25]

4.4 Vliv přetavení elektronovým paprskem na vlastnosti vrstev

Technologie CS vytváří vrstvy s vysokou drsností povrchu. V případě niklových superslitin jako je Inconel 718 takto vytvořené vrstvy nemají dostatečně nízkou pórovitost nutnou k zachování korozivzdornosti a dobrých mechanických vlastností vrstvy. Slitina IN718 je korozivzdorná a má vcelku dobré mechanické vlastnosti, pokud je její pórovitost nižší než 0,2 % (jak je uvedeno v kapitole 3.5). Jedním z možných způsobů, jak snížit pórovitost, nejen niklových vrstev, nanесených metodou CS je přetavení elektronovým paprskem. [18; 19]

Příklad úspěšného snížení pórovitosti vrstvy po přetavení elektronovým paprskem je uveden v článku [28]. Zde je pomocí plazmatu nanесena na korozivzdornou ocel vrstva ZrO_2 o průměrné tloušťce 300 μm . Následně tato vrstva byla přetavena elektronovým paprskem za účelem snížení porozity a tím vylepšení mechanických a korozních vlastností. Před přetavením elektronovým paprskem byla naměřena porozita vrstvy 20,77 %. Přetavením byla porozita výrazně snížena na pouhých 0,83 %. To znamená, že přetavení elektronovým paprskem zapříčinilo výrazné snížení pórovitosti vrstvy o 19,94 %. Po přetavení se rovněž výrazně snížila i drsnost povrchu vrstvy, jak je patrné z Obr. 17, kdy se hodnota drsnosti povrchu R_a z hodnoty 2,29 μm

po přetavení snížila na $0,27\ \mu\text{m}$. Takto výrazné snížení drsnosti povrchu je zapříčiněno eliminací pórů, mikrotrhlin a vyčnívajících částic prášku na povrchu vzorku. Snížení drsnosti povrchu zvyšuje odolnost proti mechanickému opotřebení a odolnost proti oxidaci za vyšších teplot, díky lepšímu rozvedení tepla po povrchu vzorku během ohřevu.



Obr. 17 (a) povrch po přetavení (b) povrch po přetavení s větším zvětšením (c) povrch po nastříkání [28]

5 Použitý materiál a metody

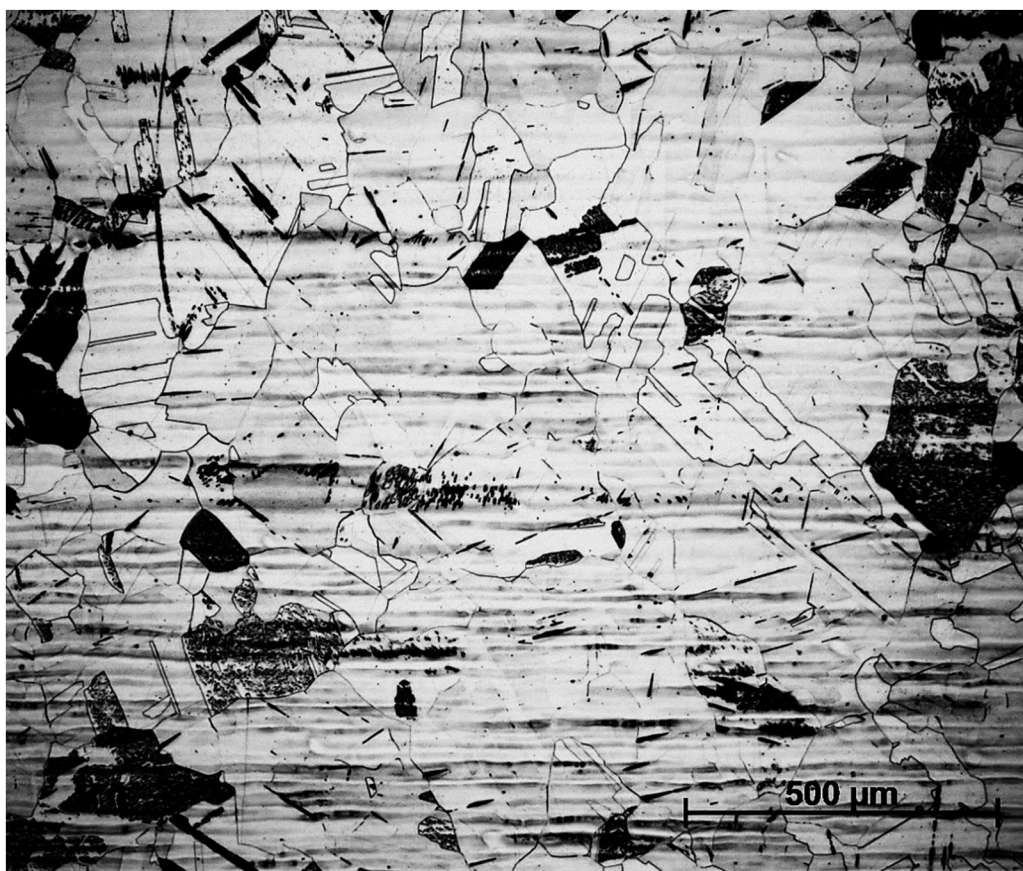
5.1 Základní materiál (substrát)

Korozivzdorná austenitická ocel AISI 304 (1.4301; X5CrNi 18-10)

Uvedená ocel byla dodána ve tvaru tyče o rozměrech 60×10×1000 mm, ze které byly odřezány vzorky o rozměrech 40×10×60 mm na řezače Discotom 2 od firmy Struers. Na dodané tyči byl proveden kontrolní rozbor chemického složení, jehož výsledky jsou uvedeny v Tab. 3. Původní tvrdost tyčového materiálu byla na povrchu 203 HV10 a ve středu 175 HV10. Pro vyrovnání takto velkého rozdílu tvrdosti mezi povrchem a středem tyče, bylo použito rozpouštěcí žihání. Rozpouštěcí žihání se skládalo z ohřevu na 1 100 °C, výdrže 2 hodiny a ochlazení, které probíhalo nejdříve na vzduchu a následně pokračovalo ve vodě. Výsledná tvrdost tyčového materiálu po žihání je na povrchu 148 HV10 a ve středu 146 HV10. Mikrostruktura základního materiálu po tepelném zpracování je tvořena austenitickými zrny, s typickými dvojčaty. Tato mikrostruktura je uvedena na Obr. 18.

Tab. 3 Chemické složení dodané tyče z oceli AISI 304 [hm %]

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
0,01	1,46	0,37	0,028	0,005	17,8	7,7	0,34
V	W	Cu	Al	Ti	Co	Nb	Fe
0,15	0,05	0,48	0,002	0,01	0,15	0,02	Zb.

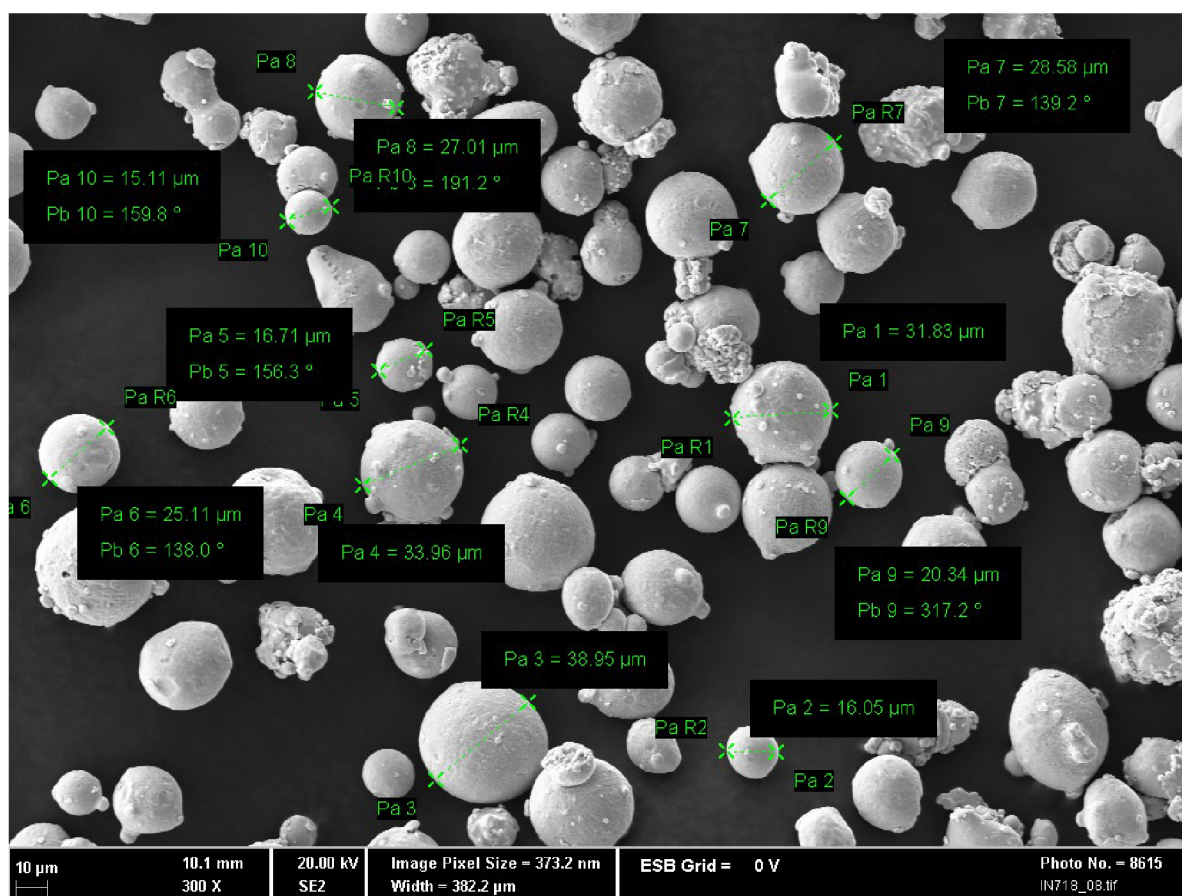


Obr. 18 Struktura základního materiálu

5.2 Prášek

Prášek z niklové slitiny IN718

Výrobce použitého prášku firma Sandvik Osprey Ltd. v certifikátu uvádí, že průměr kulovitých částic prášku se z 97,08 % pohybuje v rozmezí 15 až 38 μm , jen 0,3 % částic prášku je větší než 38 μm a 2,62 % částic je menších než 15 μm . Velikost zrn prášku a jeho chemické složení byly kontrolovány a analyzovány pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu vybaveného energiově disperzním spektrometrem (EDS) (viz kap. 5.6). Střední hodnota průměru částic prášku činila $25,4 \pm 8,5 \mu\text{m}$, což odpovídá rozsahu uvedenému na certifikátu. Na Obr. 19 je snímek z rastrovacího elektronového mikroskopu se změřenou velikostí některých částic. Ostatní nezměřené částice se velikostně podobají změřeným částicím. Z toho lze usoudit, že hodnoty průměru částic odpovídají hodnotám deklarovaným certifikátem výrobce.



Obr. 19 Analýza velikosti prášku

V Tab. 4 je chemické složení prášku, uvedené na certifikátu od výrobce, „Min.“ a „Max.“ zde znázorňují mezní povolené obsahy jednotlivých prvků, a řádek „Změřené“, značí hodnoty obsahu jednotlivých prvků naměřených výrobcem.

V Tab. 5 jsou uvedeny výsledky z vlastní analýzy chemického složení, přičemž „Min.“ a „Max.“ zde znamenají nejnížší a nejvyšší naměřené obsahy jednotlivých prvků a „Průměr“ je průměrná hodnota ze všech 7 měření.

Chemické složení prášku zjištěné metodou EDS v Tab. 5 se mírně liší od hodnot uvedených v certifikátu výrobce v Tab. 4 v minimálních a průměrných hodnotách obsahu niobu a molybdenu a v maximálním naměřeném obsahu hliníku. Odlišné hodnoty jsou v Tab. 5 vyznačeny červenou barvou a pravděpodobně jsou způsobeny použitím rozdílných metod pro stanovení chemického složení.

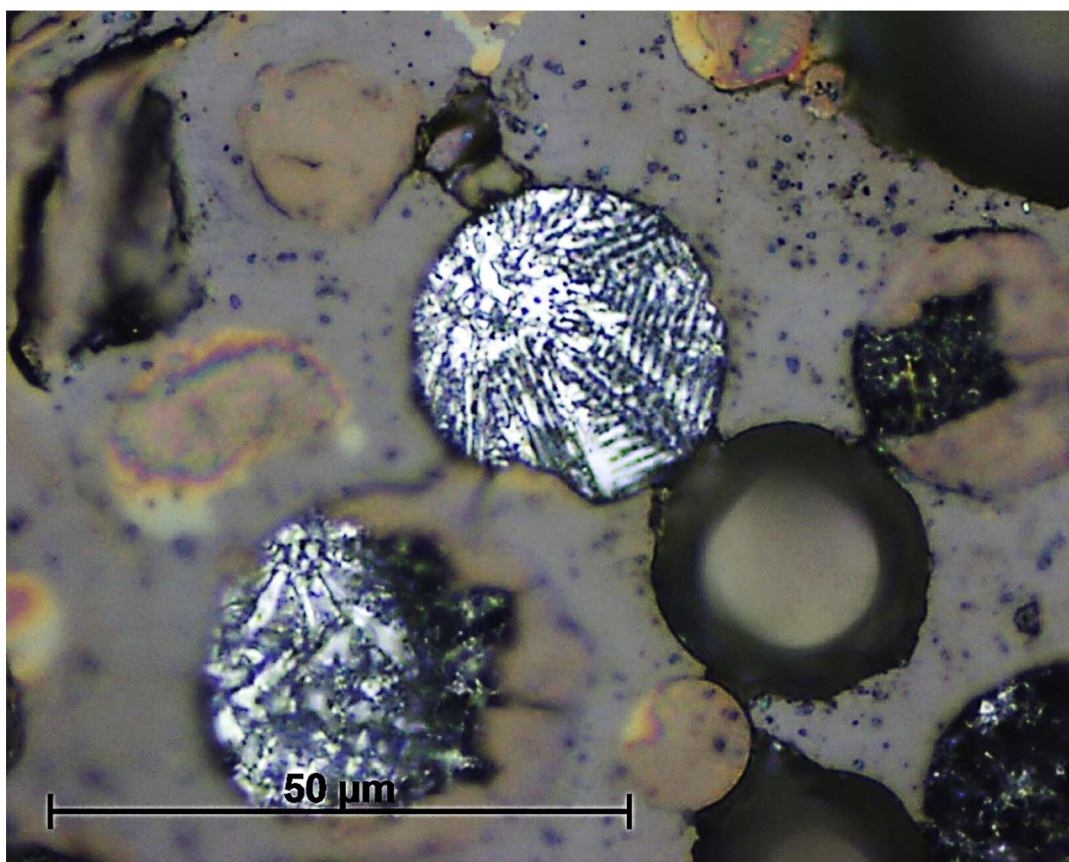
Tab. 4 Chemické složení prášku uvedené na certifikátu od výrobce [hm %]

Prvek	Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Si	N
Min.	50.0	17.0	4.75	2.8	0.65	0.20	0.00	-
Změřené	51.7	18.8	4.94	3.1	0.76	0.39	0.08	0.074
Max.	55.0	21.0	5.25	3.3	1.15	0.80	0.35	-
Prvek	Co	Mn	P	C	Cu	S	B	Fe
Min.	0.00	0.00	0.000	0.000	0.00	0.000	0.000	
Změřené	0.04	0.04	0.015	0.012	0.01	0.003	0.001	Zb.
Max.	1.00	0.35	0.015	0.050	0.30	0.015	0.006	

Tab. 5 Chemické složení prášku zjištěné metodou EDS [hm %]

Prvek	Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Si	Fe
Min.	50.0	18.4	3.65	2.25	0.72	0.55	0.13	18.35
Průměr	50.6	19.51	4.18	2.64	0.91	0.68	0.17	19.5
Max.	51.16	19.97	4.95	3.17	1.15	0.92	0.21	20.11

Na Obr. 20 je snímek mikrostruktury částic prášku, pořízený světelným mikroskopem, kde je částice s dobře viditelnou dendritickou strukturou (nahore) a částice se špatně viditelnou lici strukturou (dole). Pórovitost prášku v původním stavu je cca 0,8 %.

**Obr. 20 Dendritická struktura částice prášku**

5.3 Cold spray

Pro nástřik vrstev bylo využito zařízení CS označené jako 5/11 od firmy Impact Innovations, které je znázorněno a popsáno na Obr. 21. Parametry tohoto zařízení jsou uvedeny v Tab. 6. Proces a princip metody CS je popsán v kapitole 3.



Obr. 21 Zařízení cold spray 5/11 [3]

Tab. 6 Parametry zařízení 5/11 Impact Innovations

Výkon pro ohřev	40 kW
Maximální provozní teplota	1100 °C
Maximální provozní tlak	50 bar
Průtok prášku	833 cm ³ /s
Druh trysky	OUT2 – krátká SiC
Procesní plyn	dusík

5.4 Elektronový paprsek

Přetavování elektronovým paprskem bylo provedeno na zařízení „pro beam K26“, které je vybaveno polohovacím systémem umožňujícím pohyb ve dvou až čtyřech osách a podavačem drátu pro případné legování, se kterým lze pohybovat ve třech nezávislých osách. Zařízení rovněž umožňuje i práci v procesní a inertní atmosféře, případně zavedení chladicí kapaliny do vakuové komory. Řídicí jednotkou zařízení K26 je systém Sinumerik od společnosti Siemens AG. Zařízení K26 může pracovat ve vertikálním i horizontálním směru, díky dvěma základním polohám, do kterých může být umístěno elektronové dělo. Parametry zařízení K26-4 jsou uvedeny v Tab. 7. [22]

Tab. 7 Parametry zařízení K26 [22]

Objem komory	2,6 m ³
Rozměry pracovního stolu	500 x 800 mm
Maximální výška vzorku	700 mm
Maximální výkon svazku	15 kW
Urychlovací napětí	80 až 150 kV
Maximální proud svazku	190 mA
Vakuum	10 ⁻⁴ mBar
Doba provozního vyčerpání komory	do 15 min



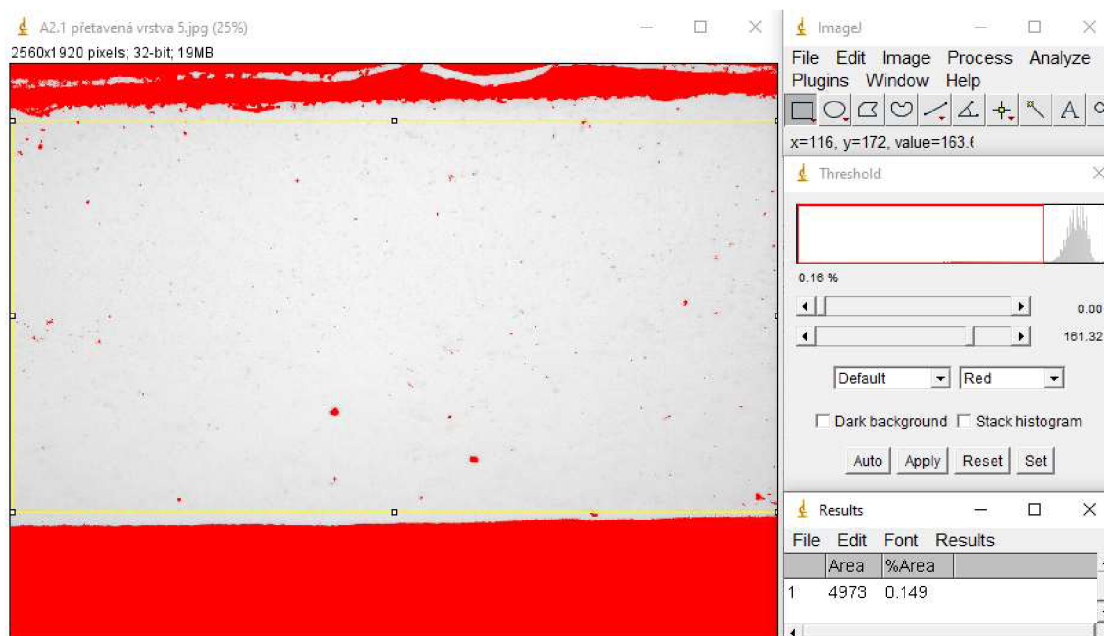
Obr. 22 Zařízení pro přetavení elektronovým paprskem K26 [22]

5.5 Metalografie

Vzorky bez nástřiku byly nařezány na řezačce Discotom 2 od firmy Struers a vzorky s nástřikem a přetavené vzorky byly nařezány na přesné metalografické pile ATM Brilliant 220 na takové rozměry, aby bylo možné je pohodlně zalisovat do „puků“ o průměru 30 mm na automatickém lisu ATM OPAL x-press. Po zalisování byly vzorky označeny rytcem DREMEL, následně byly vzorky broušeny a leštěny na zařízení Struers Pedemin-2. Broušení probíhalo na papírech zrnitosti FEPA od 320 do 4000. Po broušení následovalo leštění, nejprve na podložce 3 μm s pastou D2 a následně na podložce 1 μm s pastou D0,7.

Na snímcích pořízených ze vzorků v leštěném stavu byla pomocí obrazové analýzy a programu ImageJ vyhodnocena spojitost rozhraní mezi vrstvou a základním materiálem a porozita vrstvy. Při vyhodnocení spojitosti rozhraní mezi vrstvou a substrátem byla pomocí obrazové analýzy zjištěna celková délka rozhraní a délka nespojitostí na rozhraní. Následně byl podíl nespojitostí v celé délce rozhraní vyjádřen v procentech. Porozita vrstvy byla vyhodnocena v programu

ImageJ tak, že byla změřena celková plocha, na které byla vyhodnocena pórovitost (10 snímků se zvětšením 200x, tedy plocha cca 1 mm²) a celková plocha pórů na vyhodnocované ploše a z těchto dvou údajů byla vypočtena pórovitost vrstvy v procentech. Příklad vyhodnocení pórovitosti vrstvy je na Obr. 23, kde červeně vyznačené oblasti představují póry v měřené ploše vrstvy, která je žlutě ohraničena.



Obr. 23 Příklad měření pórovitosti, pomocí softwaru ImageJ

Vzorky základního austenitického materiálu bez nástřiku byly leptány MARBLEm (4g CuSO₄, 20 ml HCl, 20 ml H₂O). Všechny ostatní vzorky s vrstvou IN718 byly leptány směsí kyselin HNO₃ : HCl (1:1), protože MARBLE vrstvu IN718 dostatečně nenaleptalo. Leptání bylo použito pro zviditelnění mikrostruktury základního materiálu i vrstvy IN718.

Pro pořízení snímků v leštěném stavu byl použit světelný mikroskop Olympus GX 51. Vyhodnocování mikrostruktury a její dokumentace bylo realizováno na světelném mikroskopu Zeiss Axio Observer.

5.6 Rastrovací Elektronová Mikroskopie (REM), Energiově Dispersní Spektrometr (EDS)

Detailní hodnocení struktury bylo provedeno s využitím obrazu sekundárních elektronů (SE) rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) XL 30 Philips, který je mj. vybaven energiově dispersním spektrometrem EDAX[®]. Pomocí EDS bylo stanoveno chemické složení substrátu, částic prášku před nanesením a byla provedena bodová analýza chemického složení v řadě na přetavených vrstvách vzorku P a A2. Přičemž doba měření v jednom bodě byla 50 s.

5.7 Tvrdost

Tvrdost substrátu byla stanovena metodou podle Vickerse se zatížením 10 kilopondů (98,7 N) na tvrdoměru LV700 od firmy LECO. Mikrotvrdost vrstvy byla měřena směrem od povrchu vrstvy do středu materiálu, pomocí dvaceti bodů rozmístěných na přímce s počátkem ve vzdálenosti 0,05 mm od povrchu nástřiku a koncem ve vzdálenosti 1,6 mm od povrchu nástřiku. Mikrotvrdost HV_{0,1} byla stanovena rovněž podle Vickerse, na přístroji Qness Q10A.

6 Výsledky experimentálních prací

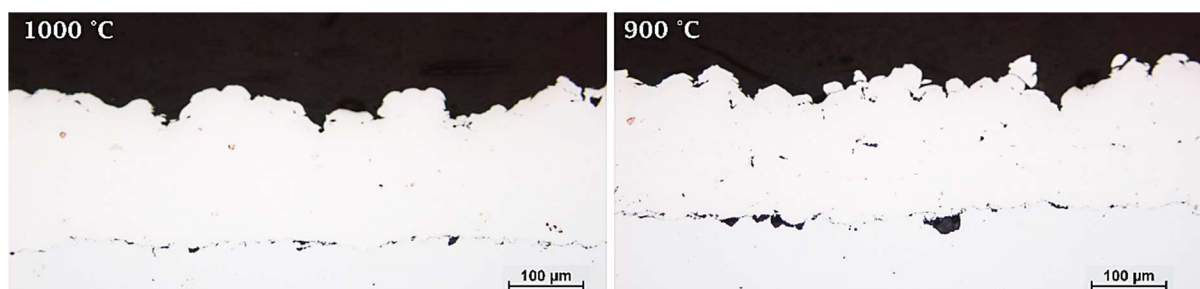
6.1 Nastavení parametrů cold spray a výsledky detailní dokumentace optimálního stavu

Aby bylo dosaženo optimálních vlastností vrstvy nanesené metodou CS, byly nejdříve vyrobeny dvě zkušební vrstvy IN718 za použití parametrů uvedených v Tab. 8. Tyto parametry byly stanoveny s využitím literatury zabývající se rovněž nástřikem vrstev IN718 metodou CS [29; 30; 31] a odborného názoru Ing. Lukáše Řehořka, PhD., který provedl vlastní nástřik vrstvy.

Tab. 8 Parametry procesu výroby nástřiku

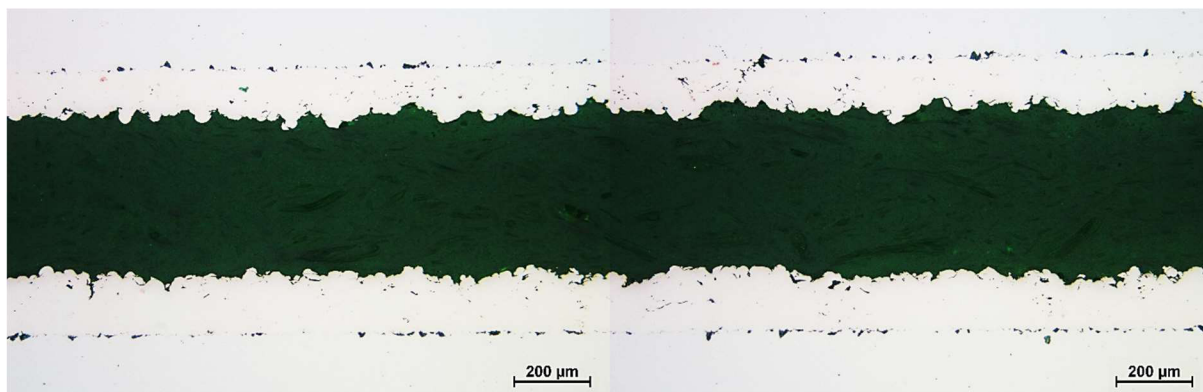
Posuv pistole	450 mm/s
Vzdálenost trysky od povrchu	50 mm
Teplota procesního plynu	900 °C
Tlak	50 bar
Počet otáček podavače prášku	3 ot/min
Rozteč	1 mm
Průtok prášku	833 cm ³ /s
Druh trysky	OUT2 – krátká SiC

Zkušební vzorky se od sebe lišily teplotou procesního plynu. U vzorku označeného „900“ byla teplota procesního plynu 900 °C a u vzorku označeného „1000“ byla teplota procesního plynu 1000 °C. U těchto vzorků byla vyhodnocena pórovitost uvnitř vrstvy a podíl nespojitostí na rozhraní vrstvy a substrátu. Vzorek 1000 má pórovitost v objemu vrstvy 0,15 % a podíl nespojitostí na rozhraní 21 %, obě tyto hodnoty jsou výrazně lepší než u vzorku 900, který má pórovitost v objemu vrstvy 0,2 % a podíl nespojitostí na rozhraní 48 %. Rozdíl v pórovitosti je patrný z Obr. 24. Později po přetavení elektronovým paprskem, bylo zjištěno, že nespojitosti na rozhraní nejsou póry, jak bylo předpokládáno, nýbrž z velké části jsou to zrnka písku, která uvázla v substrátu při pískování, které bylo použito jako úprava povrchu substrátu před nanesením vrstvy. Z čehož vyplývá, že hodnoty podílu nespojitostí na rozhraní vrstvy a substrátu jsou nerelevantní pro posuzování optimálních parametrů použitých pro vytvoření vrstvy metodou CS. Relevantní jsou pouze výsledky pórovitosti v objemu vrstvy, z toho vyplývá, že je výhodnější použít teplotu procesního plynu 1000 °C. Použití teploty 1000 °C, pro vytvoření optimální vrstvy IN718 na austenitickou ocel AISI 304, bylo posléze potvrzeno i softwarem Kinetic Spray Solutions (KSS). Tento software stanovuje optimální parametry procesu CS na základě simulací procesu se zadanými vstupními parametry jako je velikost částic prášku, materiál prášku a substrátu, druh procesního plynu a další. Výstupem KSS je depoziční okno, které stanoví parametry tak, aby byla dosažena optimální rychlost částic dopadajícího prášku s účelem dosažení co nejvyšší depozice prášku na povrch substrátu.

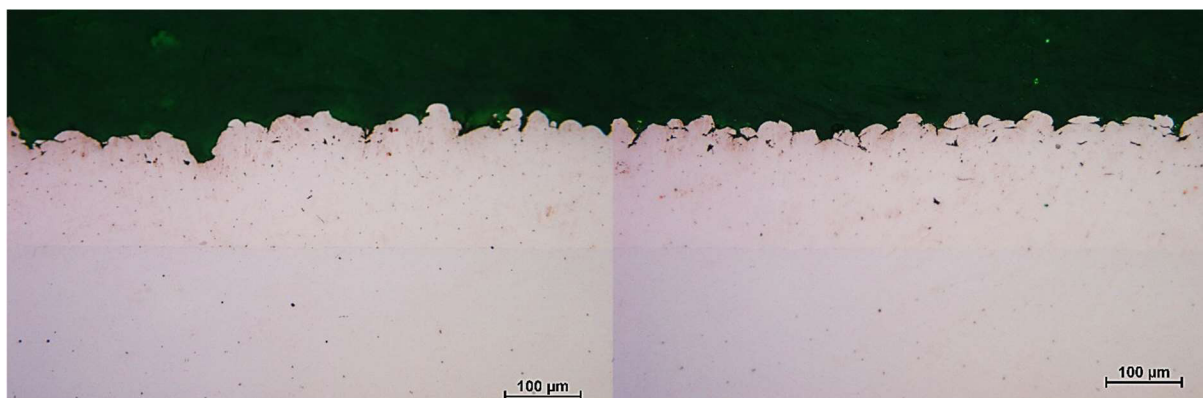


Obr. 24 Příklad pórovitosti vrstev vytvořených při teplotě procesního plynu 1000 a 900 °C

Dalším krokem k optimalizaci vrstvy vytvořené pomocí CS, bylo zjištění vhodné povrchové úpravy substrátu před nanesením vrstvy tak, aby vzniklé rozhraní obsahovalo co nejméně nespojitostí. Pro tyto účely byly vytvořeny dva zkušební vzorky. Povrch substrátu vzorku B byl před nanesením vrstvy broušen brusným papírem FEPA 500 se zrnitostí 30 μm , což zhruba odpovídá průměrné velikosti částic prášku IN718, a povrch substrátu vzorku P byl před nanesením vrstvy rovněž broušen brusným papírem FEPA 500 a následně byl pískován práškem „white fused Alumina“ s velikostí zrn F180. Na takto upravené substráty byla nanesena vrstva IN718 o tloušťce cca 140 μm a vzorky byly analyzovány na světelném mikroskopu. U vzorků byl určen podíl nespojitostí na rozhraní vrstvy a substrátu a rovněž byla stanovena pórovitost uvnitř vzniklé vrstvy. Vzorek s pískovaným povrchem (Obr. 25) má podíl nespojitostí na rozhraní 32 % a pórovitost 1,83 %. Vzorek s broušeným povrchem (Obr. 26), má podíl nespojitostí na rozhraní 0,001 % a pórovitost 0,68 %. Vzorek B vykazuje oproti vzorku P výborné hodnoty podílu nespojitostí i pórovitosti, proto byly povrchy všech následujících vzorků před nanesením vrstvy broušeny stejným způsobem jako vzorek B. Jak již bylo zmíněno v předchozím odstavci, nespojitosti na rozhraní pískovaného vzorku jsou uvázná zrna písku, z čehož vyplývá, že pískování není vhodnou povrchovou úpravou pro austenitický substrát.



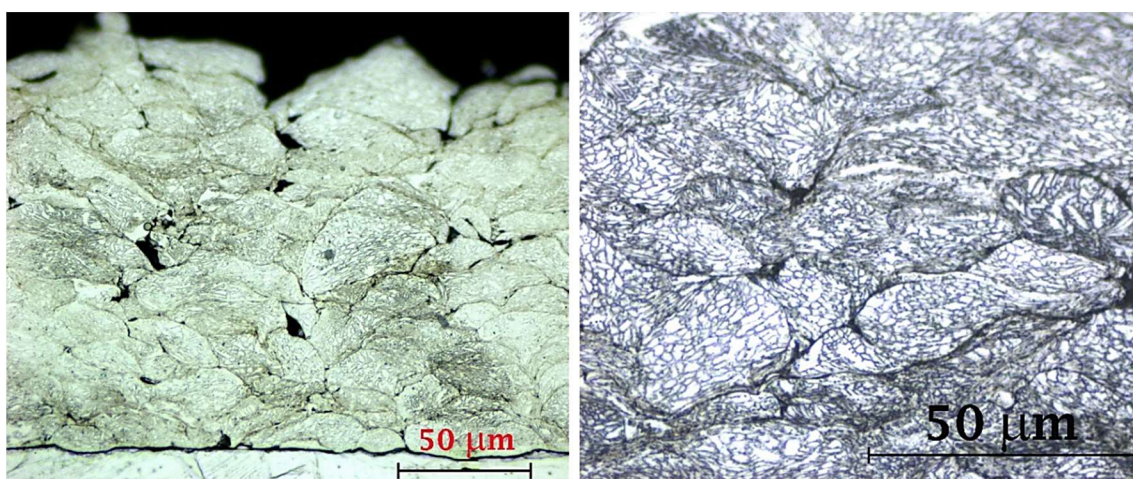
Obr. 25 Rozhraní zkušebního vzorku s pískovaným povrchem substrátu



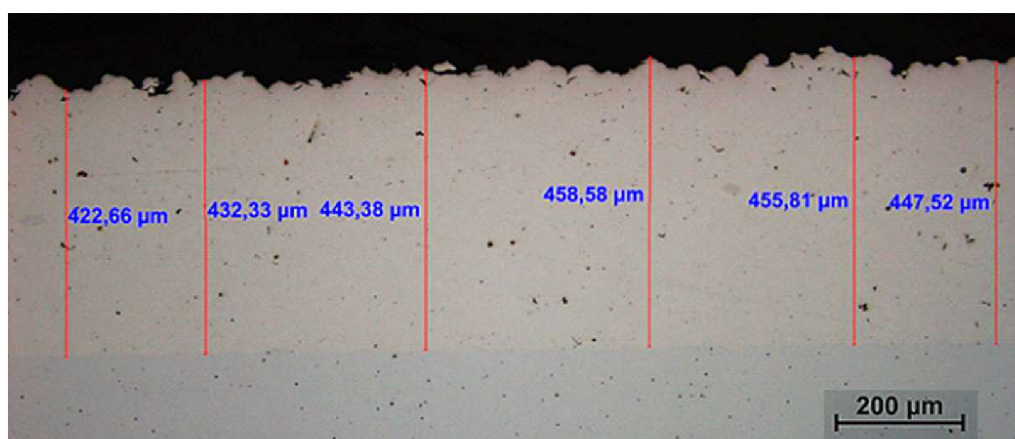
Obr. 26 Rozhraní zkušebního vzorku s broušeným povrchem substrátu

Na vzorku B byla zdokumentována rovněž mikrostruktura nanesené vrstvy před přetavením elektronovým paprskem Obr. 27. V mikrostruktuře lze od sebe odlišit jednotlivá zrna prášku, která se při nanesení metodou CS pouze deformovala. Rovněž lze pozorovat, že póry se vyskytují hlavně na styku deformovaných zrn (dále hranicích zrn) a jsou způsobeny nedokonalým spojením jednotlivých zrn, a to převážně v místech, kde se setkávají tři a více zrn. Pórovitost prášku před nanesením na substrát byla 0,8 % a výsledná pórovitost nástřiku je 0,68 % a z velké části je tvořena póry nacházejícími se mimo jednotlivá zrna prášku. Takovéto snížení pórovitosti může být způsobeno dvěma vlivy popsány níže.

Zprvé vlivem deformace částic po dopadu na substrát došlo k tak silné plastické deformaci jednotlivých licích zrn struktury částice prášku, že všechny póry ze struktury částice vymizely. Zadruhé pórovitost prášku byla vyhodnocována na snímcích z elektronového mikroskopu, při tisícínásobném zvětšení, zatímco pórovitost výsledné vrstvy byla vyhodnocována pomocí světelného mikroskopu při zvětšení 200x. Z této skutečnosti vyplývá, že póry v jednotlivých částicích prášku, mohly zůstat i po nanesení částic na substrát, ale při dvěštnásobném zvětšení jsou na výsledném snímku tak drobné, že pravděpodobně nebyly zaznamenány. Výsledná pórovitost nanesené vrstvy je tedy pravděpodobně vypočtena pouze z pórů vzniklých nedokonalým spojením hranic deformovaných částic, které jsou oproti pórům přítomným v částicích zrn mnohonásobně větší a dobře detekovatelné při dvěštnásobném zvětšení. Velké póry na hranicích částic jsou také pravděpodobně mnohem významnější s ohledem na výsledné mechanické vlastnosti vytvořené vrstvy.



Obr. 27 Mikrostruktura vrstvy nanesené metodou CS

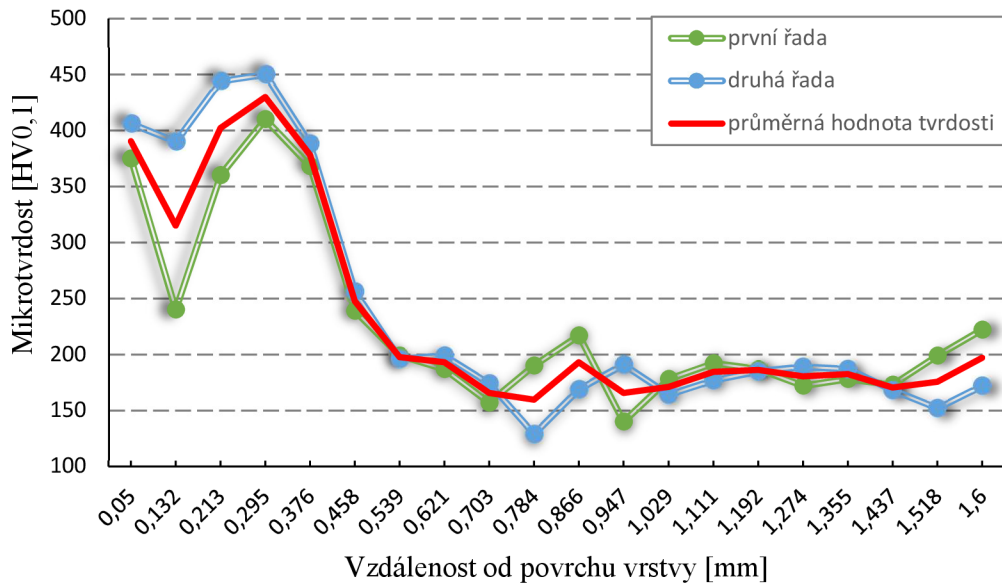


Obr. 28 Tloušťka finální vrstvy na přetavení

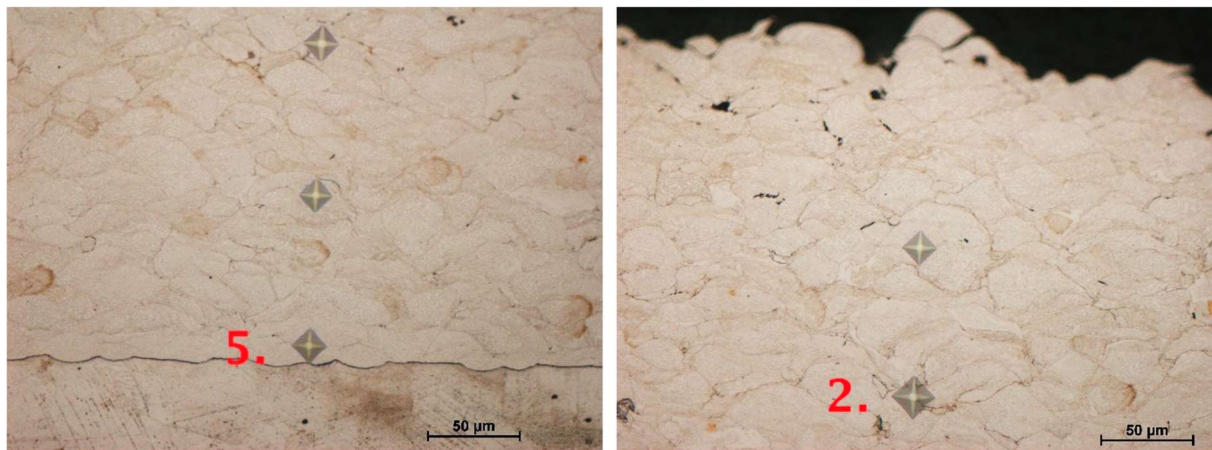
Na základě zjištěných optimálních parametrů, tedy broušený povrch substrátu a parametry uvedené v Tab. 8, byly vyhotoveny další dva vzorky, označené A1 a A2, s průměrnou tloušťkou vrstvy okolo 440 µm. Průběh měření tloušťky vrstvy je na Obr. 28. U těchto vzorků byla opět změřena pórovitost, která činila 0,54 %.

U jednoho z těchto finálních vzorků byla naměřena mikrotvrdoost. Výsledná závislost mikrotvrdoosti na vzdálenosti od povrchu vrstvy je na (Obr. 29). Na obrázku jsou hodnoty tvrdosti zjištěné ve dvou řadách vtisků vyhotovených na stejném vzorku a červenou čarou je vyznačena průměrná hodnota mezi těmito dvěma řadami. U druhého vtisku, ve vzdálenosti 0,132 mm od povrchu, je v obou řadách propad tvrdosti, přičemž nejvýraznější propad tvrdosti je v první řadě

vtisků. Takto hluboký pokles hodnoty tvrdosti je pravděpodobně způsoben přítomností pórů, které vznikly nedokonalým spojením částic, v místě vtisku, druhý vtisk první řady je na Obr. 30. a nejvyšší hodnoty tvrdosti dosahují obě řady shodně ve čtvrtém vtisku, ve vzdálenosti 0,295 mm od povrchu, kde průměrná hodnota tvrdosti činí 430 HV_{0,1}. Pátý vtisk se nachází ve vzdálenosti 0,458 mm (Obr. 30), kde vlivem přítomnosti rozhraní mezi vrstvou a substrátem klesne průměrná hodnota tvrdosti na 248 HV_{0,1}. Všechny následující hodnoty tvrdosti již značí tvrdost substrátu a pohybují se okolo 180 HV_{0,1}.



Obr. 29 Závislost mikrotvrdosti na vzdálenosti od povrchu vrstvy



Obr. 30 Umístění druhého a pátého vtisku z první řady ve vrstvě

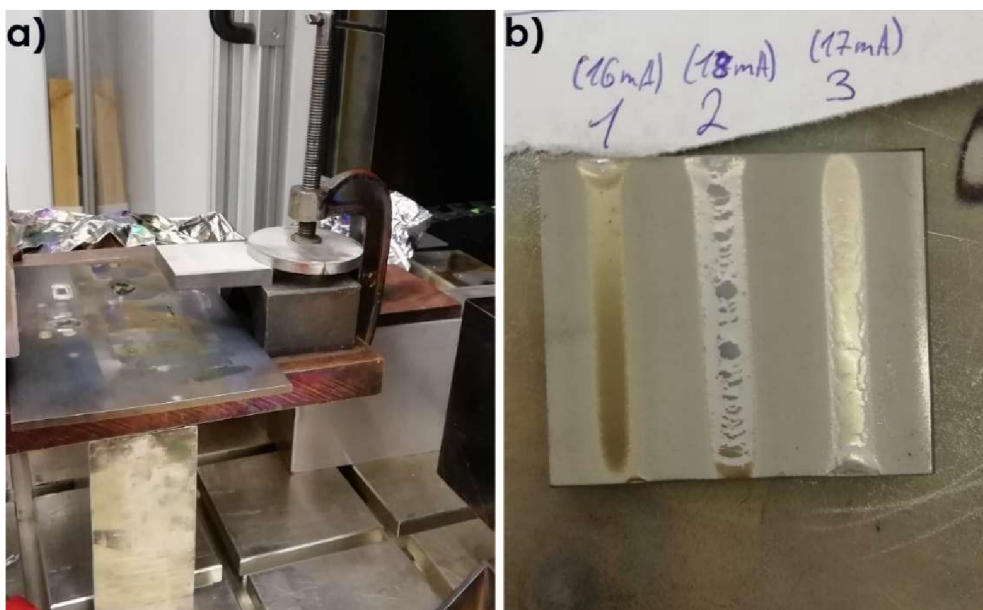
6.2 Nastavení parametrů EB a výsledky přetavení, detailní popis

Pro přetavení všech vzorků byly použity následující parametry, které stanovil podle svých odborných zkušeností Ing. Jiří Matlák, Ph.D., který řídil přetavování vzorků elektronovým paprskem. Tyto parametry jsou uvedeny v Tab. 9. Jediný parametr, který byl pro každou přetavenou stopu jiný byl proud, který podstatně ovlivňuje, do jaké hloubky se materiál nataví.

Tab. 9 Parametry použité při přetavování vzorků elektronovým paprskem

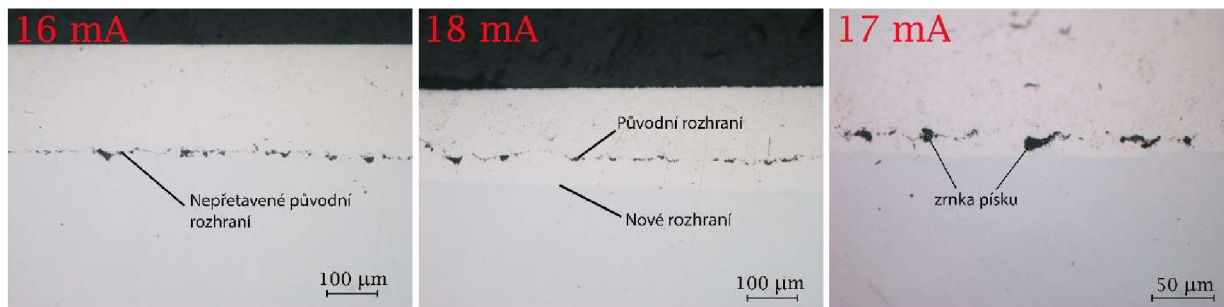
Urychlovací napětí	80 kV
Šířka stopy elektronového svazku	10 mm
Tvar stopy elektronového svazku	Linka o 1000 bodech
Offset	200 mA
Rozostření svazku	300 mm
Rychlost posuvu vzorku	5 mm/s
Proud	16 až 22 mA

Nejprve byly přetaveny vzorky P a A1, jako zkušební vzorky pro představu, jaký proud je potřeba použít, aby došlo k protavení přes rozhraní nanesené vrstvy a substrátu. Vzorek byl uchycen ve vakuové komoře elektronového paprsku tak, aby jej bylo možné přetavit alespoň ve dvou, ideálně ve třech stopách. Uchycení vzorku v komoře a vzorek P se třemi přetavenými stopami jsou znázorněny na Obr. 31.



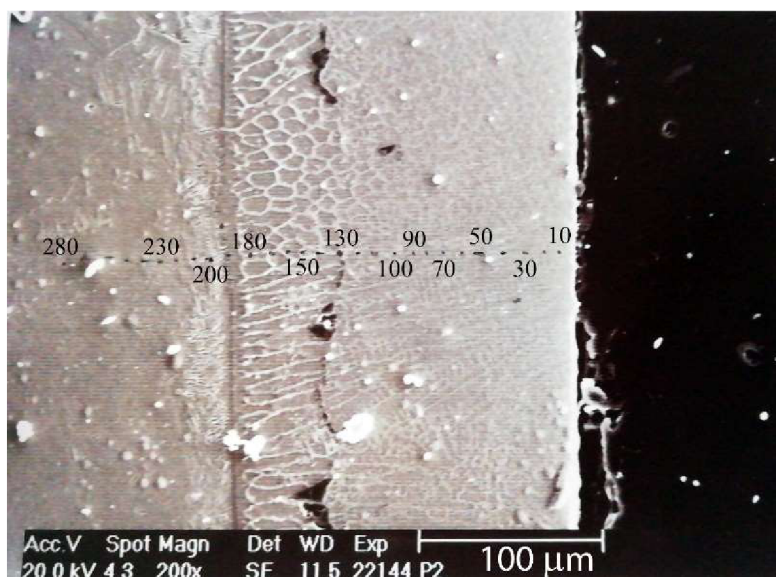
Obr. 31 a) uchycení vzorku ve vakuové komoře pro přetavení elektronovým paprskem. b) vzorek P, přetavený ve třech stopách, které se od sebe vzájemně odlišují použitým proudem.

Vzorek P byl přetaven celkem třikrát, nejdříve proudem 16 mA, poté proudem 18 mA a na závěr proudem 17 mA. Po vyhotovení metalografických výbrusů a vyhodnocení vzorků v leštěném a naleptaném stavu, bylo zjištěno, že proud 16 mA je pro přetavení celé tloušťky vrstvy, která se u vzorku P pohybuje mezi 130 až 140 μm , nedostatečný, protože nanesená vrstva nebyla přetavena až k rozhraní mezi vrstvou a substrátem. Při použití proudu 17 mA již došlo k mírnému přetavení vrstvy přes rozhraní se substrátem a v případě použití proudu 18 mA byla již vrstva výrazně přetavena přes rozhraní se substrátem. Všechny tři přetavené vzorky v leštěném stavu jsou na Obr. 32.



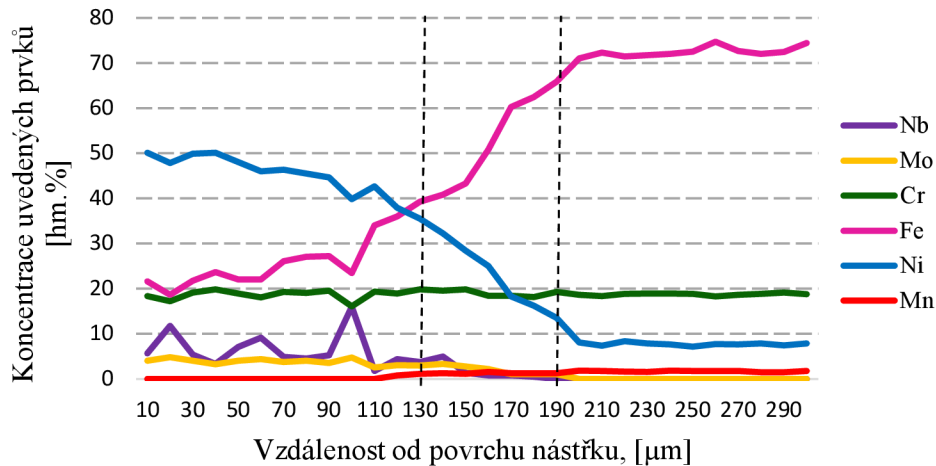
Obr. 32 Vyleštěné vzorky P po přetavení různými proudy.

U vzorku přetaveného proudem 18 mA, byla provedena bodová analýza chemického složení v řadě od povrchu do vzdálenosti 300 μm směrem do středu vzorku (Obr. 33).



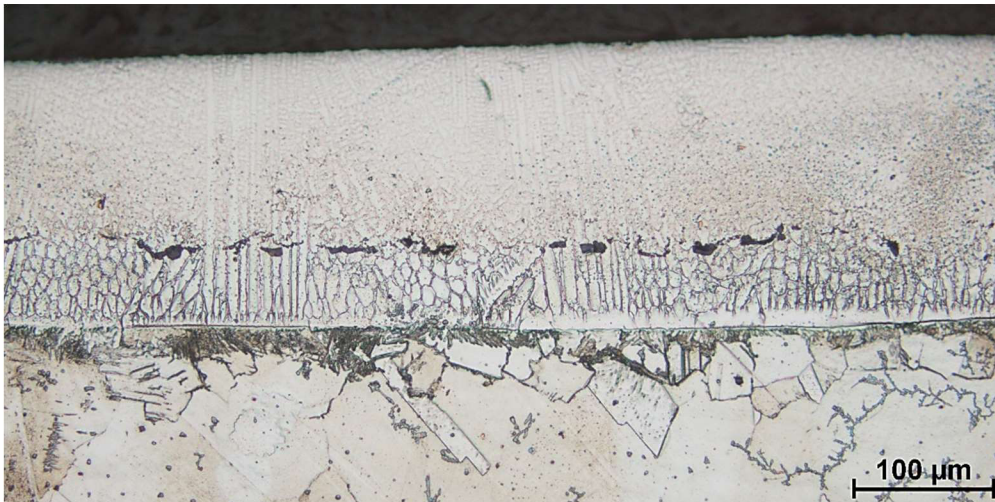
Obr. 33 Trajektorie bodové analýzy chemického složení v řadě.

Ta potvrdila mimo jiné domněnku, že nespojitosti na původním rozhraní nastříkané vrstvy se substrátem nejsou póry, jak bylo nejprve předpokládáno, ale jedná se o zrnka písku zachycená na povrchu substrátu před nanesením vrstvy IN718 metodou CS. Zrna písku usnadňují rozlišení původního rozhraní, protože během přetavení zůstaly víceméně na svém původním místě. Bodová analýza chemického složení na Obr. 34 odhalila, že obsah niklu směrem dál od povrchu postupně klesá, až dosáhne hodnoty okolo 8 hm.%, které obsahuje substrát. Úměrně tomu postupně stoupá směrem dál od povrchu obsah železa až na hodnotu cca 72 hm.% přítomných v substrátu. V Obr. 34 je vyznačena vzdálenost 130 μm , která značí přibližnou polohu původního rozhraní a vzdálenost 190 μm , která značí polohu hranice mezi natavenou vrstvou a nenaťaveným substrátem, poloha těchto dvou vzdáleností je vyznačena i na Obr. 33. Ve vzdálenosti 130 až 200 μm se podle chemického složení nachází austenitická ocel promíchaná se slitinou Inconel 718. To znamená že Inconel, v tomto případě, difundoval i do neroztaveného substrátu, protože hranice roztavené vrstvy se nachází ve vzdálenosti 190 μm , ale lehce zvýšený obsah niklu je až do vzdálenosti 200 μm . Dále již je substrát zcela chemicky neovlivněný.



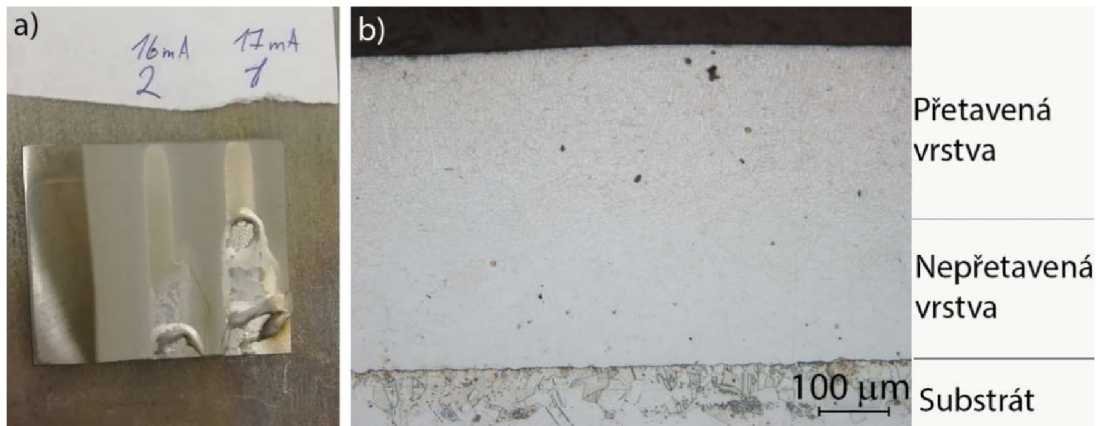
Obr. 34 Závislost koncentrace Nb, Mo, Cr, Fe, Ni a Mn v závislosti na vzdálenosti od povrchu nástřiku.

Mikrostruktura přetavené vrstvy na vzorku P při přetavení proudem 18 mA je na Obr. 35, lze na ní sledovat kolumnární dendrity táhnoucí se od povrchu vrstvy až po přetavené rozhraní a dále mezi nimi jemná lící zrna.



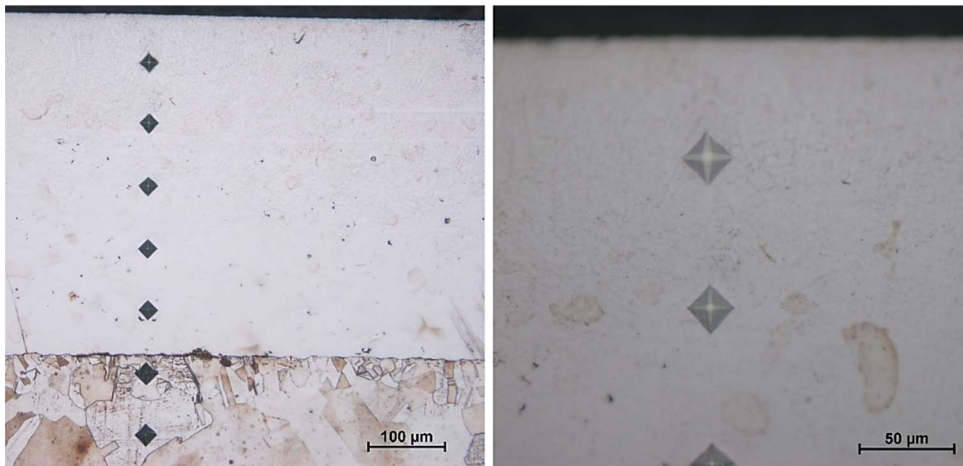
Obr. 35 Mikrostruktura vzorku P přetaveného proudem 18 mA.

Vzorek A1, s průměrnou tloušťkou vrstvy 440 μm , byl přetaven nejprve proudem 17 mA, při tomto proudu však došlo v půlce přetavování k destrukci vrstvy, jak je znázorněno na Obr. 36a, proto byl proud u dalšího přetavení snížen na hodnotu 16 mA, při které došlo k destrukci vrstvy až ke konci přetavování. Analýza mikrostruktury vzorků ukázala, že vrstva byla tímto proudem přetavena zhruba do poloviny svojí šířky Obr. 36b. Při analyzování příčiny destrukce vrstvy nebyla zjištěna žádná zjevná odlišnost od vzorku P, která by mohla tuto destrukci zapříčinit. Je tak velmi pravděpodobné, že byl povrch substrátu před nanesením vrstvy metodou CS nedostatečně očištěn od mastnot, které zapříčinily špatnou adhezi vrstvy na substrát, což při následném přetavování elektronovým paprskem zapříčinilo destrukci vrstvy. Přetavení vzorku A1 ukázalo, že pro úplné přetavení takto široké vrstvy je zapotřebí vyšší hodnota proudu než 17 mA, což bylo u následujících vzorků respektováno.



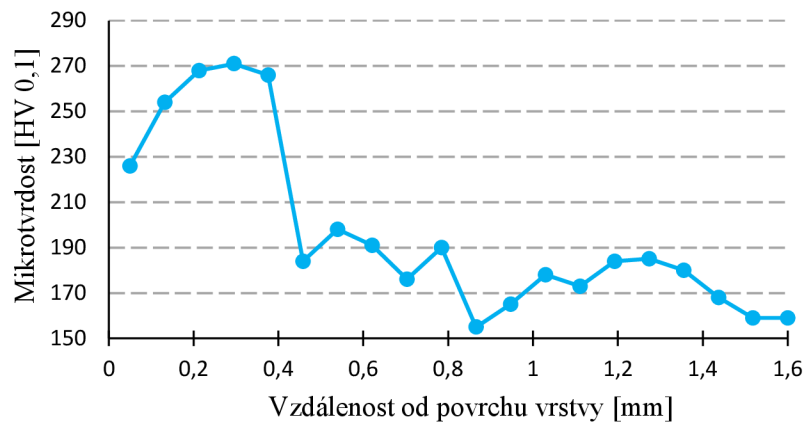
Obr. 36 a) Vzorek A1 po přetavení. b) Mikrostruktura vzorku A1 po přetavení proudem 17 mA.

U vzorku A1 přetaveného proudem 17 mA byla změřena mikrotvrdość vrstvy, umístění vtisků ve struktuře, je na Obr. 37. Toto měření ukázalo, že nejvyšší hodnota tvrdosti (271 HV_{0,1}) je dosažena v místě čtvrtého vtisku směrem od povrchu vrstvy, v hloubce 0,3 mm. V tomto místě již vrstva nanesená metodou CS nebyla přetavena a byla tak zachována její původní struktura. Výsledky měření mikrotvrdości naznačují, že tvrdost vrstvy vlivem přetavení klesá.



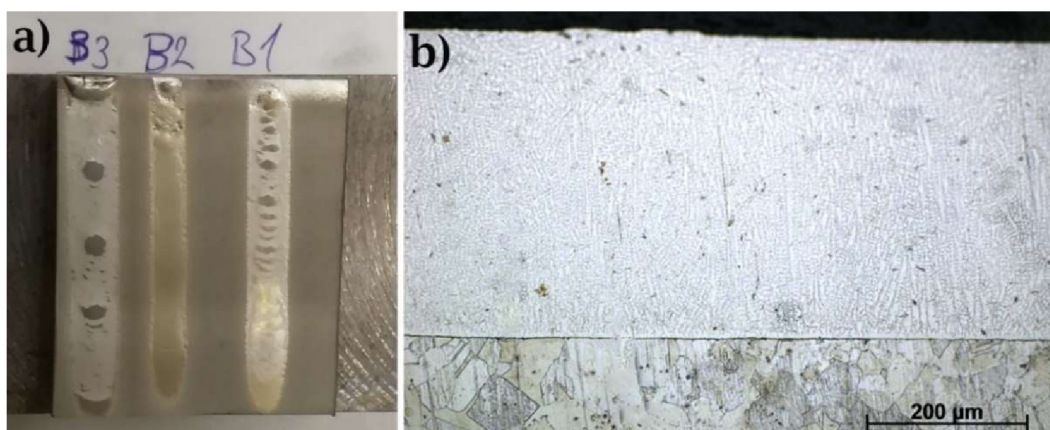
Obr. 37 Umístění vtisků ve struktuře vrstvy A1.

Průběh mikrotvrdości je zaznamenán na Obr. 38, od šestého vtisku dále je změřena tvrdost nijak neovlivněného substrátu, která konkrétně v tomto případě kolísá okolo hodnoty 170 HV_{0,1}.



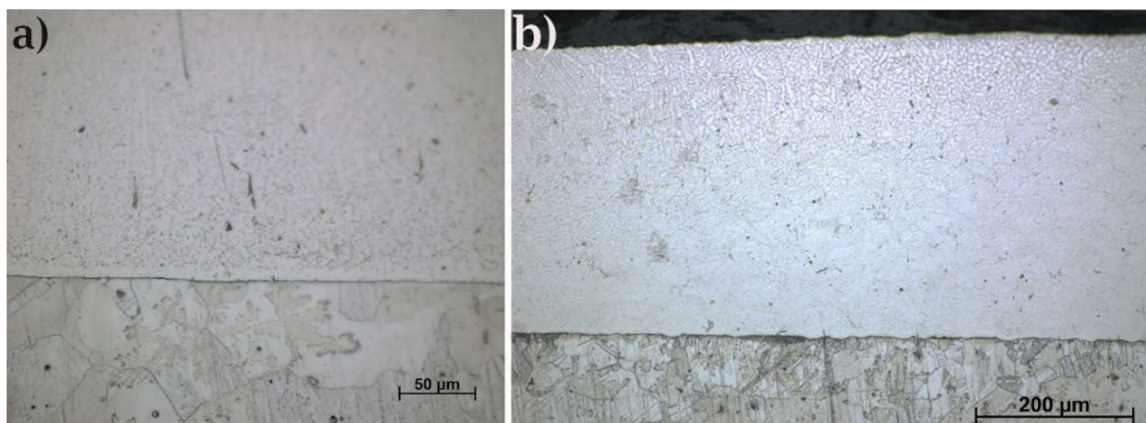
Obr. 38 Závislość mikrotvrdości na vzdáleności od povrchu, vzorek A1.

Při druhém přetavení byly, s ohledem na poznatky z předchozího přetavení vzorků P a A1, přetaveny vzorky B a A2. Vzorek B měl průměrnou tloušťku vrstvy, shodnou se vzorkem P, 130 až 140 μm , proto byl přetaven ve třech stopách proudy 17, 18 a 19 mA (Obr. 39). Na původním rozhraní vrstvy a substrátu již nebyly přítomny částice písku, které by ulehčily rozlišení původního rozhraní od přetaveného rozhraní, ani na mikrostrukturních snímcích nebylo zcela patrné, zda došlo k přetavení rozhraní či nikoliv. Proto byla změřena tloušťka vrstvy po přetavení, což ukázalo, že vrstva byla přetavena přes rozhraní ve všech třech případech přetavení. Po přetavení proudem 17 mA byla průměrná tloušťka vrstvy 350 μm , po přetavení proudem 18 mA byla průměrná tloušťka vrstvy 360 μm a po přetavení proudem 19 mA byla průměrná tloušťka vrstvy 380 μm . Naměřené hodnoty průměrné tloušťky vrstvy jsou skoro až třikrát vyšší než tloušťka vrstvy před přetavením. To značí, že vrstva byla ve všech případech přetavena hluboko pod původní rozhraní vrstvy a substrátu.



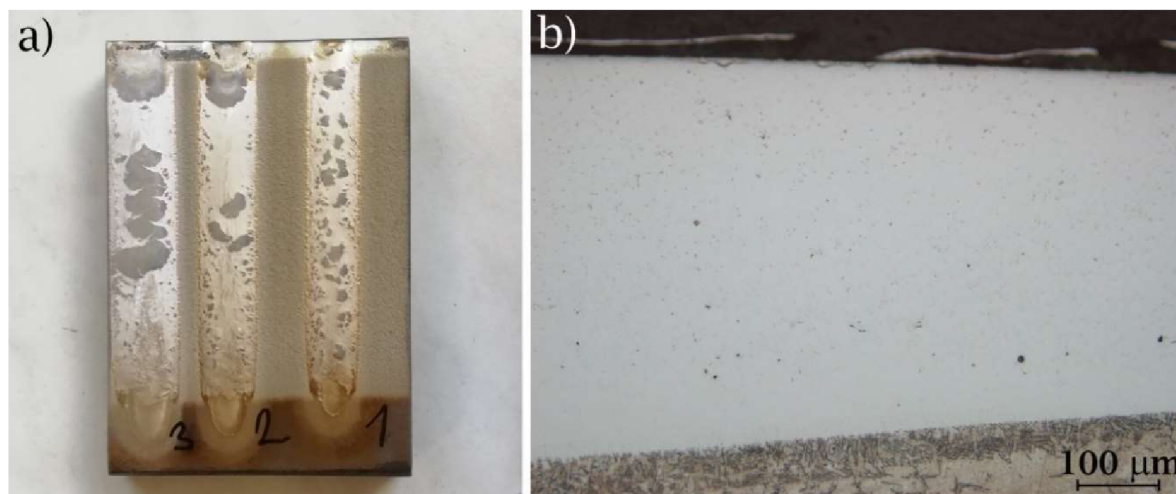
Obr. 39 a) Celkový pohled na přetavený vzorek B. B1= 18 mA, B2 = 17 mA. B3 = 19 mA. b) Mikrostruktura přetaveného vzorku B, použitý proud 19 mA.

Mikrostrukturní analýza všech tří vzorků ukázala, že přetavená vrstva je opět celá tvořena lící strukturou s kolumnárními dendrity, které mezi sebou mají jemná lící zrna. Mikrostruktura vrstvy je stejná po celé její šířce, mírně se liší pouze na nově vzniklém rozhraní mezi přetavenou vrstvou a substrátem. Těsně nad rozhraním se nachází tenká vrstva bez zřetelné struktury, která dále přechází v jemná lící zrna, která se směrem dále od rozhraní zvětšují. To je možné pozorovat na Obr. 40a. Na Obr. 40b, je mikrostruktura pravého okraje přetavené vrstvy. Na tomto obrázku lze pozorovat přechod mezi přetavenou a nepřetavenou vrstvou, kdy vpravo dole je struktura tvořena pouze deformovanými částicemi IN718 a vlevo nahoře je lící struktura tvořená dendrity. Na tomto přechodu je možné pozorovat, velmi úzkou tepelně ovlivněnou oblast, která je způsobena rychlým odvodem tepla do objemu materiálu.



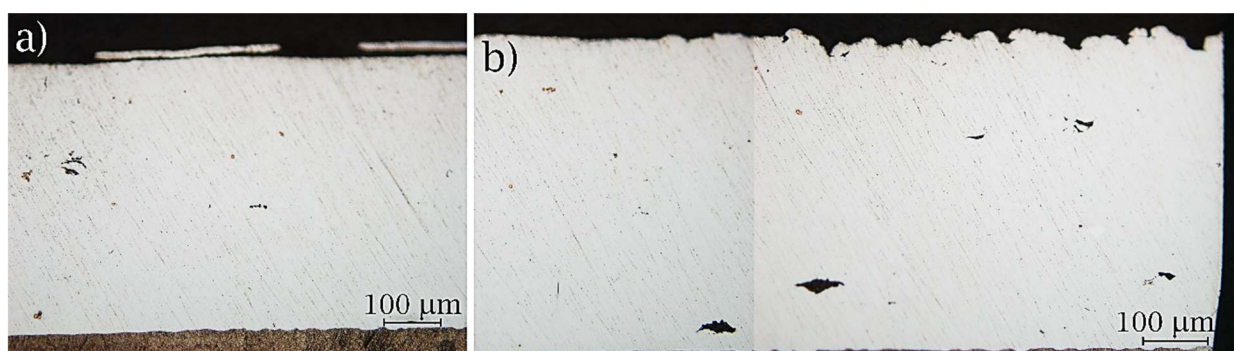
Obr. 40 a) Mikrostruktura na nově vzniklém rozhraní mezi přetavenou vrstvou a substrátem. b) Kraj přetavené vrstvy, na kterém je přechod mezi přetavenou a nepřetavenou vrstvou.

S ohledem na fakt, že vzorek A1 byl při použití proudu 17 mA přetaven pouze do půlky vrstvy, byl vzorek A2 přetaven s použitím proudu 20, 21 a 22 mA, aby bylo zaručeno protavení vrstvy přes původní hranici mezi vrstvou nanesenou metodou CS a substrátem. Celkový pohled na přetavený vzorek A2 je na Obr. 41a, kde na stopu 1 byl použit proud 20 mA, na stopu 2 byl použit proud 21 mA a na stopu 3 byl použit proud 22 mA. Na Obr. 41b je vyleštěný okraj přetavené stopy 3. Z tohoto obrázku je patrné, že došlo k přetavení přes původní rozhraní vrstvy a substrátu. Je zde výrazný sklon rozhraní oproti povrchu a rovněž je na rozhraní možné pozorovat výraznou tepelně ovlivněnou oblast.



Obr. 41 a) Vzorek A2 přetavený ve třech stopách s různým proudem. b) Vyleštěný okraj vzorku A2, přetaveného proudem 22 mA.

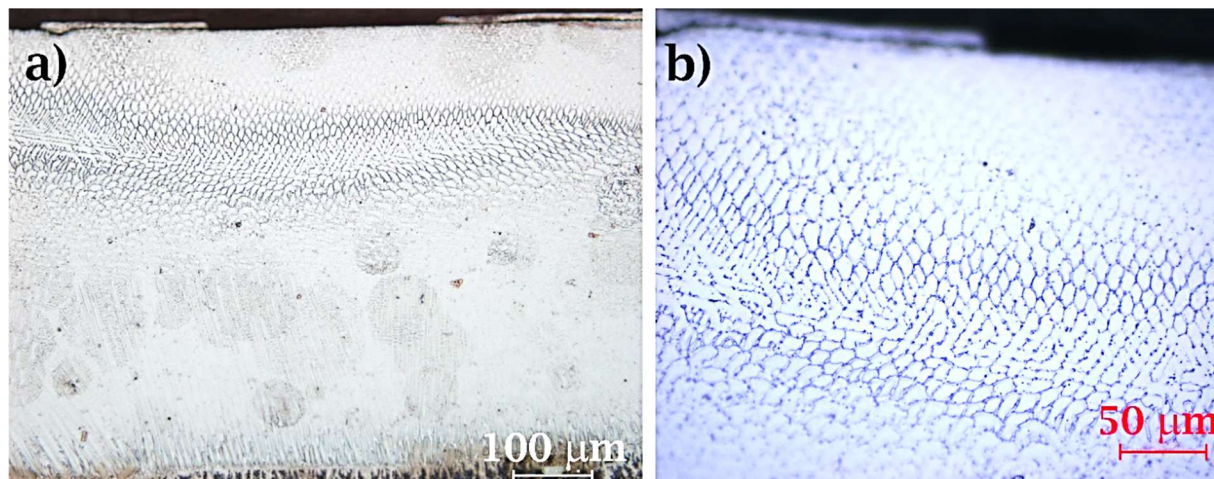
Na Obr. 42a je patrný rozdíl v drsnosti rozhraní v místě jeho pravděpodobného přetavení, kdy přetavené rozhraní, v levé části obrázku, je daleko hladší než nepřetavené původní rozhraní, vytvořené metodou CS, v pravé části obrázku. Stejně vyhlazení nastává i v případě přetaveného povrchu vrstvy, kde je rozdíl v drsnosti povrchu ještě výraznější, než na rozhraní mezi vrstvou a substrátem. Tento rozdíl je na Obr. 42b.



Obr. 42 Vyleštěný vzorek A2 přetavený proudem 21 mA. a) Změna drsnosti rozhraní mezi vrstvou a substrátem. b) Změna drsnosti povrchu.

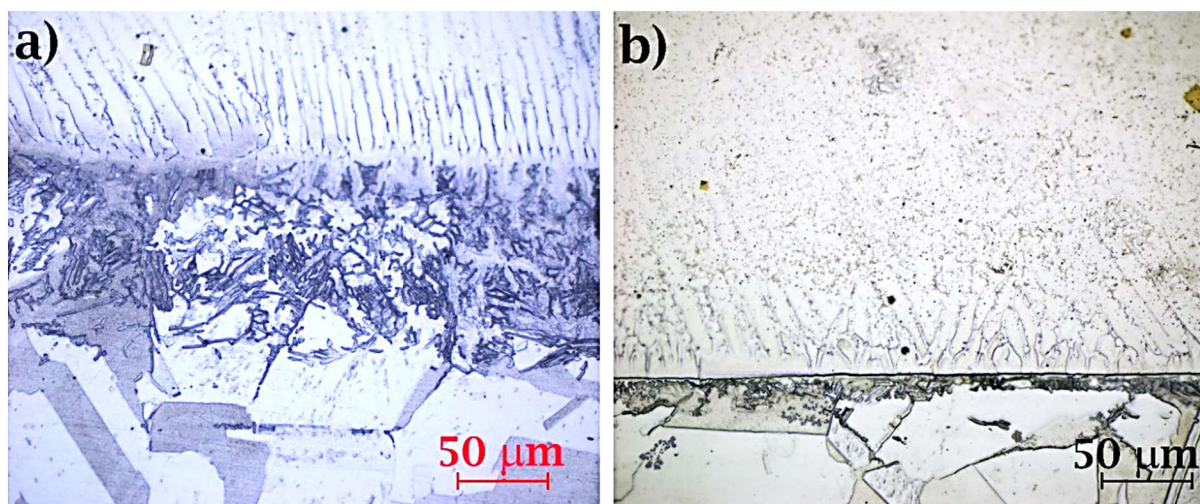
U třetí přetavené stopy vzorku A2 (proud 22 mA) vznikla v nejširším místě přetavené vrstvy pod povrchem část s mikrostrukturou odlišnou od okolní lící struktury Obr. 43. V této části vrstvy není struktura tvořena kolumnárními dendrity, jak je obvyklé u všech ostatních vzorků, nýbrž jemnými zrny uspořádanými do podlouhlého oválného tvaru. Tento jev pravděpodobně vznikl při nerovnoměrném chladnutí vrstvy roztavené elektronovým paprskem, kdy střední část roztaveného kovu, v blízkosti povrchu vrstvy, tuhla jako poslední, vlivem nižší rychlosti odvodu tepla do okolního nenataveného materiálu i do okolního prostředí nad povrchem vrstvy, které bylo tvořeno vakuem. To zapříčinilo vznik jemné lící struktury, u které se na hranicích

pravděpodobně vyloučily nějaké fáze, které přispěly ke zvýraznění hranic zrn, v místě, kde tavenina ztuhla nejpozději. U ostatních přetavovaných vrstev nebyl tento jev pozorován pravděpodobně proto, že při jejich přetavování byly použity nižší hodnoty proudu, čímž nedošlo k roztavení tak široké vrstvy materiálu, aby odvod tepla do objemu materiálu byl tímto efektem nějak výrazně ovlivněn. U ostatních přetavených vrstev tedy tuhla roztavená vrstva téměř rovnoměrně.



Obr. 43 Střed vzorku A2 přetaveného proudem 22 mA

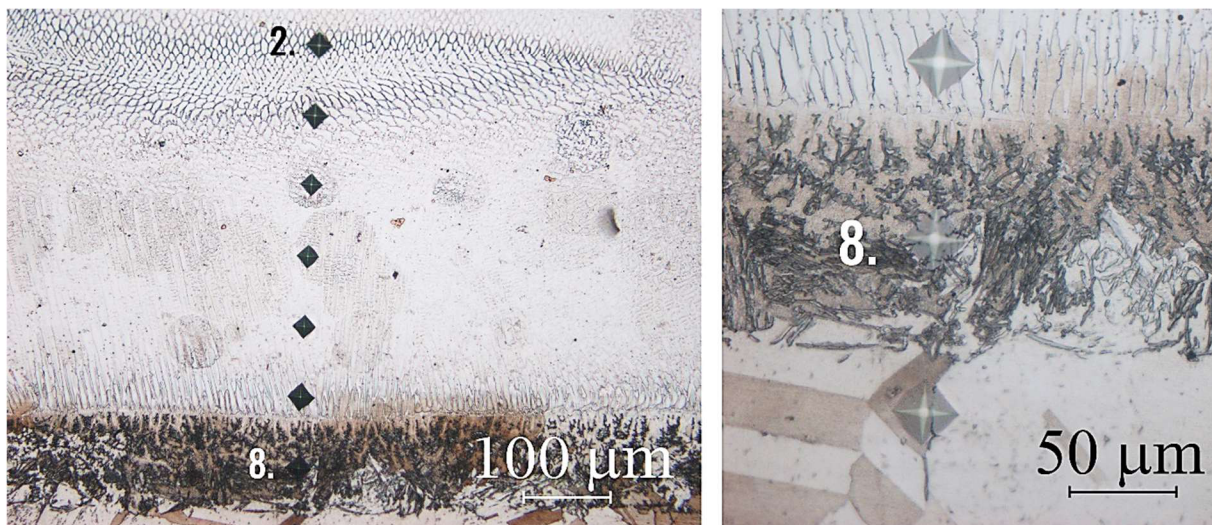
Na Obr. 44a je rozhraní přetavené vrstvy a substrátu. Mezi těmito dvěma vrstvami je tepelně ovlivněná oblast, široká přibližně 100 μm, která se zdá být tvořena částečně natavenými austenitickými zrny. Na Obr. 44b je pak znázorněn stejný jev jako na Obr. 44a, který se liší tím, že je přítomen na vzorku přetaveném nižším proudem (21 mA) a jeho šířka je výrazně nižší než v případě vzorku přetaveného proudem 22 mA. Na tomto vzorku lze pozorovat přítomnost jemnějších dendritů v blízkosti rozhraní, která se následně netáhnou přes půlku přetavené vrstvy, jak je tomu v případě a), ale po cca 50 μm končí a navazují na další jemnější lící zrna. Tato struktura je více podobná rozhraní vytvořenému při přetavení vzorku B, které je uvedeno na Obr. 40a.



Obr. 44 a) Rozhraní vzorku A2 přetaveného proudem 22 mA. b) Rozhraní vzorku A2 přetaveného proudem 21 mA.

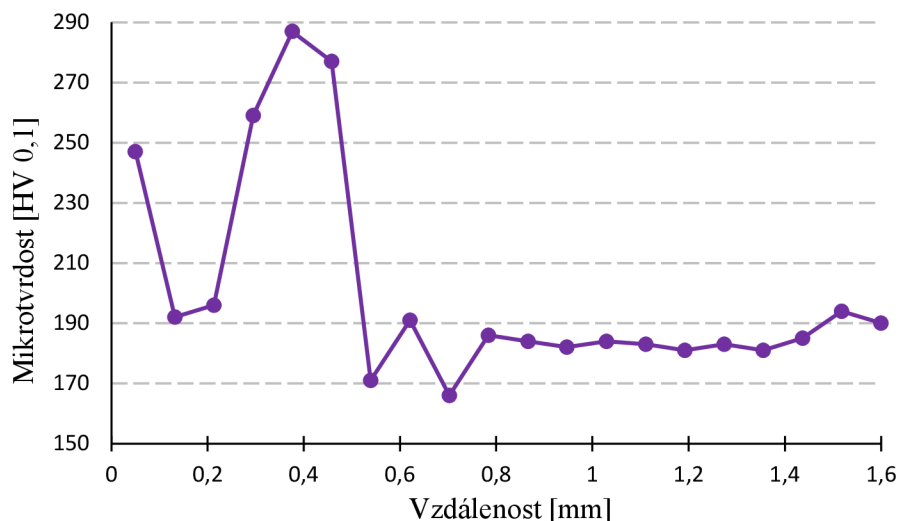
U vzorku A2, přetaveného proudem 22 mA, byla rovněž změřena mikrotvrdość přetavené vrstvy. Vtisky byly vedeny tak, aby procházely útvarem pod povrchem s odlišnou lící strukturou a zároveň tepelně ovlivněnou oblastí na rozhraní mezi přetavenou vrstvou a nepřetaveným

substrátem, jak je uvedeno na Obr. 45. Druhý a třetí vtisk měří mikrotvrdość útvaru s odlišnou lící strukturou a osmý vtisk měří mikrotvrdość uprostřed tepelně ovlivněné oblasti.



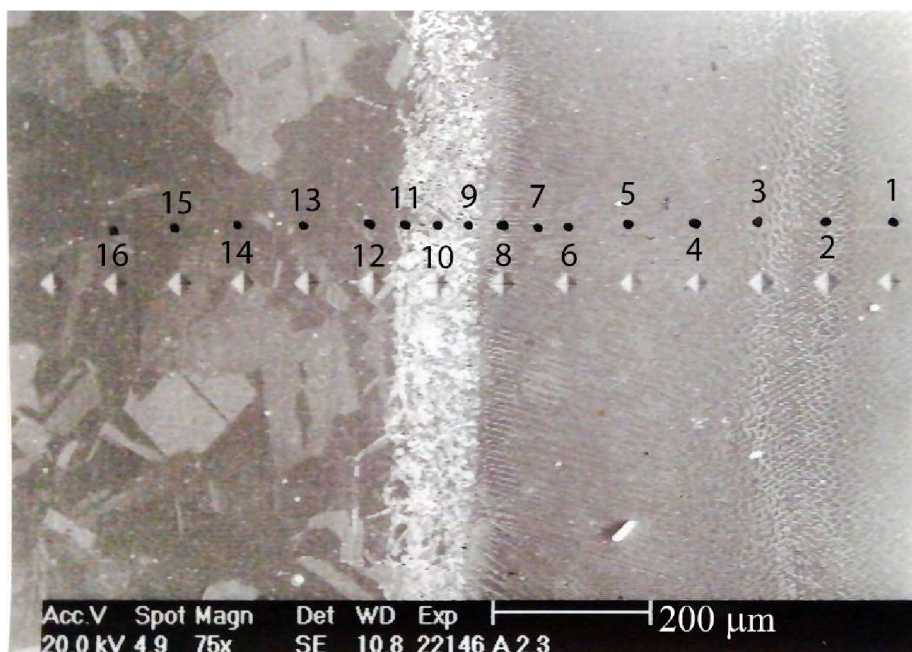
Obr. 45 Umístění vtisků pro měření mikrotvrdości na vzorku A2

Na Obr. 46 je výsledná závislost mikrotvrdości na vzdálenosti od povrchu vrstvy, ze které je patrné, že tvrdost v oblasti s odlišnou lící strukturou výrazně klesla z hodnoty 247 HV_{0,1}, změněné na prvním vtisku, na hodnotu 191 HV_{0,1} ve druhém vtisku a 196 HV_{0,1} ve třetím vtisku. Nejvyšší naměřená hodnota tvrdosti (287 HV_{0,1}) byla na pátém vtisku, který se nachází zhruba v polovině vzdálenosti mezi oblastí s odlišnou lící strukturou a tepelně ovlivněnou oblastí na rozhraní mezi přetavenou vrstvou a substrátem. Tvrdost tepelně ovlivněné oblasti vyznačuje osmý vtisk s hodnotou tvrdosti 191 HV_{0,1}, což je hodnota nepatrně vyšší než tvrdost zbytku substrátu (cca 185 HV_{0,1}). Okolo tepelně ovlivněné oblasti tvrdost lehce klesla na hodnotu 171 HV_{0,1} v přetavené vrstvě a hodnotu 166 HV_{0,1} v nepřetaveném substrátu.



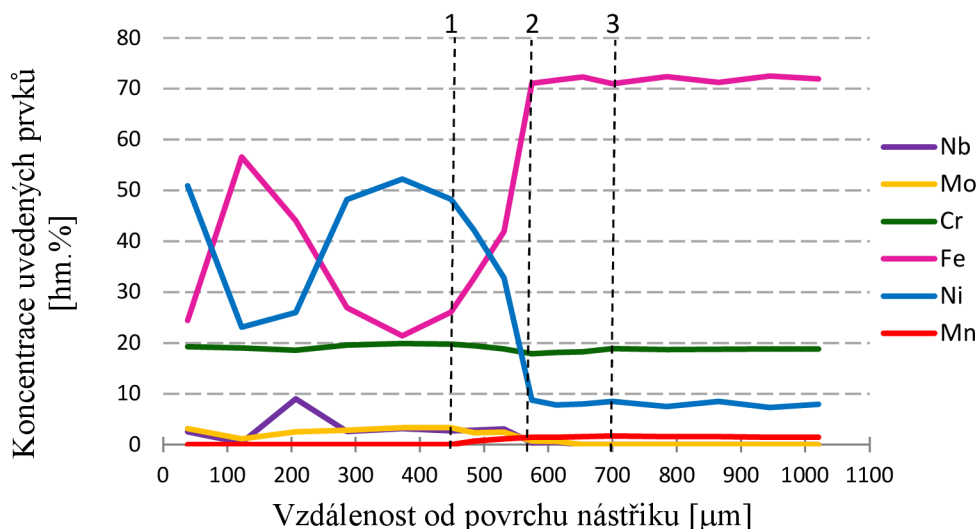
Obr. 46 Výsledná závislost mikrotvrdości na vzdálenosti od povrchu přetaveného vzorku A2

U stejného vzorku, na kterém je přítomna výše popsaná strukturální nehomogenita a tepelně ovlivněná oblast, byla provedena také bodová analýza chemického složení, stejně jako na vzorku P. Poloha jednotlivých bodů analýzy chemického složení je na Obr. 47, kde je vidět, že bylo změřeno chemické složení jak strukturální nehomogenity, tak tepelně ovlivněné oblasti.



Obr. 47 Umístění bodů při bodové analýze chemického složení vzorku přetaveného 22 mA.

Z výsledné závislosti koncentrace Nb, Mo, Cr, Fe, Ni a Mn na vzdálenosti od povrchu nástřiku (Obr. 48) vyplývá, že v místě strukturální nehomogenity, ve vzdálenosti zhruba 120 až 200 μm , je výrazně nižší obsah niklu a vyšší obsah železa, než by měl být v této části vrstvy, kde se má nacházet téměř čistý Inconel 718. Z toho vyplývá, že tato oblast je nehomogenní jak svojí strukturou, tak i chemickým složením. Čárkovaná čára číslo 1 v Obr. 48 označuje přibližně místo původního rozhraní vrstvy a substrátu. Je to zároveň místo, kde začíná výrazně klesat obsah niklu a stoupat obsah železa. Od tohoto místa dále dochází k výskytu manganu, který je obsažen v substrátu, což indikuje, že v těchto místech se nachází austenitická slitina AISI 304 promíchaná se slitinou IN718. Čárkované čáry číslo 2 a 3 označují tepelně ovlivněnou oblast na rozhraní přetavené vrstvy a nenataveného substrátu, v tomto rozmezí vzdáleností je koncentrace molybdenu a niobu rovna nule a obsah železa a niklu je na úrovni hodnot substrátu. Z toho vyplývá, že se opravdu jedná pouze o tepelně ovlivněnou oblast, ve které nedošlo k natavení a tím pádem i k promíchání austenitické oceli se slitinou IN718. Ve vzdálenosti větší než 700 μm se nachází zcela neovlivněný substrát s chemickým složením odpovídajícím slitině AISI 304.



Obr. 48 Závislost koncentrace Nb, Mo, Cr, Fe, Ni a Mn na vzdálenosti od povrchu nástřiku.

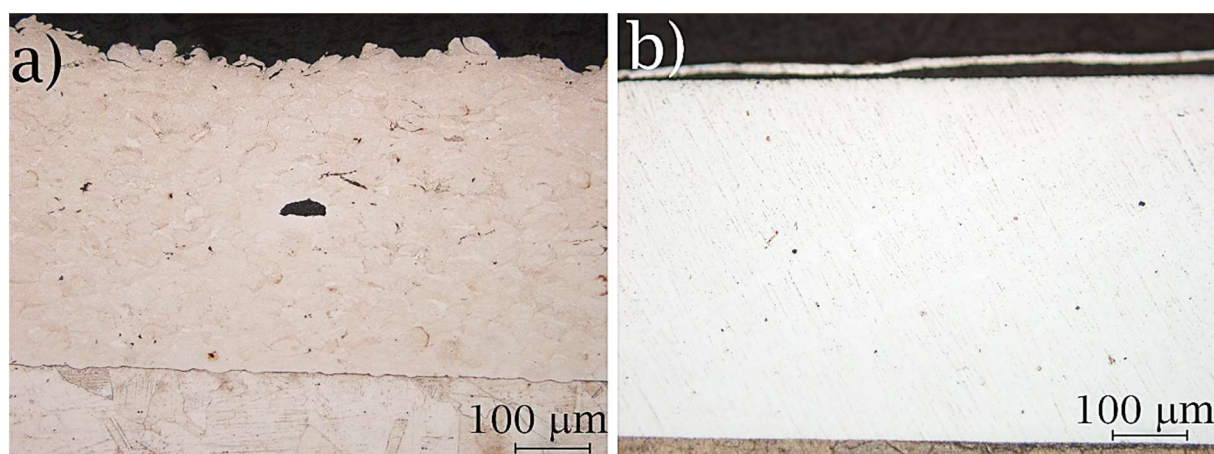
6.3 Porovnání vrstev vytvořených metodou CS před a po přetavení elektronovým paprskem

6.3.1 Nerovnosti na povrchu a rozhraní mezi vrstvou a substrátem.

Na Obr. 49a jsou zřetelné výrazné nerovnosti na povrchu nepřetavené vrstvy nanesené metodou CS. Tyto nerovnosti jsou způsobeny vyčnívajícími zdeformovanými částicemi, které byly na vrstvu nanášeny jako poslední. V této poslední řadě nanesených částic je rovněž vysoká koncentrace trhlin a pórů, vytvořených nedokonalým spojením částic. Takovéto nerovnosti na povrchu po nanášení vrstvy metodou CS, jsou pro další použití zcela nepřijatelné a před použitím takovéto součásti musí být nějakým způsobem eliminovány. Jemnější nerovnosti lze pozorovat i na rozhraní mezi nepřetavenou vrstvou a substrátem. Nerovnosti na rozhraní jsou v tomto případě tvořeny deformací substrátu vlivem narážení částic pohybujících se vysokou rychlostí na povrch relativně měkkého substrátu. Vznik nerovností na rozhraní mezi vrstvou a substrátem je žádoucí, právě díky těmto nerovnostem jsou jednotlivé částice uchyceny na substrátu a mohou tak vytvořit soudržnou vrstvu na jeho povrchu.

Na Obr. 49b je vrstva vytvořena metodou CS a následně přetavena elektronovým paprskem. Oproti vrstvě nepřetavené elektronovým paprskem má tato vrstva výrazně hladší povrch bez přítomnosti výrazných nerovností, ale nad jejím povrchem se u všech přetavených stop vzorku A2 a na vzorku B u stopy přetavené 19 mA, objevuje vrstvička tenká cca 30 μm , jejíž původ vzniku v této práci nebyl odhalen. Jedna z pravděpodobných verzí vzniku této vrstvičky nad povrchem přetavené vrstvy je blíže nespecifikovaná chyba při přípravě metalografických výbrusů ze vzorku A2 a jedné přetavené stopy vzorku B, protože na ostatních vzorcích připravovaných v jiné dny tyto vrstvičky přítomny nejsou. Nově vzniklé rozhraní mezi přetavenou vrstvou a nenataveným substrátem je rovněž výrazně hladší než původní rozhraní vzniklé při vytváření vrstvy metodou CS.

Takto výrazné vymizení nerovností na povrchu přetavené vrstvy i na rozhraní mezi vrstvou a substrátem, pokud došlo k jeho přetavení, je pozorováno u všech vzorků, které byly vytvořeny pro účely této diplomové práce.

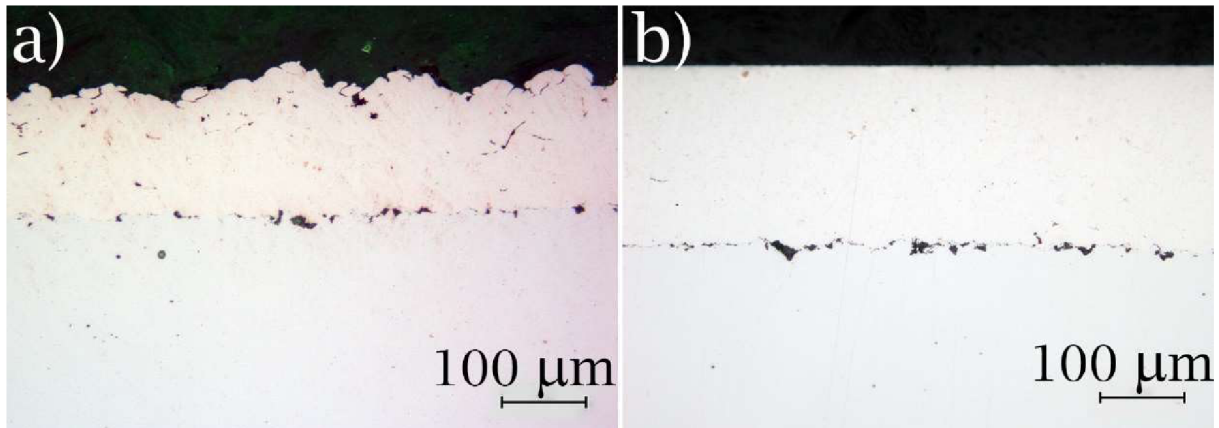


Obr. 49 a) Povrch vrstvy nanesené metodou CS před přetavením elektronovým paprskem. b) Povrch vrstvy přetavené elektronovým paprskem.

6.3.2 Pórovitost vrstev

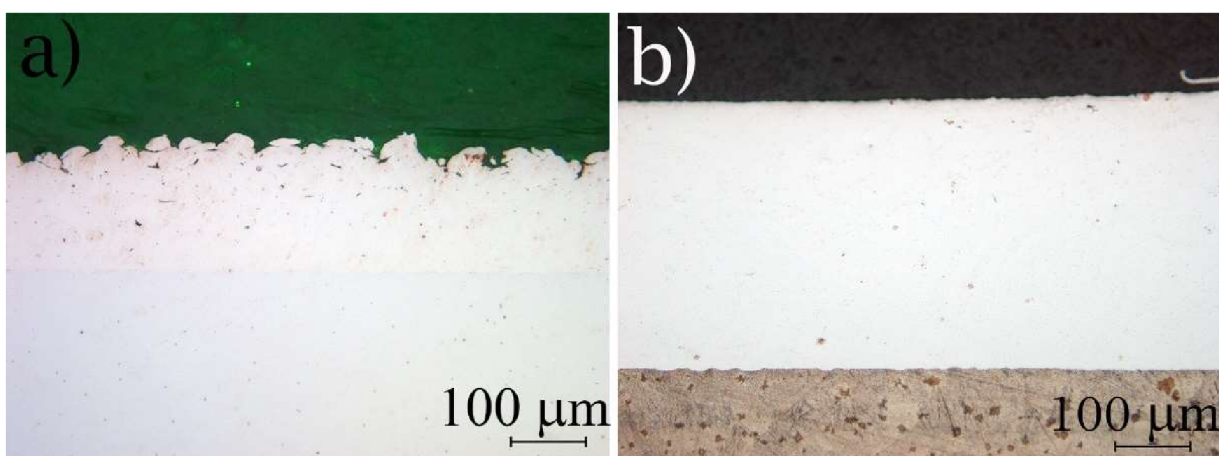
Jak již bylo popsáno v kapitole 3.5, pórovitost je základní vlastnost vytvořené vrstvy, která ovlivňuje téměř všechny její další vlastnosti. U niklových slitin, která je použita i v této práci, je nutné dosažení pórovitosti maximálně 0,2 %. Vrstvy s pórovitostí maximálně 0,2 % jsou korozi odolné a mají přijatelné mechanické vlastnosti [18].

Pórovitost byla měřena u všech nanesených a následně přetavených vrstev, které byly vytvořeny v rámci této diplomové práce. Nejvyšší hodnota pórovitosti byla naměřena na nepřetavené vrstvě nanesené metodou CS na pískovaný substrát, dále vzorek P. Tato hodnota činila 1,83 % což je výrazně vyšší hodnota než požadovaných 0,2 % [18] a lze tedy předpokládat, že takto vytvořená vrstva Inconelu 718, není dostatečně korozivzdorná a nemá ani výhodné mechanické vlastnosti. Po přetavení vzorku P, byla naměřena přibližně desetkrát nižší hodnota pórovitosti, než před přetavením a to pouhých 0,18 %. To znamená, že vrstva přetavená elektronovým paprskem splňuje podmínku max. 0,2 % pórovitosti a má tak předpoklad k tomu, že bude korozivzdorná s výhodnými mechanickými vlastnostmi. Náhled na pórovitost nepřetaveného a přetaveného vzorku P je na Obr. 50.



Obr. 50 a) Vrstva nanesená na pískovaný substrát metodou CS. b) Stejná vrstva přetavená elektronovým paprskem.

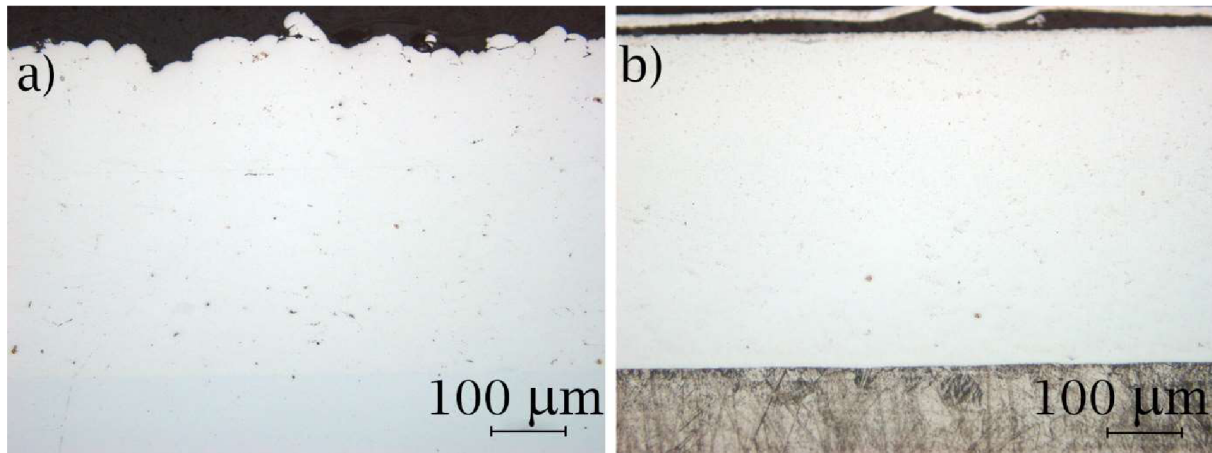
Druhé nejvyšší hodnoty pórovitosti, a to 0,68 %, dosáhla nepřetavená vrstva nanesená na broušený substrát metodou CS, dále vzorek B. Tato hodnota je sice výrazně nižší než pórovitost nepřetaveného vzorku P, avšak stále není natolik nízká, aby splnila předpoklad ke vzniku korozivzdorné vrstvy s dobrými mechanickými vlastnostmi. Po přetavení vzorku B, došlo k vytvoření vrstvy se sedmnáctkrát nižší hodnotou pórovitosti tedy s 0,04 %. Takto nízká hodnota pórovitosti slibuje výhodné mechanické a korozní vlastnosti vrstvy. Stav pórovitosti vzorku B před přetavením a po přetavení je na Obr. 51.



Obr. 51 a) Vrstva nanesená na broušený substrát metodou CS. b) Stejná vrstva přetavená elektronovým paprskem.

Nejnižší hodnotu pórovitosti v nepřetaveném stavu vykazoval vzorek A, na který byla vrstva nanášena rovněž metodou CS na broušený substrát. Hodnota pórovitosti v tomto případě byla 0,54 %, což není tak výrazný rozdíl oproti nepřetavenému vzorku B a rovněž není splněna

podmínka 0,2% pórovitosti [18] pro předpoklad vzniku kvalitní vrstvy. Po přetavení byla pórovitost snížena 27krát na hodnotu 0,02 %. Hodnota po přetavení je nejnižší dosažená hodnota pórovitosti v této práci. Přetavená vrstva vzorku A má tedy nejlepší předpoklady k dosažení dobré korozivzdornosti a výhodných mechanických vlastností. Náhled na vzorek A před a po přetavení elektronovým paprskem je na Obr. 52.



Obr. 52 a) Nepřetavený vzorek A. b) Přetavený vzorek A.

Všechny vrstvy nanesené metodou CS dosahují vysokých hodnot pórovitosti, čímž nesplňují podmínku pro předpoklad vytvoření korozivzdorné vrstvy s výhodnými mechanickými vlastnostmi. Avšak po přetavení elektronovým paprskem již všechny vrstvy vykazovaly pórovitost nižší než 0,2 %, což všem těmto přetaveným vrstvám dalo předpoklad ke korozivzdornosti a přijatelným mechanickým vlastnostem.

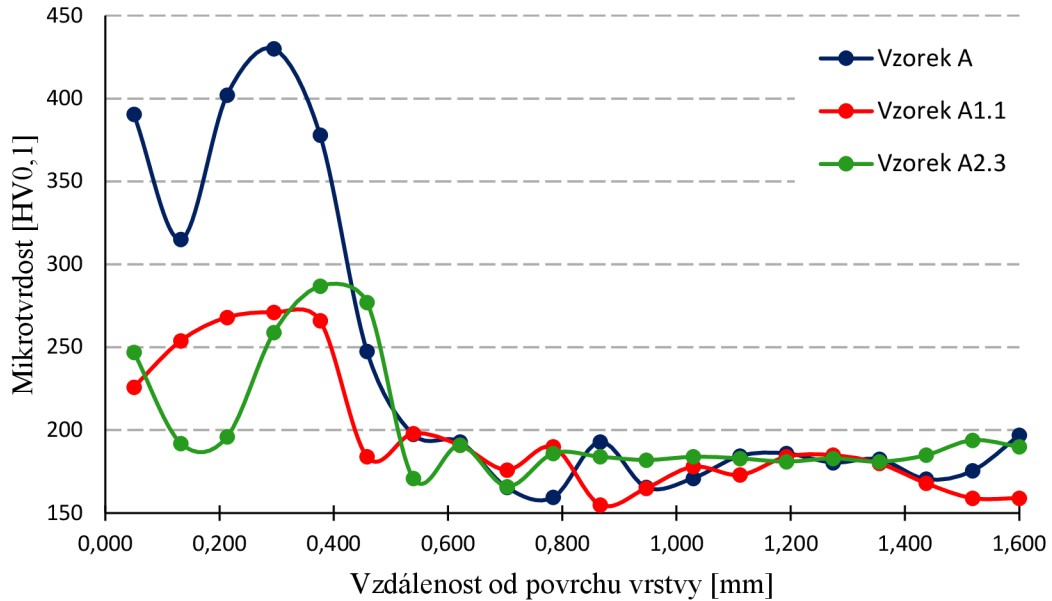
6.3.3 Mikrostruktura

Vrstva nanesená metodou CS má ve všech případech stejnou mikrostrukturu, která je dokumentována Obr. 27. Zde je možné od sebe zřetelně odlišit jednotlivé, deformované částice prášku IN718, které tvoří souvislou vrstvu. Uvnitř jednotlivých částic lze pozorovat jejich deformovanou původní licí strukturu, viz. Obr. 20.

Po přetavení takto vytvořených vrstev elektronovým paprskem již ve struktuře nelze rozeznat jednotlivé částice prášku IN718. Přetavená vrstva má výraznou licí strukturu s viditelnými kolumnárními dendrity (Obr. 40). U vzorku přetaveného proudem 22 mA (Obr. 43), došlo k vytvoření široké tepelně ovlivněné oblasti mezi přetavenou vrstvou a nenataveným substrátem. Tepelně ovlivněnou oblast lze pozorovat i na dalších vzorcích a její šířka se liší v závislosti na použitém proudu při přetavení. Další mikrostrukturní zvláštností je podlouhlý útvar, těsně pod povrchem přetavené vrstvy, vytvořený rovněž na vzorku přetaveném proudem 22 mA. Tento útvar se od okolní struktury odlišuje o poznání tmavšími hranicemi licích zrn, které značí, že zde došlo k vyloučení blíže nespécifikovaných precipitátů po hranicích zrn. Bodovou analýzou chemického složení bylo zjištěno, že v této oblasti došlo k výraznému promíchání tavenin vrstvy IN718 se substrátem AISI 304. Což v kombinaci s nižší rychlostí ochlazování mohlo mít za následek vyloučení blíže neurčených precipitátů po hranicích licích zrn.

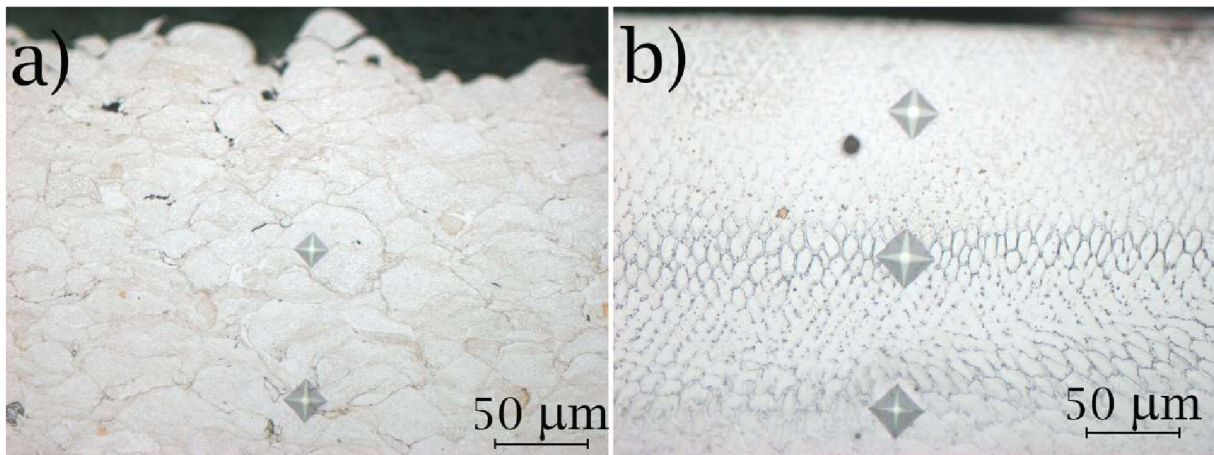
6.3.4 Mikrotvrdość

U vzorku A s průměrnou tloušťkou vrstvy 440 μm byla změřena mikrotvrdość po nanesení vrstvy metodou CS (vzorek A), a po přetavení elektronovým paprskem s proudem 17 mA (Vzorek A1.1) a s proudem 22 mA (Vzorek A2.3). Hodnoty mikrotvrdości jsou uvedeny na Obr. 53, v závislosti na vzdálenosti od povrchu vrstvy.



Obr. 53 Porovnání tvrdosti jednotlivých vzorků v závislosti na vzdálenosti od povrchu vrstvy.

Z Obr. 53 je patrné, že tvrdost vrstvy po přetavení výrazně klesla z nejvyšší hodnoty 430 HV_{0,1} na hodnotu okolo 270 HV_{0,1}. Na vzorcích A a A2.3 je ve vzdálenosti 0,13 mm výrazný propad tvrdosti, avšak oba tyto propady mezi sebou nemají přímou vazbu. U vzorku A je propad tvrdosti zapříčiněn vyhotovením vtisku do místa pórů vzniklých na hranicích deformovaných částic. Zatímco propad tvrdosti na vzorku A2.3 je způsoben strukturální nehomogenitou s odlišnou lící strukturou než zbytek vrstvy, která vznikla kombinací promíchání slitiny IN718 se slitinou AISI 304 a pomalejším ochlazováním v tomto místě. Obě tyto situace jsou na Obr. 54.



Obr. 54 a) Vzorek A, druhý vtisk od povrchu vzorku do místa pórů. b) Druhý a třetí vtisk do místa strukturální nehomogenity.

7 Diskuze a rozbor výsledků

Při analýze vrstev nanesených metodou CS byla zjištěna pórovitost těchto vrstev, která byla v případě vzorku P 1,38 %, u vzorku B 0,68 % a u vzorku A 0,54 %. Tyto hodnoty jsou výrazně nižší než hodnota pórovitosti dosažená v článku [19], která činila $2,31 \pm 0,61$ %, přičemž všechny tyto vrstvy byly nanесeny s téměř stejnými procesními parametry, tedy s použitím dusíku o teplotě 1000 °C a tlaku 5 MPa jako procesního plynu, rozdílný byl však materiál substrátu, kdy v článku [19] je použit Inconel 718 a v této práci je substrát tvořen austenitickou ocelí AISI 304. Takto velký rozdíl v naměřené pórovitosti může být způsoben například rozdílným přístupem k měření pórovitosti, kdy autoři článku [19] mohli mít lepší vybavení, které dokázalo rozeznat i jemnější póry, které analýza v této diplomové práci odhalit nedokázala. Případně mohlo při přípravě metalografických vzorků P, B a A, pro hodnocení pórovitosti dojít k nechtěnému zaleštění jemných pórů okolním materiálem, takže nebylo možné tyto jemné póry na leštěném povrchu identifikovat. Tato teorie by vysvětlovala i velmi rozdílné hodnoty pórovitosti v rámci vzorků P, B a A, které byly všechny nanесeny s úplně stejnými procesními parametry. Tuto teorii podporuje i mikrostrukturní analýza naleptaných vzorků P, B a A, na které je možné od sebe odlišit jednotlivé deformované částice Inconelu 718, právě díky velmi jemným pórům, vzniklým nedokonalým spojením jednotlivých částic, jak je vidět například na Obr. 27.

Po přetavení byla pórovitost vzorku P 0,18 %, u vzorku B 0,04 % a u vzorku A 0,02 %. Díky velkým rozdílům mezi jednotlivými vzorky je možné, že vyhodnocení pórovitosti bylo opět zatíženo stejnou chybou jako před přetavením. Avšak protože je tato chyba pravděpodobně přítomna na všech vzorcích vytvořených v rámci této práce, je možné s jistotou stanovit, že pórovitost po přetavení vrstvy elektronovým paprskem výrazně klesla. S velkou pravděpodobností lze rovněž tvrdit, že hodnota pórovitosti přetavené vrstvy se pohybuje pod 0,2 %, a lze u ní očekávat přijatelné mechanické vlastnosti a přijatelnou odolnost proti korozi.

Protože nebylo možné dohledat publikace zabývající se přetavováním elektronovým paprskem, vrstev IN718, nanesených metodou CS, není tak možné porovnat dosažené výsledky s ostatními autory zabývajícími se touto problematikou. Je tedy možné pouze shrnout, že po přetavení elektronovým paprskem se výrazně změnila mikrostruktura vrstvy, kdy již není možné od sebe odlišit jednotlivé částice a mikrostruktura je tvořena kolumnárními dendrity a jemnými licími zrny, jak je na Obr. 35, Obr. 39 a Obr. 43. Po přetavení elektronovým paprskem také došlo ke snížení mikrotvrlosti vrstvy z nejvyšší dosažené hodnoty 430 HV_{0,1} na hodnotu cca 270 HV_{0,1}.

U stopy přetavované proudem 22 mA na vzorku A2 byly zaznamenány dvě výrazné oblasti, které se na ostatních vzorcích téměř nevyskytovaly. První oblastí byla velmi široká tepelně ovlivněná oblast na rozhraní mezi přetavenou vrstvou a nenataveným substrátem, která se nachází ve vzdálenosti 580 až 700 μm od povrchu vrstvy (Obr. 44). Tato oblast má mikrotvrdot 191 HV_{0,1}, což je hodnota srovnatelná s tepelně neovlivněným substrátem. V blízkém okolí této oblasti došlo z obou stran k mírnému poklesu mikrotvrlosti na hodnotu 171 HV_{0,1} v natavené vrstvě a hodnotu 166 HV_{0,1} v nenataveném substrátu (Obr. 46). Bodová analýza chemického složení (Obr. 48) ukázala, že přechodová vrstva má stejné chemické složení jako nenatavený substrát, což potvrzuje, že se jedná pouze o velmi širokou tepelně ovlivněnou oblast, ve které nedošlo k natavení a promíchání slitiny AISI 304 se slitinou IN718. Pouze zde pravděpodobně došlo ke tvorbě jemnější struktury s možným vyloučením blíže nespecifikovaných precipitátů.

Druhou výraznou oblastí byla rozsáhlá strukturní nehomogenita (Obr. 43), rozprostírající se pod povrchem přetavené vrstvy. Vyznačuje se výrazně odlišnou mikrostrukturou, mikrotvrdotí

i chemickým složením. Mikrotvrdost přetavené vrstvy se u vzorku bez strukturní nehomogenity pohybuje okolo 270 HV_{0,1}, přičemž v oblasti strukturní nehomogenity je mikrotvrdost pouze cca 193 HV_{0,1}. Snížení mikrotvrdosti je pravděpodobně způsobeno odlišným chemickým složením této části vrstvy, kdy zde došlo k výraznému promíchání roztavené slitiny IN718 s roztaveným substrátem AISI 304. Promíchání těchto dvou slitin v kombinaci nízkého odvodu tepla z této části vrstvy pravděpodobně umožnilo tvorbu precipitátů, které je možné pozorovat jako výrazně tmavé hranice licích zrn.

8 Závěr

Po nanesení vrstvy slitiny IN718 metodou CS byla ve všech případech zjištěna příliš vysoká pórovitost, která přesahovala již několikrát zmíněnou hodnotu 0,2 % pro získání přijatelných vlastností niklových vrstev. Díky tomu je pravděpodobné, že vzniklé vrstvy by měly špatnou odolnost proti korozi a snížené mechanické vlastnosti. Tyto vlastnosti, ale nebyly předmětem zkoumání této závěrečné práce, takže nelze s jistotou tvrdit, že tomu tak v tomto případě doopravdy je. Tato práce hodnotí vrstvy převážně z mikrostrukturního hlediska a bylo prokázáno, že po přetavení těchto vrstev elektronovým paprskem, dojde k výraznému snížení pórovitosti, homogenizaci mikrostruktury a snížení tvrdosti. Rovněž bylo zjištěno, že aby nedošlo k tvorbě nežádoucích strukturních nehomogenit, které mají nižší tvrdost a odlišné chemické složení než okolní přetavená vrstva, nesmí být natavena příliš velká část substrátu. To by mělo pravděpodobně zabránit takto výraznému promíchání substrátu s materiálem vrstvy a výraznému snížení tvrdosti v části vrstvy. Další možností, jak se vyhnout snížení tvrdosti uprostřed vrstvy vlivem promíchání materiálu vrstvy se substrátem, je použít jako substrát stejný, případně velmi podobný materiál, který je použit pro vytvoření vrstvy.

Metoda CS je pro výrobu vrstev z Inconelu 718 relativně nákladná, kvůli vysoké spotřebě drahých procesních plynů (N_2 , H_2). Zařízení umožňující přetavení elektronovým paprskem je rovněž poměrně drahé, navíc je jeho použití výrazně omezeno pouze na součásti o omezených rozměrech, které je možné vložit do vakuové komory. Spojení těchto dvou metod je tedy výrazně omezeno z ekonomického i konstrukčního hlediska. Potenciál využití těchto dvou metod tedy spočívá převážně v leteckém a raketovém průmyslu, kde se obvykle využívají drahé materiály a součásti, kdy by právě tyto dvě metody mohly zajistit kvalitní opravu komponent, jejichž výměna by byla daleko nákladnější než oprava tímto způsobem. Pro konkrétní stanovení možností využití spojení metody CS s přetavením elektronovým paprskem u vrstev z IN718 je však ještě nutné zjistit jejich mechanické vlastnosti, odolnost proti korozi a oxidaci za vysokých teplot, případně ještě provést například kavitační testy a další. Dále by mohlo být z konstrukčního hlediska zajímavé i nahrazení elektronového paprsku laserem. Laser pro své fungování nevyžaduje vakuum, takže zde nejsou žádné limitní rozměry součástí, které lze přetavit. Zdroj laseru lze dokonce umístit na robotické rameno, které následně může umožnit přetavení i hůře dostupných míst. Na druhou stranu přetavování bez přítomnosti vakua, případně inertních plynů, může vést i ke mnoha nežádoucím jevům, například ke vzniku oxidů v průběhu přetavování. Jelikož však přetavování laserem není součástí této práce, nejsou zde podrobně analyzovány ani výhody a nevýhody této metody. Pro další práce by však mohlo být zajímavé vzájemné porovnání dosažených výsledků přetavením vrstvy IN718 pomocí elektronového paprsku a pomocí laseru, aby bylo možné stanovit, která z těchto dvou metod s sebou přináší více výhod pro následné použití při přetavování vrstev IN718 v komerční sféře.

Seznam literatury

- [1] Alloy718. *NeoNickel* [online]. Blackburn, UK [cit. 2020-06-19]. Dostupné z: <https://www.neonickel.com/cs/alloys/slitiny-niklu/alloy-718/>
- [2] YIN, S., P. CAVALIERE, B. ALDWELL, R. JENKINS, H. LIAO, W. LI a R. LUPOI. Cold spray additive manufacturing and repair: Fundamentals and applications. *Additive Manufacturing*. Elsevier, 2018, (21), 628-650. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.04.017>. ISSN 2214-8604.
- [3] CAVALIERE, Pasquale. *Cold-spray coatings: recent trends and future perspectives*. Cham: Springer, 2018, viii, 570 stran : ilustrace. ISBN 978-3-319-67182-6.
- [4] MATLÁK, Jiří. *Modifikace povrchu kovových materiálů s využitím elektronového svazku*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2019.. Disertační práce.
- [5] WęGŁOWSKI, M.St, S BŁACHA a A PHILLIPS. Electron beam welding – Techniques and trends – Review. *Vacuum* [online]. Elsevier Ltd, 2016, **130**, 72-92 [cit. 2020-03-30]. DOI: [10.1016/j.vacuum.2016.05.004](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2016.05.004). ISSN 0042-207X.
- [6] RAOELISON, R.N., Y. XIE, T. SAPANATHAN, M.P. PLANCHE, R. KROMER, S. COSTIL a C. LANGLADE. Cold gas dynamic spray technology: A comprehensive review of processing conditions for various technological developments till to date. *Additive Manufacturing*. Elsevier, 2018, (19), 135-154. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.07.001>. ISSN 2214-8604.
- [7] POPYRIN, A., V. KOSAREV, S. KLINKOV, A. ALKHIMOV a V. FOMIN. *Cold spray technology*. London: Elsevier, 2007. ISBN 978-0-08-045155-8.
- [8] *Impact Innovations* [online]. Haun/Rattenkirchen GERMANY: Ralph Holly [cit. 2020-02-02]. Dostupné z: https://www.impact-innovations.com/en/coldgas/impactspraysystem511_en.html
- [9] ALHULAIFI, A. a G. BUCK. A Simplified Approach for the Determination of Critical Velocity for Cold Spray Processes. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. Boston: Springer US, 2014, **23**(8), 1259-1269 [cit. 2020-03-05]. DOI: [10.1007/s11666-014-0128-8](https://doi.org/10.1007/s11666-014-0128-8). ISSN 1059-9630.
- [10] SCHMIDT, T., H. ASSADI, F. GÄRTNER, H. RICHTER, T. STOLTENHOFF, H. KREYE a T. KLASSEN. From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. Boston: Springer US, 2009, **18**(5-6), 794-808 [cit. 2020-03-05]. DOI: [10.1007/s11666-009-9357-7](https://doi.org/10.1007/s11666-009-9357-7). ISSN 1059-9630.
- [11] MORIDI, A, S. GANGARAJ, S VEZZU a M GUAGLIANO. Number of Passes and Thickness Effect on Mechanical Characteristics of Cold Spray Coating. In: *Procedia Engineering* [online]. Elsevier Ltd, 2014, , s. 449-459 [cit. 2020-03-07]. DOI: [10.1016/j.proeng.2014.06.296](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.06.296). ISSN 1877-7058.
- [12] VILLAFUERTE, Julio. *Modern cold spray: materials, process, and applications*. Cham: Springer, 2015, x, 429 stran : ilustrace (některé barevné). ISBN 978-3-319-16771-8.
- [13] SPENCER, K, V LUZIN, N MATTHEWS a M.-X ZHANG. Residual stresses in cold spray Al coatings: The effect of alloying and of process parameters. *Surface & Coatings Technology* [online]. Elsevier B.V, 2012, **206**(19-20), 4249-4255 [cit. 2020-04-03]. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2012.04.034](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.04.034). ISSN 0257-8972.

- [14] LUZIN, V, K SPENCER a M.-X ZHANG. Residual stress and thermo-mechanical properties of cold spray metal coatings. *Acta Materialia* [online]. Elsevier Ltd, 2011, **59**(3), 1259-1270 [cit. 2020-04-03]. DOI: 10.1016/j.actamat.2010.10.058. ISSN 1359-6454.
- [15] BALANI, K, T LAHA, A AGARWAL, J KARTHIKEYAN a N MUNROE. Effect of carrier gases on microstructural and electrochemical behavior of cold-sprayed 1100 aluminum coating. *Surface & Coatings Technology* [online]. Elsevier B.V, 2005, **195**(2-3), 272-279 [cit. 2020-04-03]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.06.028. ISSN 0257-8972.
- [16] SRINIVASAN, D., V. CHANDRASEKHAR, R. AMUTHAN, Y. LAU a E. CALLA. Characterization of Cold-Sprayed IN625 and NiCr Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. New York: Springer US, 2016, **25**(4), 725-744 [cit. 2020-03-18]. DOI: 10.1007/s11666-016-0382-z. ISSN 1059-9630.
- [17] CHAUDHURI, A., Y. RAGHUPATHY, D. SRINIVASAN, S. SUWAS a C. SRIVASTAVA. Microstructural evolution of cold-sprayed Inconel 625 superalloy coatings on low alloy steel substrate. *Acta Materialia* [online]. Elsevier Ltd, 2017, **129**, 11-25 [cit. 2020-03-18]. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.02.070. ISSN 1359-6454.
- [18] KOIVULUOTO, H., J. LAGERBOM a P. VUORISTO. Microstructural Studies of Cold Sprayed Copper, Nickel, and Nickel-30% Copper Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. Boston: Springer US, 2007, **16**(4), 488-497 [cit. 2020-03-18]. DOI: 10.1007/s11666-007-9060-5. ISSN 1059-9630.
- [19] MA, W., Y. XIE, C. CHEN, H. FUKANUMA, J. WANG, Z. REN a R. HUANG. Microstructural and mechanical properties of high-performance Inconel 718 alloy by cold spraying. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. Elsevier B.V, 2019, **792**, 456-467 [cit. 2020-03-18]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.04.045. ISSN 0925-8388.
- [20] KAZASIDIS, M., S. YIN, J. CASSIDY, T. VOLKOV-HUSOVIĆ, M. VLAHOVIĆ, S. MARTINOVIĆ, E. KYRIAKOPOULOU a R. LUPOI. Microstructure and cavitation erosion performance of nickel-Inconel 718 composite coatings produced with cold spray. *Surface & Coatings Technology* [online]. Elsevier B.V, 2020, **382** [cit. 2020-03-18]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2019.125195. ISSN 0257-8972.
- [21] SCHULTZ, Helmut. *Electron beam welding*. Cambridge: Abington ; Woodhead, 1993, viii, 232 s. : il. ; 25 cm. ISBN 1-85573-050-2.
- [22] MATLÁK, Jiří. *Povrchové zpracování vybraných ocelí pomocí elektronového svazku*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2013, 61, [43] listů + 1 CD-ROM.. Diplomová práce.
- [23] FORET, Zdeněk. *Návrh koncepce a vývoj jednoúčelového rastrovacího elektronového mikroskopu*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2010.. Disertační práce.
- [24] VOLKER, A., U. CLAUß a D. DOBENECK. *Electron beam welding: The fundamentals of a fascinating technology*. Germany: pro-beam AG & Co. KGaA, 2011. ISBN 962-0-12-254876-3.

- [25] NOVOTNÝ, David. *Vliv přetavení elektronovým paprskem na binární směsi deponované metodou cold spray*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2018, 50 stran.. Bakalářská práce.
- [26] HASAN, M., J. ZHAO a Z. JIANG. A review of modern advancements in micro drilling techniques. *Journal of Manufacturing Processes* [online]. Elsevier B.V, 2017, **29**, 343 [cit. 2020-04-07]. DOI: 10.1016/j.jmapro.2017.08.006. ISSN 1526-6125.
- [27] *Pro beam* [online]. Germany: pro-beam GmbH & Co. KGaA, 2020 [cit. 2020-04-07]. Dostupné z: <https://www.pro-beam.com/en/contractmanufacturing/mikrobohren/>
- [28] WU, Y., W. LIAO, F. WANG et al. Effect of electron beam remelting treatments on the performances of plasma sprayed zirconia coatings. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. Elsevier B.V, 2018, **756**, 33-39 [cit. 2020-05-08]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.05.004. ISSN 0925-8388.
- [29] SINGH, R, K.-H RAUWALD, E WESSEL, G MAUER, S SCHRUEFER, A BARTH, S WILSON a R VASSEN. Effects of substrate roughness and spray-angle on deposition behavior of cold-sprayed Inconel 718. *Surface & Coatings Technology* [online]. Elsevier B.V, 2017, **319**, 249-259 [cit. 2020-06-03]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2017.03.072. ISSN 0257-8972.
- [30] WONG, W., E. IRISSOU, P. VO, M. SONE, F. BERNIER, J.-G. LEGOUX, H. FUKANUMA a S. YUE. Cold Spray Forming of Inconel 718. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2012, **22**(2-3), 1-9 [cit. 2020-06-03]. DOI: 10.1007/s11666-012-9827-1. ISSN 10599630.
- [31] PÉREZ-ANDRADE, L.I, F GÄRTNER, M VILLA-VIDALLER, T KLASSEN, J MUÑOZ-SALDAÑA a J.M ALVARADO-OROZCO. Optimization of Inconel 718 thick deposits by cold spray processing and annealing. *Surface & Coatings Technology* [online]. Elsevier B.V, 2019, **378** [cit. 2020-06-03]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2019.124997. ISSN 0257-8972.

9 Seznam použitých zkratek

IN718		Inconel 718
CS		Cold spray
HVOF		High Velocity Oxygen Fuel
$V_{kritická}$	$[m \cdot s^{-1}]$	Kritická rychlost částic
V_{eroze}	$[m \cdot s^{-1}]$	Rychlost částic, kdy dojde k erozi substrátu
P	[%]	Celková erodovaná plocha
P_o	[%]	Celková plocha sondy
EB		Elektronový paprsek
MO		Magnetická optika
F_L	[N]	Lorentzova síla
q	[C]	Velikost náboje
E	$[N \cdot C^{-1}]$	Intenzita elektrického pole
v	$[m \cdot s^{-1}]$	Rychlost
B	[T]	Velikost magnetické indukce
HAZ		Tepelně ovlivněná zóna
EDS		Energiově disperzní spektrometr
SE		Sekundární elektrony
REM		Rastrovací elektronový mikroskop
KSS		Kinetic Spray Solutions