



# 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

# ANALÝZA PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKOVÝCH MATERIÁLŮ V TECHNOLOGII RF-ICP

POWDER FEEDING ANALYSIS IN RF-ICP

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Rostislav Zlatník

## VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jan Čížek, Ph.D.

BRNO 2018





## Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Student: **Rostislav Zlatník**  
Studijní program: Strojírenství  
Studijní obor: Základy strojního inženýrství  
Vedoucí práce: **Ing. Jan Čížek, Ph.D.**  
Akademický rok: 2017/18

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 bakalářské práce:

### **Analýza parametrů podávání práškových materiálů v technologii RF-ICP**

#### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Technologie RF-ICP (radiofrekvenční indukčně vázané plasma) je nová, v ČR zcela ojedinělá technologie, určená k přípravě povrchových vrstev na substrátech. Díky svým specifickým (např. možnost kontrolované atmosféry) je její budoucí využití plánováno mj. na přípravu vzorků pro fúzní aplikace.

Podobně jako technologie žárového nanášení i RF-ICP vychází z použití materiálů v podobě jemných prášků (např. W, Hf, Ti, Y). Tyto - nejčastěji komerčně vyráběné - vstupní materiály se liší některými svými významnými vlastnostmi, jako např. granulometrie (velikost částic), tvar, vnitřní porozita (a tudíž hustota). Těmto faktorům při použití technologie RF-ICP musejí být přizpůsobeny i podmínky, za kterých je prášek do přístroje dodáván.

Úkolem studenta v rámci bakalářské práce bude analýza vlivu vybraných parametrů podávání prášků (např. celkový objem prášku v podavači, frekvence vibrací podavače) na podávané množství a to s ohledem na charakteristiky použitého prášku.

#### **Cíle bakalářské práce:**

Vypracovat rešerši o základních charakteristikách technologie RF-ICP.

Z dostupných zdrojů zvolit 2-3 prášky s dostatečně odlišnými vlastnostmi.

Provést analýzu aktuálně podávaného množství prášku v závislosti na použitých parametrech podavače.

Korelovat získaná data s vlastnostmi použitých prášků.

**Seznam doporučené literatury:**

DAVIS, J. R. Handbook of Thermal Spray Technology. ASM International, 338p, 2004. ISBN: 978-1-61503-996-8.

KOVARIK, O., XUE, S., FAN, X., BOULOS, M. RF plasma deposition of refractory metals: Case study for tungsten. Proceedings of the 2006 International Thermal Spray Conference, pp.215-218, 2003.

BOULOS, M. I. New frontiers in thermal plasmas from space to nanomaterials. Nuclear Engineering and Technology, vol. 44(5), pp.1-8, 2012. DOI : 10.5516/NET.77.2012.001.

Tekna Systems. SY170 15kW induction plasma system original operating manual, 98p, 2017.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18.

V Brně, dne 26. 10. 2017



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSC.  
ředitel ústavu

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

## Abstrakt

Práce je zaměřena na technologii radiofrekvenčního indukčně vázaného plazmatu, která se používá na depozici vrstev. V rámci práce jsme se zaměřili na dva cíle.

První se zabíral problematikou práškového podavače pracujícího na vibračním principu a použitého v přístroji využívající indukčně vázané plazma. Cílem je zjištění jeho vlastností, závislosti na odlišných vstupních parametrech a pracovních podmínkách a ověření vhodnosti jeho použití pro tuto aplikaci. Předpokladem bylo zjištění ideální konfigurace podavače pro podávání daného prášku, ale po celkovém zhodnocení vlastností podavače byl uznán jako nevhodný pro tuto aplikaci.

Druhým cílem práce je nástřik wolframových vrstev ze tří odlišných wolframových prášků. Nástřiky pomocí technologie indukčně vázané plasmy přináší slibné výsledky, ale je třeba se této problematice do budoucna intenzivně věnovat.

## Summary

The work is focused on the problematics of inductively coupled plasma, which is used for deposition of layers. We focused on two goals in the work.

The first one focused on powder feeder, which is working on the vibration principle and is used in an apparatus that is using inductively coupled plasma. The aim is to determine its properties, dependence on different input parameters and working conditions. It is important to verify the suitability of its use for this kind of application. The assumption was to find the ideal configuration of the feeder for the given powder. After an overall assessment of the feeder properties, it was recognized as inappropriate for this application.

The second goal is to spray tungsten layers with three different tungsten powders. Layers made with an inductively coupled plasma technology delivers promising results, but this issue needs to be intensively addressed in the future.

## Klíčová slova

jaderná fúze, práškový podavač, ITER, RF-ICP, radiofrekvenčně řízené indukčně vázané plazma, wolfram, nástřiky, vakuová depozice vrstev

## Keywords

nuclear fusion, powder feeder, ITER, RF-ICP, inductively coupled plasma, tungsten, coatings, vacuum layers

ZLATNÍK, R. *ANALÝZA PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKOVÝCH MATERIÁLŮ V TECHNOLOGII RF-ICP*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 52 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jan Čížek, Ph.D..



Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně a s použitím uvedené literatury a pramenů.

Rostislav Zlatník



Chtěl bych poděkovat všem těm, kteří mi pomohli při psaní práce ať už přímo, či nepřímo. Největší poděkování patří vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Janu Čížkovi, Ph.D. za možnost této práce, cenné rady, připomínky a velkou trpělivost. Velice rád bych také poděkoval Ing. Jakubovi Klečkovi za pomoc při měření, vysvětlení nejasností a velké pomoci s daty na konci práce. V neposlední řadě bych rád poděkoval mé rodině, spolubydlícímu Bc. Andrejovi Bližňákovi a přátelům.

Rostislav Zlatník

# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Rešerše literatury</b>	<b>3</b>
2.1	Jaderná fúze . . . . .	3
2.1.1	Princip jaderné fúze . . . . .	3
2.1.2	Používané materiály . . . . .	6
2.2	Metody povrchového zpracování materiálu . . . . .	9
2.2.1	Úprava materiálu samotného . . . . .	9
2.2.2	Povlaky . . . . .	10
2.3	Technologie indukčně vázaného plazmatu . . . . .	11
2.3.1	Stanovení chemických složení . . . . .	13
2.3.2	Atomizace nano-prášků . . . . .	15
2.3.3	Depozice tenkých vrstev . . . . .	15
<b>3</b>	<b>Experimentální plán</b>	<b>17</b>
3.1	Materiály . . . . .	17
3.1.1	Wolframový prášek . . . . .	17
3.1.2	Substráty . . . . .	17
3.2	RF-ICP . . . . .	18
3.2.1	Konkrétní použitý přístroj . . . . .	18
3.2.2	Systém podávání prášků . . . . .	20
3.2.3	Princip měření práškového podavače . . . . .	21
3.2.4	Příprava a charakterizace vzorků . . . . .	24
<b>4</b>	<b>Diskuse výsledků</b>	<b>27</b>
4.1	Vliv parametrů podávání prášku . . . . .	27
4.1.1	Výsledná stabilizační doba podavače . . . . .	27
4.1.2	Průběh závislosti podávání na frekvenci a amplitudě . . . . .	30
4.1.3	Vliv objemu na rychlost podávání . . . . .	34
4.1.4	Vytřizování prášku . . . . .	36
4.2	Charakteristiky deponovaných vrstev . . . . .	41
<b>5</b>	<b>Závěr</b>	<b>47</b>
	<b>Literatura</b>	<b>48</b>
<b>6</b>	<b>Seznam použitých zkratk a symbolů</b>	<b>51</b>
<b>7</b>	<b>Seznam příloh</b>	<b>52</b>
7.1	Příloha A - Wolframové prášky . . . . .	52



# 1. Úvod

S rostoucími nároky na množství elektrické energie, kterou jako lidé potřebujeme ke každodennímu životu, je potřeba hledat nové zdroje. Jedním z největších adeptů dnešní doby, způsob který využívá téměř nevyčerpatelných surovin, je jaderná fúze. Základy jaderné fúze a indukčně vázané plazmy, která je neodmyslitelnou součástí fúze, budou nastíněny v rešeršní části této práce, kde se také zmíníme o hlavních problémech, které nám prozatím neumožňují této metody využít.

Významným z nich je hledání materiálů, které jsou schopné odolat účinkům plazmatu. Jednou z možností jak výrazně měnit vlastnosti materiálů jsou různé způsoby povrchových úprav. Metodou povrchových úprav a možným řešením je využití indukčně vázaného plazmatu, které nám umožňuje nanášet vrstvy materiálu s vysokou teplotou tání jako je wolfram.

Hlavním cílem praktické části této práce je víceparametrické testování a optimalizace práškového podavače, kterým disponuje první přístroj radiofrekvenčně řízeného plazmatu v České republice. Úlohou bude zjištění a ověření chování podavače za různých podmínek a vstupních parametrech a zhodnocení jeho vhodnosti v této aplikaci v budoucnu.

Druhá část se bude zabývat přípravou několika reprezentativních vzorků, kdy za pomoci technologie indukčně vázaného plazmatu bude nanášeno několik vrstev při použití odlišných wolframových prášků. Dále proběhne jejich analýza, porovnání a zhodnocení.

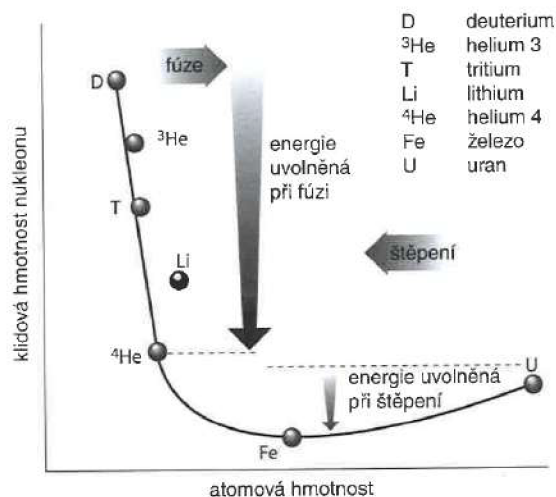
## 2. Rešerše literatury

### 2.1. Jaderná fúze

”Cesta od poznání zdroje energie hvězd včetně našeho Slunce počátkem minulého století, k jejímu prvnímu řízenému uvolnění na Zemi v devadesátých letech byla trnitě obtížná. O nic snazší nebude ani přechod od experimentu ke komerčnímu uplatnění v energetice. Snad i proto se budovaný mezinárodní termojaderný projekt nazývá ITER, což je latinsky cesta.”[1]

Fúze pohánějící hvězdy by mohla v principu zabezpečit pro Zemi energii, která není téměř ničím omezená a navíc je šetrná k prostředí. Ovládnutí fúze se ovšem ukázalo mnohem vědecky i technicky náročnější, než se původně předpokládalo.[1]

Primárním palivem pro fúzi by měla být voda a lithium. Lithium z jedné baterie pro notebook spolu s vodou z poloviny naplněné vany by vyrobily 200 MWh elektrické energie - stejné množství energie bychom získali ze 40 tun uhlí.[1]



Obrázek 2.1: Energie ekvivalentní hmotnosti vztažená na nukleon prvku, tj. na částici jádra jako funkce atomové hmotnosti. Množství energie uvolněné při přeměně jednoho atomu v jiný, ať už fúzí lehkých prvků nebo štěpením prvků těžších, je rovné rozdílu jejich hmotnosti.[1]

Joint European Torus (JET) v anglickém Culhamu a Tokamak Fusion Test Reactor (TFTR) v americkém Princetonu vyrobily více než 10 MW fúzního výkonu a ukázaly tak, že fúzi lze prakticky využít. Další krok spočívá ve stavbě zařízení o rozměrech elektrárny nazvaného International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER), aby se potvrdilo, že je možné postavit fúzní elektrárnu pro komerční účely.[1]

#### 2.1.1. Princip jaderné fúze

Jaderná fúze je proces, při kterém se spojí dva lehké atomy, aby vytvořily atom těžší, na rozdíl od jaderného štěpení, ve kterém se velmi těžký atom rozdělí na dvě či více části (obr. 2.1).[1]

## 2.1. JADERNÁ FÚZE

Fúze by mohla zabezpečit čistý a nevyčerpateľný zdroj energie. Nicméně, aby se uvolnila fúzní energie, musí se palivo ohřát na velmi vysoké teploty v oblasti stovek miliónů stupňů Celsia. Základní problém je v čem horké palivo uchovat. Existují dvě možnosti jak tento problém řešit.[2]

První přístup spočívá ve velmi rychlém stlačení paliva, takže se zapálí a fúzní energie se uvolní dříve, než má palivo čas se rozpadnout. Tento způsob se nazývá inerciální udržení. Plazma při tomto způsobu dosahuje velmi vysoké hustoty (řádově  $10^{30}$  částic/ $m^3$ ) a zároveň velmi krátké doby udržení (řádově  $10^{-10}$  sekund). Malá kapsle obsahující několik miligramů směsi deuteria a tritia je ozářena výkonnými svazky záření. Povrchové vrstvy kapsle se velmi silně ohřejí a vysoce ohřáté plazma v této vrstvě expanduje a zároveň silně stlačí vnitřní část kapsle. Vnitřní část kapsle je tímto tlakem zahřáta na velmi vysokou teplotu a dojde k zapálení termojaderných reakcí. Bohužel se do této doby nepodařilo tímto způsobem zapálení dosáhnout. Nejbliž k tomu má NIF (National Ignition Facility), největší a nejsilnější laserové zařízení, které bylo k dnešnímu datu vybudováno.[1, 2]

Druhá varianta se nazývá magnetické udržení a její princip spočívá ve vytvoření izolační vrstvy kolem horkého plazmatu a tím její udržení od stěn reaktoru s využitím magnetického pole. Plazma při tomto způsobu stabilizace dosahuje vysoké hustoty, řádově  $10^{20}$  částic/ $m^3$ , a čas udržení se pohybuje v řádu sekund. Plazma je složeno především z nabitých částic, které velice dobře vedou elektrický proud a reagují na vnější magnetická pole. K tomuto magnetickému udržení se v dnešní době používají dva typy magnetických zařízení. Jedním z nich jsou otevřená (lineární) magnetická zařízení a druhým uzavřená.[1, 2]

Nejjednodušší zařízení, na kterých byl princip magnetického udržení plazmatu zkoumán, se nazývají magnetická zrcadla. Plazma má vyhrazený objem ve tvaru válce a magnetické indukční čáry probíhají tímto válcem téměř paralelně, aniž by tvořily uzavřené křivky. Největším problémem této koncepce jsou koncové ztráty, které způsobují nestabilitu plazmatu. S touto situací lze sice bojovat, ale i tak jsou ztráty velmi vysoké. Další možnou alternativou patřící mezi lineární magnetická zařízení jsou tzv. pinče. Zařízení má tvar dutého válce, jímž prochází velmi silný elektrický výboj. Díky vysoké energii procházejícího elektrického výboje se vytvoří a ohřeje plazma. Magnetické pole, které vzniká po obvodu plazmatického válce, plazma zároveň stlačí a chvíli drží pohromadě. Toto zařízení je ale velmi nestabilní a má ohromné nároky na energii.[2, 3]

Z důvodu odstranění koncových ztrát vzešlo řešení zatočit osu do kružnice a z válce tím vytvořit torus (kruhový průřez) nebo toroid (nekruhový průřez). Zde ale nastávají jiné problémy. Jednak zvýšená technická složitost a hlavně nehomogenita magnetického pole.[3]

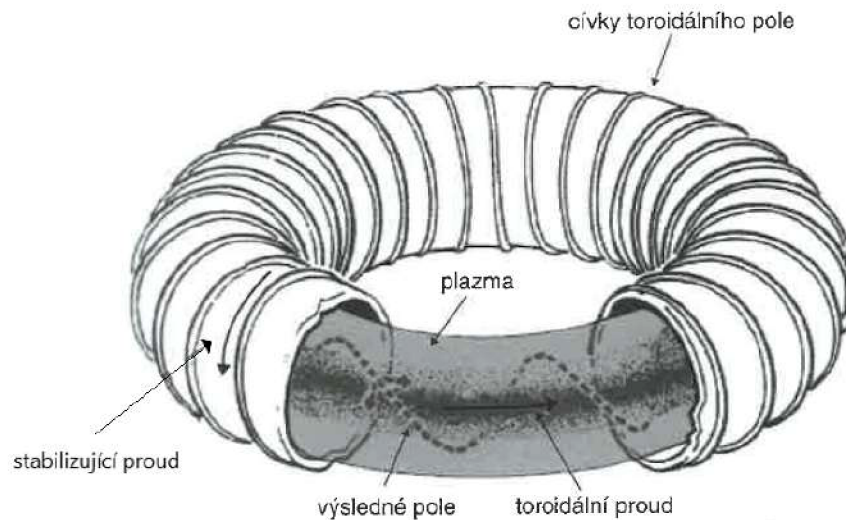
### Tokamak

V současnosti jsou nejperspektivnějšími zařízeními systémy s toroidním uspořádáním. V tokamaku<sup>1</sup> je plazma ohříváno v nádobě toroidního tvaru. Čistě toroidální pole nemůže udržet plazma v uzavřené konfiguraci. Proto je potřeba pole další a to pole poloidální. Tokamak má tedy kromě cívek generující toroidální pole také cívky generující pole poloidální. Pole poloidální je také vnitřně produkováno proudem v samotném plazmatu. Tedy v případě tokamaku vytváří potřebné magnetické pole kromě vnějších elektromagnetů

---

<sup>1</sup>toroidalnaja kamera s magnitnymi katuškami

z velké části i samotný elektrický proud, který v plazmatu vzniká. Výsledné magnetické pole dané složením všech polí má tvar šroubovice ve směru toru (obr. 2.2).[1, 2, 3]



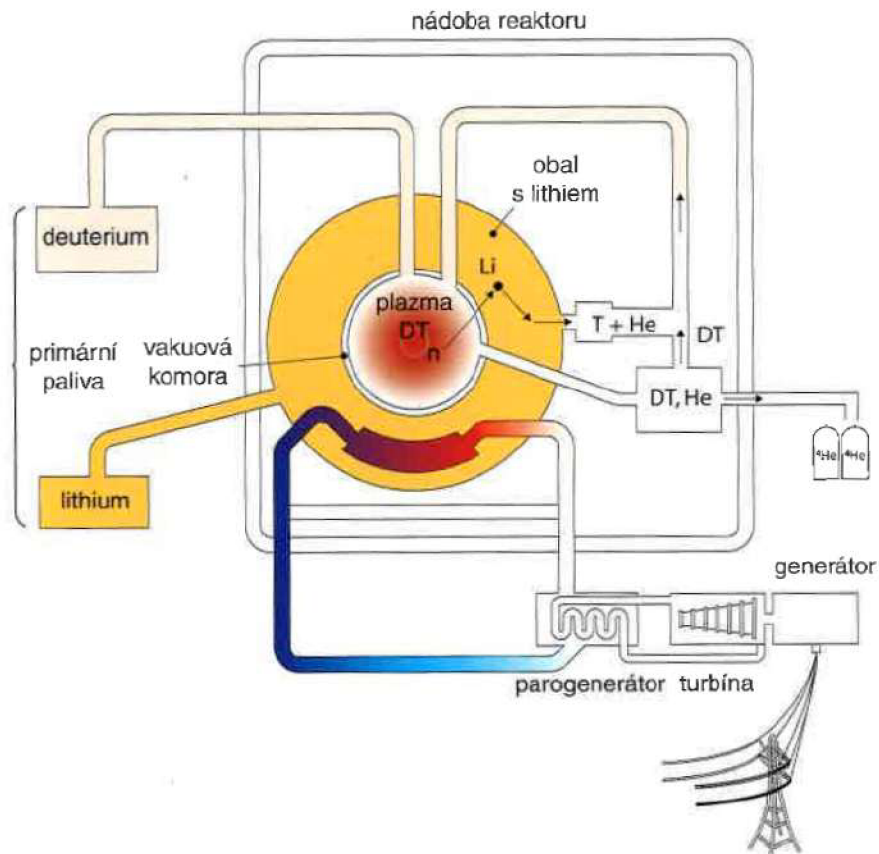
Obrázek 2.2: Toroidální pole[1]

Pro dosažení řízené termojaderné reakce musíme splnit dvě podmínky. Jednou z nich je dosažení dostatečně vysoké teploty, která se musí pohybovat v oblasti mezi 100 a 200 milionů stupňů Celsia. Druhou podmínkou je splnění tzv. Lawsonova kriteria, kdy pro udržení termojaderné řetězové reakce musí mít plazma určitou minimální hodnotu teploty a součinu  $r \cdot t$ , kde  $r$  je hustota vysokoteplotní plazmy a  $t$  je doba její existence.[1]

Při velké nestabilitě současně dojde k ochlazení plazmatu a zastavení fúzní reakce. Žádná nestabilita plazmatu nemůže vést k nekontrolované jaderné reakci nebo jaderné havárii.[1]

Nejslibnější reakcí je reakce mezi dvěma vzácně se vyskytujícími formami vodíku nazývanými deuterium a tritium. Deuterium obsahuje běžná voda, je tudíž ihned k dispozici. Tritium se v přírodě nevyskytuje, a proto se musí vyrábět v elektrárně během tzv. plodícího cyklu pomocí produktů fúzní reakce, které interagují s lehkým kovem lithiem umístěném v obalu reakční nádoby. Tzn.: pro fúzní reakci jsou základními palivy lithium a voda, oboje snadno dostupné. Na obrázku 2.3 lze pozorovat schématický náčrt podoby fúzní elektrárny za využití právě těchto paliv.[1]

## 2.1. JADERNÁ FÚZE



Obrázek 2.3: Schematický náčrt návrhu termojaderné elektrárny. Deuterium a tritium hoří za vysokých teplot v centrální reakční komoře. Energie je uvolněná ve formě pohybu nabitých částic, neutronů a záření plazmatu a její část - energie neutronů a záření - je absorbována v lithiovém obalu obklopujícím reakční komoru. Neutrony mění lithium na tritiové palivo. Nabité částice jsou zachyceny magnetickým polem a ohřívají plazma. Konveční parogenerátorová část elektrárny mění tepelnou energii získanou z energie jaderné na elektřinu. Odpadem jaderné reakce je helium. [1]

### ITER

ITER (latinsky "Cesta") je jeden z nejambicióznějších energetických projektů světa dnes. [4]

V jižní Francii, Saint Paul-lez-Durance, spolupracuje 35 zemí na vybudování světově největšího tokamaku. Uskutečnění projektu ITER je stěžejní pro vědecký pokrok v oblasti jaderné fúze a také pro budoucnost komerčních fúzních elektráren. ITER je konstruován tak, aby produkoval desetnásobek vstupní energie (500 MW fúzní energie z 50 MW vstupní energie). I přesto, že vyrobená energie nebude zachycována jako elektřina, bude ITER první fúzní zařízení, které vyprodukuje více energie, než kolik jí spotřebuje a připraví tak cestu pro zařízení, které to dokáže. [1, 4]

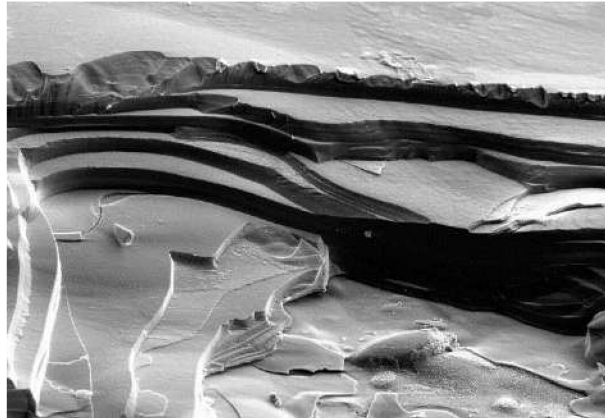
#### 2.1.2. Používané materiály

Velké úsilí se musí věnovat vývoji materiálů i jejich dalších komponent, které budou pro výstavbu spolehlivé. [1]



Konstrukce stěn tokamaku i další jeho komponenty musí počítat s vysokým tepelným zatížením. Vysoký tepelný tok a přímá interakce s horkým plazmatem vyžadují použití materiálů s vysokou tepelnou odolností a vysokou tepelnou vodivostí. Musí tak být vyřešeno jak chlazení, tak i efektivní odvod tepla z místa vzniku do místa, kde se bude produkovat elektrická energie. Za vhodné materiály stěn se považují těžko tavitelné (grafit, uhlíkové kompozity (CFC), berylium nebo wolfram).[5]

Doposud byly komponenty vystavené plazmatu vyráběny především z uhlíkového kompozitu CFC (Carbon Fibre Composite). Při rozsáhlém testování na fúzním reaktoru JET se však výrazně projevila silná erozivita CFC (obr. 2.4) a také vysoká retence vodíku v CFC, která se stala hlavním důvodem, proč v reaktoru ITER nebude CFC použito.[5, 6]



Obrázek 2.4: Eroze na povrchu Carbon Fibre Composite[7]

Jako vhodný materiál byl namísto CFC zvolen wolfram. Wolfram se ve fúzních reaktorech příliš nepoužíval, protože díky vysokému atomovému číslu se jeho atomy v plazmatu stávají při ionizaci intenzivním zdrojem rentgenového záření a způsobují vysoké energetické ztráty. Divertorové řešení s uzavřeným evakuovaným divertorem ale brání zpětnému průniku atomů z povrchu divertorových terčů do plazmatu, a proto je možné wolfram jako povrchový materiál terčů použít a je dnes považován za nejvhodnější materiál pro komponenty vystavené plazmatu.[5]

Poprvé se wolfram jako materiál stěn testoval na tokamaku ASDEX (obr. 2.5). Problémem ale je, že jeho pracovní pásmo je pouze 800–1200 °C. Materiálový výzkum a vývoj se proto soustředí na řešení, které by odstranilo nedostatky čistého wolframu.[5]



Obrázek 2.5: Stěny tokamaku ASDEX[5]

## 2.1. JADERNÁ FÚZE

### Wolfram

Wolfram (chemická značka W, latinsky Wolframium, anglicky Tungsten) je šedý až stříbřitě bílý kov s nejvyšší teplotou tání ze všech čistých kovů (po uhlíku druhá nejvyšší ze všech prvků). Wolfram je odolnější vůči nukleaci trhlin než diamant a mnohem tvrdší než ocel. Z tohoto důvodu nachází vysoké uplatnění ve velmi odolných slitinách (např. v letectví, raketové motory). Wolfram je kov vysoké hustoty. Převyšuje jej pouze platina, iridium, osmium a rhenium. Další jeho zásadní vlastností je nejvyšší modul pružnosti v tahu (411 GPa) a současně je jeho stlačitelnost nejmenší ze všech kovů. Při zvýšených teplotách mechanické vlastnosti wolframu rychle klesají, i přesto je jeho pevnost za zvýšených teplot nejlepší ze všech kovů.[8, 9, 10]

Vlastnosti:

- Značka prvku: W
- Atomové číslo: 74
- Kategorie prvku: Přechodné kovy
- Hustota:  $19.24 \text{ g/cm}^3$
- Teplota tavení:  $3422 \text{ }^\circ\text{C}$
- Teplota varu:  $5555 \text{ }^\circ\text{C}$
- Mohsova stupnice tvrdosti: 7.5

Mezi nevýhody wolframu patří špatná obrobitelnost a obtížná výroba (např. výroba plechů omezených rozměrů). Vysoká teplota tání wolframu způsobuje, že se jeho výroba víceméně omezuje na cestu práškové metalurgie.[10]

Na suchém vzduchu je wolfram za normální teploty stálý, ale ve vlhkém vzduchu nebo vlhkém kyslíku wolfram oxiduje. Sice nereaguje s kyselinami, ale rozrušují jej oxidační činidla. Další velice důležitou vlastností wolframu je jeho výborná elektrická vodivost.[11, 12]

Přísada wolframu do slitin se projevuje zvýšením tvrdosti a mechanické i tepelné odolnosti. Wolframové slitiny také disponují vysokou odolností vůči tečení. Ve spojení s grafitem tvoří křehké, ale velice tvrdé karbidy, které se využívají jako součásti brusiv a řezných nástrojů.[11, 9]

Wolfram ve spojení s niklem, mědí, kobaltem a železem tvoří speciální pseudoslitiny obsahující 90 - 97 % wolframu, ostatní jmenované kovy slouží jako pojivo k udržení slitiny pohromadě. Tyto slitiny se velmi často používají jako vyvažovací součástky, ke stínění záření, rotační součástky (rotace za extrémních rychlostí), projektily.[11, 9]

Díky moderním technologiím lze wolfram nanášet na jemně opracované, tepelně upravené součásti bez výrazných změn původního materiálu součásti. Wolfram je často nanášen ve formě karbidů, které poměrně dobře odolávají otěru. Wolfram a karbidy wolframu lze nanášet pomocí CVD (chemická metoda nanášení povlaků), PVD (fyzikální depozice z plynné fáze), plazmového nanášení, které bylo použito v experimentální části této práce, popřípadě Cold Spray (více v kapitole 2.2.2). Další možností je spojitelnost s ostatními kovy pomocí pájení.[13]

Kombinace uvedených vlastností předurčila wolfram pro využití v mnoha aplikacích. Nachází uplatnění jako žáruvzdorný a žárovevný kov a jako důležitá přísada v takových slitinách. Wolfram se používá také v jeho čisté formě a to například jako žhavící vlákno v žárovkách, anoda v rentgenových lampách, zátavný materiál, svařovací elektrody, atd.[10, 11]

## 2.2. Metody povrchového zpracování materiálu

Materiály (výrobky) je potřeba povrchově upravovat hned z několika důvodů. Jedním z nich mohou být nedostatečné mechanické vlastnosti nebo nedostatečná chemická odolnost vůči danému prostředí, ve kterém se během svého života nacházejí.[14]

Povaha povrchu má výrazný význam a dopad na provoz součástí. Změna povrchu může zahrnovat mechanické, metalurgické, chemické nebo jiné modifikace. Tyto změny, upravující malou povrchovou vrstvu, mohou ovlivnit jakost součástí a v některých případech způsobit budoucí zlepšení výrobku. Povrchové úpravy samotného materiálu a polakování umožňuje zlepšení vlastností, zvýšení životnosti, změnu vzhledu, snížení ceny a další.[14, 15]

### 2.2.1. Úprava materiálu samotného

První možnosti zlepšení vlastností komponenty je úpravou samotného materiálu komponenty, aniž by byl původní povrch materiálu překryt materiálem zcela jiným. Takových úprav existuje mnoho a budou uvedeny pouze ty nejvýznamnější.

#### Deformační zpevňování

U deformačního zpevňování jsou materiály vystaveny plastické deformaci buď před samotnou aplikací materiálu (válcování, nárazové zatěžování, kuličkování, kování, tažení, ohýbání, protlačování), nebo jsou vystaveny plastické deformaci v provozu. Zpevnění takto ovlivněného materiálu je způsobeno nahromaděním a omezením pohybu dislokací a k jejich dalšímu pohybu je potřeba zvýšené napětí.[16]

#### Povrchové tvrzení

Často chceme na povrchu získat dobrou odolnost proti opotřebení a v jádře součásti velkou odolnost proti rázům. Jedna z metod, která nám toto umožňuje je povrchové tvrzení. Mezi povrchové tvrzení se řadí povrchové kalení. K povrchovému kalení jsou nejvhodnější uhlíkové a některé slitinové oceli s obsahem uhlíku mezi 0,45 % až 0,60 %, které je možné kalit na značnou tvrdost a přitom tyto oceli se ještě vyznačují houževnatostí a pevností jádra.[15, 17]

U povrchového kalení jsou povrchové vrstvy velmi rychle ohřáté na austenitizační teplotu. Výdrž na teplotě je velmi krátká, aby nedošlo ke zvětšení zrn. Po ohřevu povrchových vrstev následuje prudké ochlazení. Rychlost ochlazování musí být vyšší než kritická rychlost ochlazování. Tím se povrch zakalí a vzniká v něm martenzitická struktura. Hloubka zakalení závisí na hloubce prohrátého povrchu.[17]

Způsobů ohřevů existuje celá řada: ohřev plamenem, indukční ohřev, ohřev vysokofrekvenčním odporem, plazmou, laserem, elektronovým paprskem.[15, 16]



## 2.2. METODY POVRCHOVÉHO ZPRACOVÁNÍ MATERIÁLU

### Chemicko-tepelné zpracování

Pod pojem chemicko-tepelné zpracování jsou obvykle zařazeny způsoby, při nichž je povrch sycen různými prvky, aby bylo dosaženo požadovaných vlastností. Toto sycení probíhá většinou za zvýšené teploty. Do této kategorie patří např.: cementování, nitridování, nitrocementování. Výsledkem těchto metod je získání tvrdého povrchu vzdorujícího opotřebení. Mimo uhlík a dusík se používá také niob, vanad nebo borid, kdy po jejich difúzi v oceli vznikají velmi tvrdé vrstvy.[15, 16]

#### 2.2.2. Povlaky

Povlakování umožňuje vylepšení specifických schopností komponenty specificky zvolenými povlaky bez kompromisů na úkor výhodných vlastností substrátu komponenty. Jejich využití je hlavně snížení opotřebení, zvýšení odolnosti vůči korozi či poškození, zachování elektrických, optických a teplotních vlastností po dlouhou dobu. Povlaky ale dnes nalézají mnohem širší pole uplatnění. Jejich uplatnění se nachází u dekorativních efektů, implantátů (biokompatibilita), protéz, elektrické izolace/vodivosti a další. Role povlaků stále roste na významnosti.[15, 16]

Povlakování lze provést např.: elektro-chemicky, chemicky, CVD, PVD, či pomocí technologií žárového nanášení (Thermal Spray).[16]

#### Elektrochemické povlakování

Povlaky jsou deponovány na součást za využití elektrochemických dějů. Obecně je součást, která má být povlakována, zapojena jako katoda. Anoda je vyrobená z kovu, který má být nanášen na součást. Obě elektrody jsou ponořeny v elektrolytu, který umožňuje průchod elektrického proudu, a připojeny ke zdroji stejnosměrného proudu. Anoda oxiduje a vzniklé ionty přechází na katodu, kde jsou redukovány a vytváří vrstvu.[15]

#### Chemické povlakování

U chemického povlakování není na rozdíl od předchozího způsobu povlakování potřebný elektrický proud k nanesení vrstvy. Je to proces, kdy jsou ionty deponovaného materiálu v roztoku redukovány za účinku chemického redukčního činidla.[15]

#### CVD

CVD nebo-li chemická depozice z plynné fáze. Pro depozici touto metodou se využívá směs chemicky reaktivních plynů zahřátá na poměrně vysokou teplotu. Plyny podporované vysokou teplotou vzájemně reagují na povrchu substrátu za vzniku požadovaného povlaku.[16]

Použité vyšší teploty limitují volbu substrátu. Avšak za předpokladu podpoření reakce ionizačním prostředím (využitím plazmatu) lze teplotu snížit. V případě využití plazmatu se jedná o PECVD<sup>2</sup>, popřípadě PACVD<sup>3</sup>. [16]

Tento proces je ekonomicky výhodný pro tvorbu silných vrstev, lze povlakovat i nepřístupná místa a povlaky disponují vysokou adhezí.[15]

<sup>2</sup>Plasma-enhanced chemical vapor deposition

<sup>3</sup>Plasma-assisted chemical vapor deposition

## PVD

Physical Vapor Deposition, česky fyzikální depozice z plynné fáze, označuje metody vakuové (popřípadě v kontrolované atmosféře) depozice, kdy základním principem je odpaření nebo odprašení nanášeného materiálu a jeho následná kondenzace na povlakovaném substrátu. Na rozdíl od CVD se zpravidla vychází z pevného substrátu.[15, 16, 18]

Celý proces depozice lze obecně rozdělit do třech na sebe navazujících kroků: převedení deponovaného materiálu z pevné fáze do plynné, následný transport par k substrátu a vznik vrstvy na povrchu substrátu. PVD zahrnuje následující metody: napařování (evaporation), napařování (sputtering), iontové plátování (ion plating).[16, 19]

Při využití této technologie lze teoreticky jakýkoli pevný materiál, s výjimkou určitých polymerů, nanášet na pevný povrch. Nevýhodou PVD technologií je schopnost nanášet pouze na viditelné oblasti povlakované součásti. Použití nízkých tlaků je předpokladem pro tenké povlaky a nízkou rychlost povlakování. Na druhou stranu nízký tlak a nízká teplota umožňují povlakovat i velice tenké součásti (fólie) a zároveň nedochází k tepelné degradaci a k tepelnému ovlivnění mikrostruktury substrátu.[15, 16]

## Thermal Spray

Thermal Spray je souhrnný název pro skupinu povlakovacích procesů, kdy je povlak nanášen na připravený substrát ve formě proudu natavených, v případě Cold Spray nenatavených, částic kovových nebo nekovových materiálů. Proud částic je poháněn plynem proti povrchu substrátu, kde v důsledku nárazu jsou částice plastickou deformací přetvořeny na "placky" (anglicky označeno jako splats) a přichyceny na povrchu substrátu. Vzniká tedy mechanické spojení deponovaného materiálu a substrátu. Surovinou je materiál ve formě prášku, případně drátu.[16]

Tyto technologie umožňují vytvářet povlaky od cca 20  $\mu\text{m}$  až po povlaky s tloušťkou několik mm s vysokou rychlostí depozice. Volba materiálů používaných k tvorbě povlaků je téměř neomezená. Lze nanášet kovy, slitiny, keramiky s velmi vysokou teplotou tání i polymery. Nevýhodou této technologie je stejně jako u PVD možnost nanášení pouze na viditelné plochy.[15, 16]

Technologie Thermal Spray se dělí na kinetické, elektrické a s využitím plamene. Mezi metody s plamenem patří: Detonation Spray, Flame Spray, HVOF Spray (High Velocity Oxygen Fuel), HVAF Spray (High Velocity Air Fuel). Kinetickou metodou je technologie Cold Spray a mezi elektrické se řadí: Arc Wire (elektrickým obloukem) a Plasma Spray (depozice za využití plazmatu), které se budeme věnovat v práci podrobněji.[20]

## 2.3. Technologie indukčně vázaného plazmatu

Plazma je směs elektronů, iontů, neutrálních atomů a molekul. Lze ji také definovat jako ionizovaný, makroskopicky neutrální plyn, v němž volné elektrony a ionty vykazují kolektivní chování. Plazma vzniká ionizací plynu vysokou teplotou nebo elektrickým výbojem.[21, 22, 23]

Výboj indukčně vázaného plazmatu (ICP - Inductively Coupled Plasma) je tvořen obvykle v proudu argonu při atmosférickém tlaku. Výboj vzniká po iniciaci plynu, který protéká keramickou plazmovou hlavicí. Plazmová hlavice je umístěna v indukční cívce

### 2.3. TECHNOLOGIE INDUKČNĚ VÁZANÉHO PLAZMATU

chlazené vodou, kde voda koluje uvnitř závitů této cívky. Vysokofrekvenční proud protékající indukční cívkou generuje oscilující elektromagnetické pole a siločáry tohoto pole jsou orientovány podél osy plazmové hlavice. V proudícím plynu se po zapálení vytvoří volné elektrony, které ionizují další atomy plynu. Pro udržení plazmového výboje je potřeba dodávat volným elektronům energii. U indukčně vázaného plazmatu je energie dodávána interakcí těchto částic s indukovaným elektromagnetickým polem, kdy vznikají nabitě částice a dochází k indukčnímu ohřevu, který probíhá tak, že vzniklé volné elektrony jsou urychlovány elektromagnetickým polem. Urychlené elektrony mají dostatečnou kinetickou energii vyvolávají lavinovitou ionizaci plynu a vzniká výboj, kterému je dodávána energie vířivými proudy indukovanými v povrchové vrstvě plazmatu. Plazmový výboj dosahuje teplot  $5000\text{ K}$  až  $10000\text{ K}$ , a tím pádem je plazma schopno ionizovat většinu prvků. Pro zajištění stability výboje je potřeba, aby vnější plazmový plyn dosahoval při daném příkonu do plazmatu alespoň určité kritické rychlosti proudění.[23, 24]

Obecně je indukční plazmová hlavice měděná cívka obalující trubici, uvnitř které je generováno plazma. Trubice je na jedné straně otevřená a plazma je udržováno pomocí průchodu plynů. Funkcí plazmové hlavice, také označována jako plazmový hořák, je izolace plazmatu od indukční cívky a usměrňování toku vnějšího plazmového plynu. Hlavice je také schopna ovlivnit polohu výboje v axiálním směru prostřednictvím středního plazmového plynu.[24]

Mimo plazmovou hlavici je velice důležitý vysokofrekvenční generátor, který dodává onu zmíněnou potřebnou energii k výboji indukčně vázaného plazmatu do plazmové hlavice.[25]

#### Fyzikální vlastnosti ICP

Nejlepší využití pro vytvoření plazmatu mají monoatomické vzácné plyny. Jsou významné tím, že vznikají jednoduchá spektra, nedochází ke tvorbě stabilních sloučenin, mají vysokou ionizační energii a dochází k účinné ionizaci. Nejčastěji se používají *Ar* a *He*. *He* dosahuje lepší ionizační energie než *Ar*, ale u *He* je iniciace výboje obtížnější. Mezi další odlišnost těchto dvou plynů se řadí tepelná vodivost (*Ar*  $16,2\text{ mW} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ; *He*  $140,5\text{ mW} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ). U *Ar* dochází k omezení účinnosti atomizačních procesů, ale tento problém lze řešit přidávkem *H* nebo *N*. Mezi další rozhodující faktory se řadí provozní náklady, kdy použití *Ar* je dostupnější.[23, 24]

Výboj indukčně vázaného plazmatu je tvořen ze dvou oblastí. Tyto oblasti se nazývají oblast indukční a oblast centrální. V indukční oblasti dochází k přenosu energie z elektromagnetického záření cívky do plazmatu. Absorpce záření zahřívaným vzorkem (látkou, práškem) je minimální. V centrální oblasti je materiál transportován pomocí nosného plynu a společně prochází čtyřmi teplotními zónami. Zóny seřazeny popořadě tak, jak za sebou následují se označují předehřívací, počáteční zářivá, analytická zóna a chvost výboje. U spektrometrie dochází v předehřívací zóně k vypařování rozpouštědla, pevného aerosolu. Za předehřívací zónou v zářivé zóně následuje excitace. V analytické zóně nastává ionizace všech prvků. A nakonec ve chvostu výboje dochází k chladnutí plazmatu.[24]

Radiofrekvenčně indukčně vázaná plazma má mnoho využití, jako např. stanovení chemických složení, nanoatomizaci nebo depozici vrstev, kteréžto budou popsány v dalších sekcích.

### 2.3.1. Stanovení chemických složení

Mezi nejčastější využití indukčně vázaného plazmatu patří optická emisní spektrometrie (ICP-OES<sup>4</sup>), také označována jako atomová emisní spektrometrie (ICP-AES<sup>5</sup>), a hmotnostní spektrometrie (ICP-MS<sup>6</sup>).

#### ICP-OES

Emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem se řadí mezi nejpoužívanější metody pro určení prvkového složení (biologických) materiálů. Jedná se o stopovou analytickou metodu sloužící ke stanovení obsahu koncentrací jednotlivých prvků v analyzovaném vzorku při úrovních již od 1 - 10 částic na miliardu (ppb).[26, 27]

Hlavní princip této metody spočívá ve spontánní emisi fotonů z excitovaných atomů a iontů. Vzorek je nejprve převeden do roztoku a následně je transportován do zmlžovače. Vzniká aerosol, který je vstřikován do argonového plazmatu. Následně dochází k vypařování rozpouštědla a vznikají volné atomy v plynném stavu, kdy elektrony těchto volných atomů jsou pomocí energie plazmatu excitovány do vyšších energetických hladin. Jelikož excitovaný stav není stav stabilní, okamžitě dochází k deexcitaci na nižší stabilnější energetické stavy, přičemž jsou emitovány fotony o přesně definované vlnové délce, určené energetickým rozdílem mezi hladinami. Jednotlivé vlnové délky jsou charakteristické pro dané prvky a celkový počet fotonů je rovný koncentraci prvků obsažených ve vzorku.[27]

Emitované záření dále putuje na monochromátor, který, jak už z názvu vyplývá, rozděluje polychromatické záření na jednotlivé monochromatické složky. Rozdělené záření podle odlišných vlnových délek dopadá na detektor. Tento detektor následně převádí dopadající záření na elektrický signál. Intenzita elektrického signálu určité vlnové délky odpovídá množství přítomného prvku v analyzovaném vzorku.[28]

Hlavní přednosti emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem jsou multielementární analýza, široký dynamický rozsah, reprodukovatelnost výsledků a nízký vliv nespektrálních interferencí.[22]

Důležité u této technologie je, aby použitý argon obsahoval nízké úrovně kyslíku a vody, jelikož tyto látky mohou stínit signál u některých kovů a způsobit tak falešně nízké odečty. Dalšími omezujícími faktory jsou spektrální interference, kdy spektrální čáry dvou prvků leží natolik blízko sebe, že je detektor není schopný vzájemně odlišit. Problémy mohou také vznikat při emisi nedokonale disociovaných sloučenin v plazmatu. Spektrální pásy těchto sloučenin se totiž vyznačují značně větší šířkou než klasické atomové emisní čáry. Mimo spektrální interference vznikají i nespektrální interference. Mezi nespektrální interference patří interference způsobené chemickými nebo fyzikálními vlastnostmi analyzovaného vzorku, např. tvorba nerozpustných solí a jejich usazeniny, usazeniny uhlíku, rozdílná viskozita analyzovaného roztoku a roztoku pro kalibraci přístroje.[26]

#### ICP-MS

Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem je ultrastopová analytická metoda kombinující indukčně vázané plazma a hmotnostní spektrometrii. Indukčně vázané plazma jako zdroj iontů pracujících za atmosférického tlaku bylo vyvinuto jako zdroj pro

<sup>4</sup>OES - Optical Emission Spectrometry

<sup>5</sup>AES - Atomic Emission Spectrometry

<sup>6</sup>MS - Mass Spectrometry

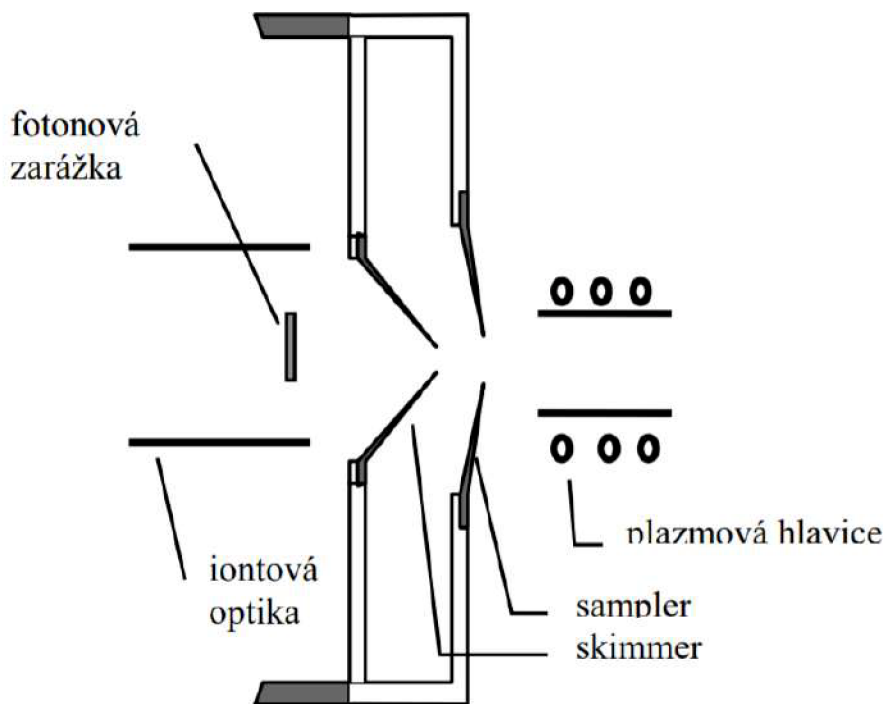


### 2.3. TECHNOLOGIE INDUKČNĚ VÁZANÉHO PLAZMATU

optickou emisi, avšak během řady let bylo úspěšně použito i pro hmotnostní spektrometrii. Tato metoda je využívána např. při rozboru vod, v geologii, metalurgii, biologické aplikaci, medicíně, analýze povrchů a další.[23, 25]

Stejně jako u optické emisní spektrometrie je vzorek nejprve převeden do roztoku a následně transportován do zmlžovače. Vzniklá mlha je poté proudem argonu vedena do plazmové hlavice a vstříkována do plazmatu. Rozpouštědlo je opět okamžitě odpařeno a dochází ke vzniku volných atomů v plynném stavu. Velká skupina prvků má první ionizační potenciál nižší než *Ar* a vytváří v plazmatu kladně nabitě ionty. Prvky jako např.: fluor nebo vzácné plyny ionizovat a měřit v tomto prostředí nelze. Zde ale odlišně od optické emisní spektrometrie přichází na řadu odběr iontů z plazmatu, iontová optika, iontový filtr (analyzátor) a iontový detektor.[23, 25]

Vzniklé volné atomy jsou unášeny do přechodové komory (obr. 2.6), která je tvořena dvěma děliči tlaku. Samotný odběr iontů z plazmového výboje pracujícího za atmosférického tlaku do vakuové části spektrometru je nejkritičtější část. Plazma nejprve přechází z atmosférického tlaku skrz první dělič tlaku (sampler, kovový kužel) do oblasti s tlakem dosahujícím řádově stovek pascalů. V důsledku tlakového gradientu vzniká paprsek ionizovaných částic, který přechází skrz druhý dělič tlaku (skimmer) do vlastního hmotnostního spektrometru. Zde je dosaženo stupně vakua až  $10^{-4}$  Pa. Střední volná dráha iontů je při tomto tlaku větší než délka analyzátoru (kvadrupólový analyzátor).[23, 25]



Obrázek 2.6: Schéma odběru iontů z plazmatu do hmotnostního spektrometru[23]

Cílem iontové optiky je rozostření iontového svazku, aby obešel pohlcovač fotonů, jelikož je detektor na dopad fotonů citlivý, a poté opět zaostření svazku do analyzátoru. Zde je analyzovaným iontům umožněn pohyb směrem k detektoru pomocí elektromagnetického pole. Ionty jsou vedeny tak, aby na povrch detektoru dopadly v daném časovém okamžiku pouze ionty se zvolenou hmotností. Dopad na detektor je zachycen a převeden na signál, u kterého je změřena intenzita.[23, 25]

Přednosti této spektrometrie jsou jednak nízké limity detekce, často i o tři řády nižší než u emisní spektrometrie, kdy metoda hmotnostní spektrometrie umožňuje analyzovat téměř všechny prvky s citlivostí od jednotek ppt (počet částic na jeden bilion). Dále také široký dynamický rozsah, schopnost měřit izotopové poměry a umožnění rutinní aplikace metody izotopového zředování a používání stálých izotopů jako značkovačů. Jelikož jsou hmotnostní spektra prvků jednoznačná, slouží hmotnostní spektrometrie také k rychlé kvalitativní a semikvantitativní analýze.[23]

### 2.3.2. Atomizace nano-prášků

Dalším způsobem jakým lze indukčně vázané plazma použít je k výrobě a atomizaci nano-prášků. ICP je takto široce využívána. Vzhledem k vysokým teplotám a vysoké energii je plazma schopno vytvářet prášky téměř bez omezení materiálu za velmi vysoké čistoty.[29, 30]

Základním principem je vstřikování materiálu, z kterého má být vytvořen nano-prášek, pomocí plynu do plazmového hořáku, kde je nataven. Následně jsou natavené částice unášeny proudem plynu do komory s velmi nízkým nebo i atmosférickým tlakem, kde rotují a postupně chladnou. Během rotace dojde k rozstříku a vytvoření velice malých kapiček (tvar kapky je způsoben povrchovým napětím), které v komoře postupně chladnou a padají do sběrných filtrů.[29, 30]

### 2.3.3. Depozice tenkých vrstev

Depozice povrchových vrstev materiálů pomocí indukčně vázaného plazmatu se řadí do skupiny Thermal Spray<sup>7</sup>. Obecným principem těchto metod je roztavení (popřípadě natavení) nanášeného materiálu a jeho nanesení na substrát regulovaným proudem plynu.[15]

#### Princip

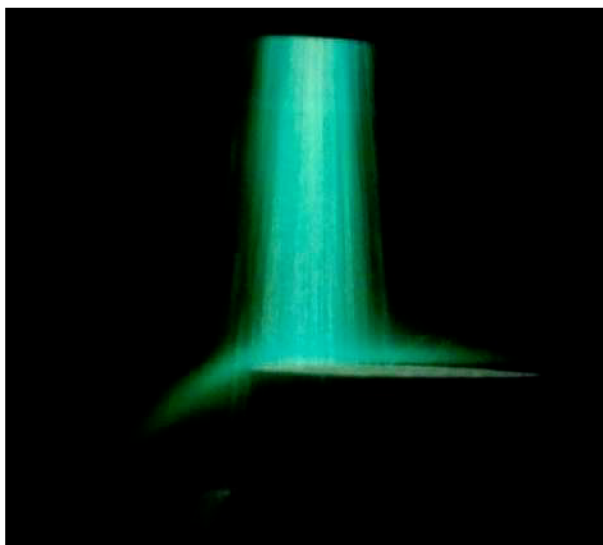
Indukční plazma se používá pro depozici práškové suroviny, která je vstřikována do středu plazmového výboje. Dle dále požadovaného efektu jsou částice prášku během letu ohřáty a nataveny, popřípadě odpařeny. Plazmové plyny na konci plazmového plamene (obr. 2.7) obsahují tuto novou fázi materiálu. Vzhledem k tomu, že při tomto ději nedochází ke kontaktu mezi vstupním materiálem a jinými materiály, je celý proces bez jakékoliv kontaminace. Indukčně řízené vysoko frekvenční plazmové výboje disponují schopností snížení nečistot suroviny. Nečistoty s nižší teplotou tání opouští mřížku materiálu. Jiný druh nečistot je chemicky transformován pomocí řízené atmosféry a reakci s plazmovými plyny.[31]

Tato technologie je vhodná pro přípravu materiálu o vysoké čistotě s teoreticky neomezenou volbou materiálu s ohledem na jejich teplotu tání. Nevýhodou této technologie je potřeba intenzivně chladit celý systém a brát ohledy na použitý substrát, aby nedošlo k jeho přehřátí a vypaření. Další nevýhodou je, že depozice pomocí ICP patří mezi metody omezené na nanášení pouze na viditelné plochy (problém nanášet záhyby, rádiusy, apod.).[31]

---

<sup>7</sup>anglický název pro skupinu povrchových procesů používaných k nanášení kovových a nekovových vrstev

### 2.3. TECHNOLOGIE INDUKČNĚ VÁZANÉHO PLAZMATU



Obrázek 2.7: Pohled skrz okénko na plazmový výboj u přístroje TekSpray 15

#### **Základní parametry**

Mezi hlavní parametry ovlivňující konečný výsledek patří množství plynů, které mohou být jednotlivě regulovány, zvolená surovina a její forma, rychlost podávání suroviny, výkon plazmatu, složení plynu, atd. Všechny zmíněné mají svůj vlastní individuální efekt na celý proces a s ohledem na požadovaný výsledek mohou být upravovány a měněny.[31]

## 3. Experimentální plán

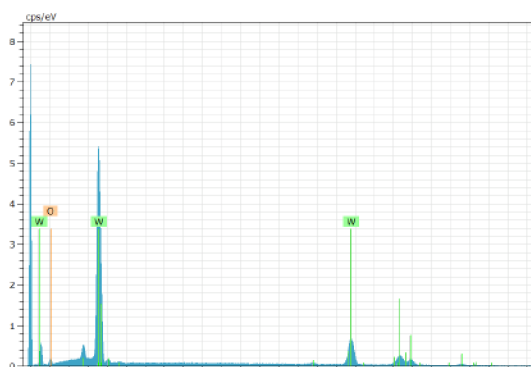
Experimentální plán se zaměří na popis použitých materiálů, prostředků a přístrojů během experimentů této práce. Dále budou popsány a vysvětleny jednotlivé postupy a metody měření.

### 3.1. Materiály

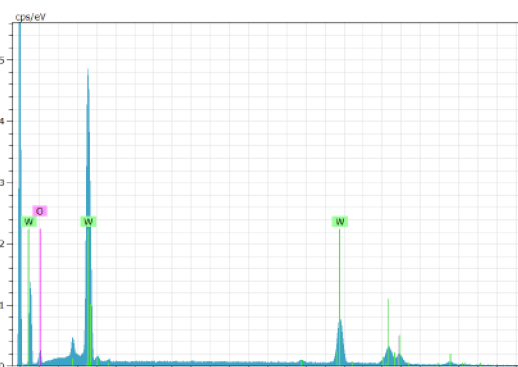
V této kapitole budeme věnovat pozornost materiálům použitým v průběhu experimentu, jejich vlastnostem a možným vlivům na výsledky experimentálního měření.

#### 3.1.1. Wolframový prášek

Při této práci byly použity prášky wolframu tří šarží s rozdílnou velikostí částic. První z nich nesl označení ETA s průměrnou velikostí částic 85  $\mu\text{m}$  (zjištěno měřením na přístroji Malvern Mastersizer 3000), druhý prášek s označením Osram MP75 dosahoval u průměrné velikosti částic hodnot 63  $\mu\text{m}$  a třetí s průměrnou velikostí částic 4  $\mu\text{m}$ . Prášky budou dále v práci značeny, tak jak byly popořadě zmíněny, jako prášek A, B, C. Výrazně rozdílné prášky byly použity z důvodu ověření, zda zjištěné zákonitosti platí obecně, nebo platí jen pro jednu šarži. Důležité je zmínit, že k experimentálnímu měření práškového podavače byly zvoleny pouze prášky A a C, právě kvůli jejich výrazné odlišnosti.



Obrázek 3.1: Spektrální analýza prášku A



Obrázek 3.2: Spektrální analýza prášku C

Analýzou na elektronovém mikroskopu (SEM) byla ověřena jejich čistota a tvar částic. Čistota prášku A byla 95,42 % obsahu W a 4,58 % obsahu O a u prášku C byly naměřené hodnoty 93,6 % W a 6,4 %. U prášku B nebyla analýza provedena.

#### 3.1.2. Substráty

Volba substrátu z důvodu vysoké teploty nanášení není snadná a je proto potřeba volit materiál s vysokou tepelnou odolností, jinak by při samotném experimentu došlo k vypaření substrátu. Jako substrát pro depozici wolframových vrstev byly použity disky z grafitu o průměru 6 cm a výšce 1 cm. Disky na spodní straně disponovaly jamkou k usazení a jejich povrch byl před experimenty důkladně očištěn a odmaštěn.



## 3.2. RF-ICP

Cílem této části bude se zaměřit na použitá zařízení během jednotlivých experimentálních měření a jejich popis tak, aby čtenář ve stručnosti pochopil princip jejich fungování. Díky tomu bude i mnohem jednodušší chápat princip jednotlivých měření a zvolených postupů. Jelikož se celý experimentální plán zaobírá širším spektrem problematiky, bude vše vysvětleno v rámci oddělených a samostatných podkapitol.

### 3.2.1. Konkrétní použitý přístroj

Použitý přístroj jehož součástí je práškový podavač, který je hlavním předmětem zkoumání této práce, nese označení Tekna TekSpray 15 (obr. 3.3). Kde číslice 15 vyjadřuje maximální výkon tohoto systému, tudíž 15 kW. TekSpray 15 je řešení vyvinuté pro laboratoře na vývoj nových povrchových vrstev a podle slov výrobce by toto zařízení mělo dosahovat vysoké čistoty a hustoty výsledné deponované vrstvy.[32]



Obrázek 3.3: Experimentální zařízení Tekna TekSpray 15

### 3. EXPERIMENTÁLNÍ PLÁN

Systém je cílen pro použití na vzorcích prášku. Avšak není konstruován a není vhodný pro silně pyroforické (samozápalné) materiály jako je Al, Mg, B, Zr.[31]

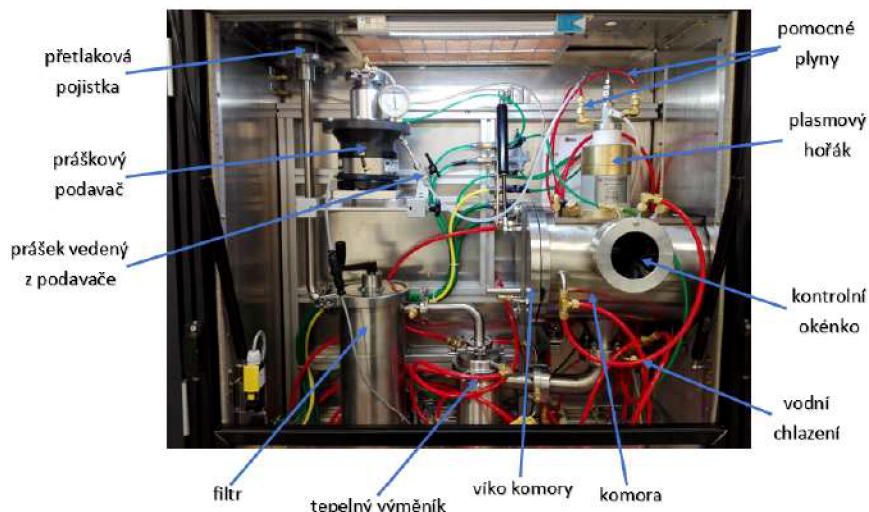
Všechny plyny použité v systému jsou kontrolovány plynovými průtokoměry. Hlavním plynem v celém systému je argon. Mezi jeho funkce se řadí např. zásobování plazmového hořáku, čištění systému nebo jako nosný plyn. Lze jej také použít jako chladicí plyn. Celý systém byl navržen tak, aby v něm bylo možné snadno použít i jiné plyny. Např. vodík lze použít pro zvýšení efektivity a výsledné kvality. I přesto, že použití vodíku zvyšuje nároky na bezpečnost, jeho přínosy převažují nevýhody spjaté s jeho použitím.[31]

Při použití přístroje se nelze vyhnout manipulaci s práškem a proto oblast, kde dochází k této manipulaci, funguje jako digestoř. Ventilátor vytváří proudění, které pomáhá odvádět menší částice pryč od obsluhy.[31]

Jelikož princip použití plazmatu vyžaduje silné elektromagnetické pole, je potřeba zabránit elektromagnetickému rušení a vysoko frekvenční radiaci. Proto je celý systém konstruován jako Faradayova klec.[31]

Plazmový hořák je uvnitř tvořen keramickou trubicí zajišťující vysokou čistotu procesu. Okolo této trubice proudí voda z důvodu dostatečného chlazení. Za tímto chladícím kanálem se nachází indukční vinutí produkující střídavé magnetické pole, které sdružuje energii do výboje. Trysku tohoto hořáku lze měnit podle požadavků, od velkých po malé supersonické trysky. Zároveň do tohoto hořáku mohou nezávisle na sobě proudit tři rozdílné plyny.[31]

Veliká výhoda tohoto přístroje je komora (obr. 3.4), ve které dochází k depozici materiálu. V této komoře lze právě pomocí zvolených plynů a průtoků řídit a kontrolovat atmosféru. Tato komora je tvořena dvěma pláští korozivzdorné oceli a chlazena vodou. Její objem tvoří 35 l a je opatřena víkem na kloubových pantech pro snadný přístup.[31]



Obrázek 3.4: Vnitřní uspořádání vlastní komory zařízení TekSpray 15 a vibračního práškového podavače

V této komoře se také nachází podstavec, na který se uchycují substráty pro jednotlivé nástřiky. Výšku (osa  $z$ ) tohoto podstavce lze manuálně nastavit před spuštěním a zajištěním systému. Poté je možný automatický posuv v ose  $x$  a rotace okolo osy  $z$ .

Za komorou je dále tepelný výměník a za výměníkem se nachází filtr. Tento filtr zachytává částice, které se dostaly až sem a následně jsou uloženy v zásobníku na dně filtru.[31]

### 3.2. RF-ICP

Bezpečnost zajišťuje kombinace pojistek a snímačů, kdy většina z nich je řízena počítačem<sup>1</sup> (obr. 3.5). V reálném čase jsou monitorovány teploty, tlaky, průtoky, úniky plynů, uzavření dveří, ventilů a na vše je systém v případě potřeby připraven včas zareagovat a zabránit tak havárii. Celý systém je chlazen nejen vzduchem, ale také vodou. V případě nedostatečného chlazení se systém sám nouzově vypne a odstaví. Celý proces depozice je pod neustálou kontrolou počítače a při jakémkoli podezření na chybu je obsluha s tímto stavem ihned seznámena pomocí ovládacího panelu, kde jsou jednotlivé chyby zobrazeny i s popisem.



Obrázek 3.5: Řídicí systém zařízení TekSpray 15

Mimo aktivní prvky ochrany disponuje systém i pasivními prvky jako je např. přetlaková pojistka, což je ochranný disk, který se v případě vysokého přetlaku protrhne a tím se vytvoří prostor pro přebytečný plyn, který je odveden pryč ze systému.

#### 3.2.2. Systém podávání prášků

Hlavním předmětem zkoumání byl již dříve zmíněný vibrační práškový podavač (obr. 3.6) od firmy Tekna Plasma Systems inc., model PFV100-TEK15.

Podavač je válcovitého tvaru a tvořen převážně ze slitiny hliníku a funguje na principu vibrační misky. Uvnitř podavače se nachází válcovitý zásobník na prášek. Z tohoto zásobníku pomocí vibrací prášek vertikálně stoupá po šroubovici až do vyústění podavače, odkud je unášen proudem plynu, např. argonem.

Podavač prášku je navržen tak, aby byl schopen podávat různé druhy prášku o různé hrubosti pro rozličný způsob aplikací. Rychlost podávání je upravována různým nastavením amplitudy a frekvence vibrací. Tento podavač je primárně zaměřen pro použití v laboratořích, kdy umožňuje snadnou a rychlou výměnu podávaného prášku.[32]

Amplitudu a frekvenci vibrací lze nastavovat na snadno přístupném a intuitivním ovladači s pamětí. Tyto parametry lze měnit i za běhu podavače a lze tak průběžně měnit parametry. Slabou stránkou tohoto podávání je, že neexistuje žádná zpětná vazba, kromě vizuální, a tak obsluha nezná přesné hodnoty rychlosti podávání. A právě proto jedním z úkolů této práce bylo, zjistit hodnoty podávání při různých nastaveních frek-

<sup>1</sup>běžícím na operačním systému Windows 7





Obrázek 3.6: Práškový podavač systému TekSpray 15

vence/amplitudy vibrací, aby obsluha měla co nejpřesnější představu o parametrech podávání a byla tak schopna dosáhnout požadovaných hodnot mnohem rychleji a přesněji.

Vibrační motor (obr. 3.6) se nachází ve spodní části (1), která je pevně napojena na část kuželovitého tvaru (2), ve které se nachází spirála, po které prášek stoupá vzhůru. Dovnitř na spirálu je vidět i za chodu, jelikož je ze shora uzavřena průhledným plexisklem (3). Prášek, který vystoupá na konec spirály je unášen směrem k plazmatu pomocí plynu (4). Dále nahoru pokračuje válcovitý zásobník (5) s uzávěrem a násypkou (6) na samotném vrcholu podavače. Celý podavač je uložen pomocí čtyř silentbloků uložených v podstavci (7).

### 3.2.3. Princip měření práškového podavače

Před začátkem měření byl podavač sundán z podstavce z přístroje, vyčištěn, naplněn zkoumaným práškem a zvážen. Jako hmotnost podavače po naplnění byla považována hodnota 15 570 g pro prášek vyšší hrubosti A a 14 296 g pro jemnější prášek C. Nižší váha u jemnějšího prášku je zapříčiněna použitím menšího množství tohoto prášku. Jak bylo zmíněno v kapitole 3.1.1, měření práškového podavače proběhlo pouze s prášky A a C, nikoli s práškem B.

Následně byl podavač umístěn zpět na své původní místo na podstavci. Jelikož podavač funguje na principu vibrací, nemůže být experimentální měření provedeno jinde, než na podstavci v přístroji. Protože například pokud by byl volně položený na stolku, docházelo by k jinému útlumu a získané výsledky by se lišily od výsledků s podavačem v přístroji.

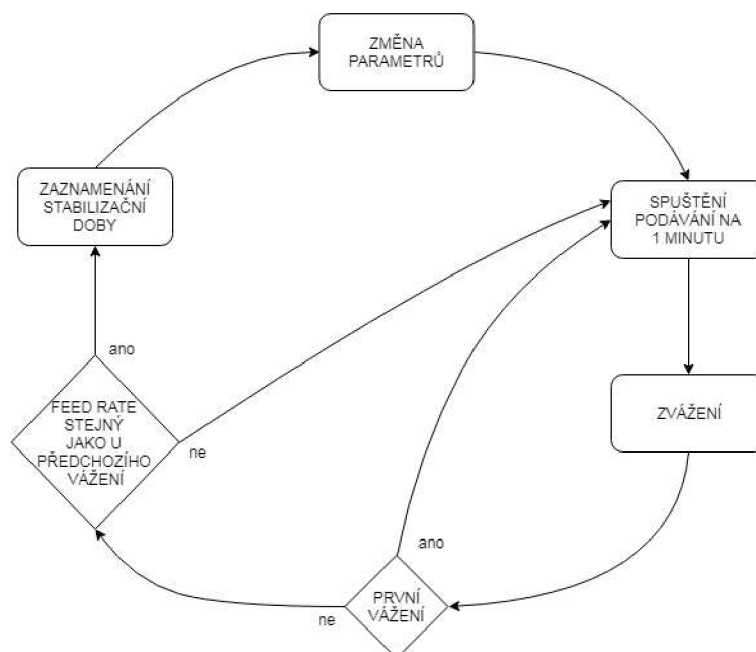
### 3.2. RF-ICP

Po umístění, upevnění a zapojení, bylo spuštěno podávání do doby, než prášek rovnoměrně vystoupal po šroubovici a mohl být opět podáván. Následovalo odebrání vzorku prášku a označen jako prášek "před". Po dalším podávání a ustálení hodnoty feed rate<sup>2</sup> započla jednotlivá měření a experimenty.

Po provedení všech měření u jednoho prášku byl celý postup opakován za co nejméně odlišných podmínek i pro druhý prášek.

#### Stabilizační doba podavače

Prvním úkolem bylo zjistit tzv. stabilizační dobu podavače, tj. čas, za který se feed rate po změně frekvence, amplitudy, případně obou těchto parametrů ustálí. Metoda ke zjištění této hodnoty spočívala ve změně nastavených parametrů na ovladači podavače a následně sběrem prášku a jeho vážením po 1 minutě. Tzn. objemovým principem byla získána rychlost podávání (feed rate) v závislosti g/min. Postup je znázorněn na diagramu na obr. 3.7.



Obrázek 3.7: Algoritmus měření

Měření bylo několikrát zopakováno pro odlišné volby frekvence/amplituda. Samotná stabilizační doba byla určena ze závislosti změny rychlosti podávání na čase.

Prášek byl při experimentech sbírán do plastového sáčku, který byl zavěšen tak, aby co nejméně ovlivňoval vibrace podavače a neměnil tak jeho vlastnosti (obr. 3.6). Odebraný prášek byl v průběhu experimentu doplňován zpět do zásobníku podavače, aby se co nejvíce eliminoval vliv změny celkové váhy podavače na vibrační charakteristiky. Při odvažování byla použita váha KERN model: EMB 2000-2.

#### Závislost rychlosti podávání na frekvenci a amplitudě

Jelikož podavač nedisponuje žádnou zpětnou vazbou co se týče rychlosti podávání prášku, bylo třeba závislost rychlosti podávání na frekvenci a amplitudě zjistit experimentálně.

<sup>2</sup>rychlost podávání

U tohoto měření se vycházelo ze stabilizační doby určené v dřívějším experimentu. Byla sestavena tabulka se zvolenými hodnotami amplitudy a frekvence. Jednotlivé hodnoty těchto závislosti byly experimentálně proměřeny vážením prášku, který podavač podal za 1 minutu, tzn. stejným způsobem jako v případě určení stabilizační doby.

Při měření na každé hodnotě amplituda/frekvence byl podavač naplněn, následně byla provedena stabilizace rychlosti podávání po dobu stabilizační doby podavače. Až poté proběhla jednotlivá měření hmotnosti prášku podaného podavačem za 1 minutu. Tato měření byla z důvodu zvýšení přesnosti měření 3x zopakována. Stejný postup měření byl dodržen u obou šarží prášku.

#### **Vliv objemu na rychlost podávání**

Protože se jedná o vibrační práškový podavač, byl předpokládán vliv objemu a celkové hmotnosti podavače na rychlost podávání. Pokud by se tato hypotéza potvrdila, znamenalo by to značnou nevýhodu při použití tohoto typu podavače, z důvodu nestálosti a proměnlivosti rychlosti podávání v průběhu běhu podavače.

Podavač byl opět naplněn na dříve stanovenou hodnotu plného podavače a spuštěn na hodnotách amplituda/frekvence, které zajišťují vyšší hodnotu rychlosti podávání z důvodu zkrácení doby nutné k provedení experimentu. Prášek byl opět každou minutu odebírán a vážen. Toto měření probíhalo až do doby, kdy byl podavač úplně prázdný. Z posledního vážení byl odebrán vzorek z obou šarží prášku a označen jako prášek "po".

#### **Vytržování prášku**

Toto odebrání prášku "před" a "po" sloužilo k ověření, zda se prášek v důsledku vibrací nevytržuje. Vzorky obou šarží prášků byly následně nafoceny v elektronovém mikroskopu. Výsledné snímky byly poté vzájemně porovnány pro četnost obsahu aglomerátů větších velikostí. Znalost informace zda podavač prášek opravdu vytržuje či nikoli je velice důležitá pro budoucí experimenty, nástřiky a pro celkové vyhodnocení vhodnosti použití tohoto podavače.

### 3.2.4. Příprava a charakterizace vzorků

Hlavní funkcí přístroje Tekna TekSpray 15 je depozice vrstev při využití radiofrekvenčně řízeného indukčně vázaného plazmatu. Záměrem tohoto experimentu bylo *nastříkat* tři vzorky za využití tří dostupných prášků a následné porovnání výsledných struktur.

Tabulka 3.1: Tabulka použitých parametrů během jednotlivých nástřiků

Parametry	prášek A	prášek B	prášek C
amplituda	35	45	jiný podavač
frekvence	118,5	118,5	jiný podavač
rychlost podávání [g/min]	8,86	7,20	-
ochranný plyn [slpm] <sup>3</sup>	Ar 35		
centrální plyn [slpm]	Ar + H <sub>2</sub> 10 + 3,6		
nosný plyn [slpm]	Ar 5		
předehřev [s]	60		
čas nástřiku [s]	120 + 60 chlazení	120 + 30 chlazení	59,5 + 60 chlazení
přejezdů	2	8	5

#### První nástřik práškem A

Jako nosný plyn byl použit argon *Ar*, dále byl do komory přiváděn i vodík *H<sub>2</sub>* jako pomocný plyn během samotného nástřiku. Parametry (tab. 3.1) byly zvoleny s ohledem na zkušenosti z dříve proběhlých nástřiků. Cílem bylo dokázat nastříkat porovnatelné vrstvy z obou prášků, aby dále bylo možné provést podrobnější analýzy. A jelikož by při změně parametrů mohlo dojít k nestabilitě, popřípadě ke špatnému nástřiku vrstvy, byly zvoleny již dříve ověřené hodnoty parametrů.

Po konfiguraci podavače, ustálení rychlosti podávání a jejím přeměření a ověření byla zahájena příprava k nástřiku. Po vizuální kontrole přístroje a připojení výstupní hadice, která vede prášek unášený nosným plynem z podavače, byl na rotační podstavec (k rotaci podstavce dochází za účelem zvýšení rovnoměrnosti nástřiku) do komory umístěn disk z grafitu. Komora byla následně uzavřena a utěsněna, došlo také k zavření krycích dveří přístupné oblasti přístroje, jelikož by systém neumožnil z bezpečnostních důvodů pokračovat. Po uzavření všech dveří došlo k zapnutí a kontrole systému, zda nehlásí žádnou chybu a zda je možné bezpečně pokračovat. V systému byla následně zapnuta kontrola všech prvků, po které následovalo vyvacování komory, spuštění pomocných plynů, nosných plynů, podavače a poté i samotné zažehnutí plazmatu a nástřik. Samotný průběh nástřiku byl rozdělen na několik samostatných přejezdů, aby nedošlo k přehřátí a vrstva byla pokud možno co nejvíce rovnoměrná.

Původně bylo v plánu 20 samostatných přejezdů, bohužel u prvního vzorku došlo během začátku 3. posunu z dosud neznámých příčin k fatální chybě systému a k nouzovému vypnutí a zhasnutí plazmatu. Výsledkem byla vrstva o menší tloušťce. Nicméně ani tento problém zásadně neohrozil následné zkoušky prvního vzorku.

<sup>3</sup>standard litre per minute - jednotka průtoku za standardizovaných podmínek

#### Druhý nástřik práškem B

Po prvním nástřiku musel být celý systém zkontrolován a vyčištěn. Vyčištěn byl také práškový podavač, u kterého došlo i k výměně prášku A za prášek B (Osram MP75).

Po vyčištění a výměně byl celý proces opět opakován. Stejně i zde byl jako nosný plyn použit argon  $Ar$  a jako pomocný plyn vodík  $H_2$ . Nastavení zařízení je zobrazeno v tab. 3.1.

#### Třetí nástřik práškem C

Nakonec byl opětovně důkladné kontrole a po vyčištění přístroje proveden nástřik práškem C (4  $\mu m$  prášek). Vlastnostmi se tento prášek zcela lišil od obou dříve zmíněných prášků (mnohem nižší průměrná velikost částic). Parametry tohoto nástřiku se stejně jako u dvou předchozích nacházejí v tab. 3.1. Důležité je zmínit, že u tohoto nástřiku byl použit odlišný podavač, který byl použit pro ověření správnosti podávání poté, co bylo zjištěno, že první podavač je limitovaný z pohledu konstantnosti podávaného množství.

Všechny tři disky s nastříkanou vrstvou wolframu absolvovaly zpracování a přípravu v metalografické laboratoři, aby bylo možné je pozorovat na elektronovém mikroskopu. Bylo provedeno jak nafocení a zhodnocení výsledných struktur tak prvková analýza pomocí metody EDX.



### 3.2. *RF-ICP*

## 4. Diskuse výsledků

V diskusi výsledků budou prezentována a zhodnocena naměřená data z experimentů, jejich důsledky na vlastnosti deponovaných vrstev a použití přístroje. Nejobsáhlejší pasáž se bude zabírat zhodnocením chování podavače prášku a jeho vlastností.

### 4.1. Vliv parametrů podávání prášku

Z hlediska používání podavače prášku při deponování povrchových vrstev přístrojem Tekna 15 bylo důležité zjistit a ověřit vliv nastavení, umístění a dalších stavů na rychlost a stabilitu podávání.

#### 4.1.1. Výsledná stabilizační doba podavače

Jako první byla experimentálně zjištěna stabilizační doba podavače. Nejprve proběhla zkouška s práškem A s průměrnou velikostí částic 85  $\mu\text{m}$  a následně s práškem C s průměrnou velikostí částic 4  $\mu\text{m}$ .

##### Prášek A

Měření stabilizační doby u připraveného práškového podavače s celkovou hmotností po naplnění 15 570 g bylo spuštěno při frekvenci 118.5 Hz a amplitudě 35<sup>1</sup> s původní rychlostí 5,06 g/min a poté následovala změna amplitudy z 35 na 70.

Tabulka 4.1: Prášek A: 118,5 Hz; A35 -> A70

1 min	67,30 g/min
2 min	79,06 g/min
3 min	78,25 g/min
4 min	105,83 g/min
5 min	156,29 g/min
6 min	63,87 g/min
7 min	56,49 g/min
8 min	53,92 g/min
9 min	55,36 g/min
10 min	54,57 g/min

V počátku měření od 1. až do 5. minuty hodnota rychlosti podávání zásadně stoupá. Jelikož ale před tímto měřením proběhlo předchozí podávání, padlo podezření na vliv úbytku prášku v podavači a jeho celkovou váhu. Odebraný prášek byl tedy doplněn zpět do zásobníku a od 6. minuty byl podavač vždy po odměření rychlosti podávání za 1 minutu doplněn zpět do plné hmotnosti. Rychlost podávání se ihned snížila a rychle ustálila. První odhad stabilizační doby z tohoto pokusu byl 1-2 min. Zároveň byl odhalen zásadní vliv množství prášku v podavači (jeho celková hmotnost), který je třeba také experimentálně ověřit. Tomuto problému bude dále věnována samostatná kapitola 4.1.3.

<sup>1</sup>u amplitudy nejsou jednotky bohužel známy, nejsou uvedeny ani v manuálu přístroje

#### 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

V pokračování tohoto měření byla velikost amplitudy změněna zpět ze 70 na 35. Frekvence zůstala na 118,5 Hz.

Tabulka 4.2: Prášek A: 118,5 Hz; A70 -> A35

1 min	2,63 g/min
2 min	2,34 g/min
3 min	2,47 g/min
4 min	2,47 g/min
5 min	2,61 g/min

Po vlivu úbytku prášku vypořádaného u předchozího měření, byl i v tomto případě prášek doplňován zpět do podavače po každém odvážení. Z výsledků zaznamenaných v tabulce 4.2 je patrné, že ke stabilizaci opět došlo velmi rychle. Stabilizační doba i v tomto měření odpovídá 1 minutě. Je potřeba si všimnout nižší rychlosti podávání než jakou měl podavač při stejných parametrech před začátkem tohoto testu. Takle změna je přisuzována vlivu rozdílnému množství prášku v podavači.

Velmi důležitým poznatkem pozorování činnosti podavače při takto nízké hodnotě rychlosti podávání bylo, že prášek není z podavače odváděn rovnoměrně, ale „pulzuje“. Nepravidelné a nerovnoměrné podávání prášku rozhodně není vhodná vlastnost a může mít negativní vliv na výsledné vlastnosti deponovaných vrstev.

Při ponechání amplitudy na stejné hodnotě, tudíž 35, ale změně frekvence ze 118,5 Hz na 170 Hz byla rychlost nulová hned po první minutě. To znamená, že s touto frekvencí jsme se dostali mimo oblast, ve které je podavač schopen podávat prášek.

Z toho důvodu byla frekvence snížena ze 170 Hz na 140 Hz. Avšak i na této hodnotě frekvence byla rychlost podávání stále nulová. To znamená, že podavač je velice citlivý na volbu frekvence a také, že interval hodnot frekvence ve kterých je podavač schopen podávat je úzký, v řádu jednotek.

Tabulka 4.3: Prášek A: 122 Hz; A35

1 min	0,21 g/min
2 min	0,13 g/min
3 min	0,12 g/min
4 min	0,12 g/min

Po snížení frekvence na 122 Hz začal podavač opět podávat. Ze zaznamenaných hodnot je patrné, že se nacházíme na krajní hodnotě intervalu frekvencí, ve kterých podavač podává prášek, a proto nemá smysl ani v následujících experimentech volit hodnoty frekvence vyšší než je právě hodnota 122 Hz. Stabilizační doba i v tomto případě činila 1-2 min pro prášek A.

#### Prášek C

Pro ověření stabilizační doby bylo potřeba provést experiment i na jiném druhu prášku, zda právě parametry prášku tuto dobu razantně neovlivňují. Z toho důvodu byl zvolen prášek s velice rozdílnou průměrnou velikostí a distribucí velikostí částic.

Tabulka 4.4: Prášek C: 118,5 Hz; A50

1 min	26,41 g/min
2 min	37,43 g/min
3 min	36,47 g/min
4 min	38,69 g/min

Měření bylo provedeno pouze jednou a to z důvodu velkého množství pokusů, které u tohoto prášku předcházely. Tudíž tento test byl proveden za účelem ověření předchozích postupů. Měření s práškem C (tab. 4.4) potvrzuje naměřené výsledky u prášku A.

### Výsledek

Výsledná stabilizační doba tedy činí 2 minuty, ale z konzervativnějšího hlediska je doporučena hodnota stabilizace 4 minuty z důvodu zvýšení přesnosti. Doba 4 minutové stabilizace se osvědčila hlavně u nižších hodnot rychlosti podávání, kdy s rostoucí hodnotou rychlosti se potřebná doba stabilizace snižuje. Zároveň je třeba dbát na to, zda při stabilizaci nedošlo k významnému úbytku prášku v podavači a nebyla tak znatelně snížena jeho celková hmotnost.

## 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

### 4.1.2. Průběh závislosti podávání na frekvenci a amplitudě

Podle postupu popsaného v kapitole 3.2.3 byla proměřena závislost rychlosti podávání na zvolené frekvenci a amplitudě podavače a sestavena tabulka. Tato tabulka v budoucnu může usnadnit nastavení požadované rychlosti podávání. Bohužel tyto hodnoty platí pouze při stejném naplnění (váze) podavače, jinak se jedná pouze o orientační hodnoty, nicméně i přesto je patrný vliv obou testovaných parametrů.

Měření na každé hodnotě amplituda/frekvence bylo dvakrát opakováno, proto v tabulkách vystupují vždy 2 hodnoty rychlosti podávání. Z důvodu časové náročnosti jednotlivých měření nebyly proměřeny všechny hodnoty a tím pádem nejsou tabulky úplné, ale i tato neúplná matice poskytuje přesnou představu o vlivu dvou studovaných parametrů.

Frekvence v tabulkách má jednotky Hz, u amplitudy jednotky nejsou známy. Naměřené rychlosti podávání v tabulkách jsou vyjádřeny v g/min.

#### Prášek A

První měření této závislosti proběhlo za použití prášku A s plnou hmotností podavače 15 570 g.

Tabulka 4.5: Závislost rychlosti podávání na amplitudě a frekvenci prášek A 14.02.2018

ampl/frek	30	35	40	45	50	55	60	65	70
115								43,42 39,49	
117								53,28 55,04	
118								54,81 51,57	
118.5	0,94 0,93	3,21 3,10	5,24 5,49	12,62 12,64	28,42 28,38	36,21 33,21	47,92 47,51	49,39 50,05	55,36 54,57
119								48,14 49,72	
120								32,65 33,49	
122		0,12 0,13							

U nízkých hodnot rychlosti podávání nebyl úbytek váhy v podavači tolik citelný a nebylo potřeba prášek v průběhu měření doplňovat zpět do podavače. Při vyšší rychlosti podávání bylo potřeba metodu měření upravit z důvodu rychlé změny hmotnosti podavače. Po doplnění prášku do podavače proběhla stabilizace na 2 minuty, následně opět doplnění prášku do podavače, 1 minuta stabilizace a poté měření. Tato minutová stabilizace po doplnění prášku do podavače byla použita z toho důvodu, že při manipulaci s podavačem při jeho plnění může dojít k setřepání části prášku ze šroubovice.

Z naměřených hodnot je patrné, že se zvyšující amplitudou roste i rychlost podávání. Při amplitudě nastavené na hodnotu 65 byla opět potvrzena vysoká citlivost podavače na nastavenou frekvenci. Maximum bylo při hodnotě frekvence 117 Hz.

Pro ověření stálosti podávání byly experimenty zopakovány ještě po prodlevě 24 hodin, tj. po celkovém vypnutí a zapnutí zařízení TekSpray 15. Z důvodu ověření hodnot ze dne

předchozího byla řada hodnot opětovně proměřena.

Tabulka 4.6: Závislost rychlosti podávání na amplitudě a frekvenci prášek A 15.02.2018

ampl/frek	30	35	40	45	50	55	60	65	70
115	2,41	4,17	5,97	7,61	13,95	15,16	22,11	35,66	46,95
	2,37	3,78	5,78	6,95	13,40	14,37	20,95	34,23	43,66
117				23,72					
				23,62					
118				20,32					
				19,40					
118.5	2,52	5,25	8,37	19,56	26,38	33,71	40,56	51,92	70,26
	2,44	6,30	8,68	20,56	26,80	34,29	40,33	55,65	66,59
119				11,36					
				12,12					
120				4,36					
				4,17					
122	0	0,14	0,30	0,54	0,88	1,89	3,59	7,8	8,88
	0	0,13	0,31	0,51	0,97	1,81	3,48	7,44	9,04

Díky tomuto proměření a kontrole si můžeme všimnout změny rychlosti podávání, i když podmínky zůstaly zachovány. Tenhle jev opět poukazuje na nepravidelnost a nestabilitu podávání tímto podavačem.

Je velmi pravděpodobné, že hodnota rychlosti podávání se při přechodech z odlišných hodnot na stejnou hodnotu liší. Tzn. např.: při přechodu z podávání 118,5/30 na 118,5/45 a při přechodu z 118,5/70 na 118,5/45, bude výsledná hodnota rychlosti podávání po stabilizaci odlišná.

I přesto bylo ověřeno, při nastavení jiné hodnoty amplitudy, že maximum nastává při hodnotě frekvence 117 Hz.

#### 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

##### Prášek C

Vlastnosti chování podavače zjištěné při přeměřování hodnot rychlosti podávání v závislosti na frekvenci a amplitudě bylo potřeba ověřit i za použití odlišného prášku. K dalšímu měření byl zvolen již dříve zmíněný a použitý prášek C. S omezeným množstvím tohoto prášku vážil naplněný podavač 14 296 g.

Tabulka 4.7: Závislost rychlosti podávání na amplitudě a frekvenci prášek C 16.02.2018; použití barev v tabulce je popsáno dále v textu

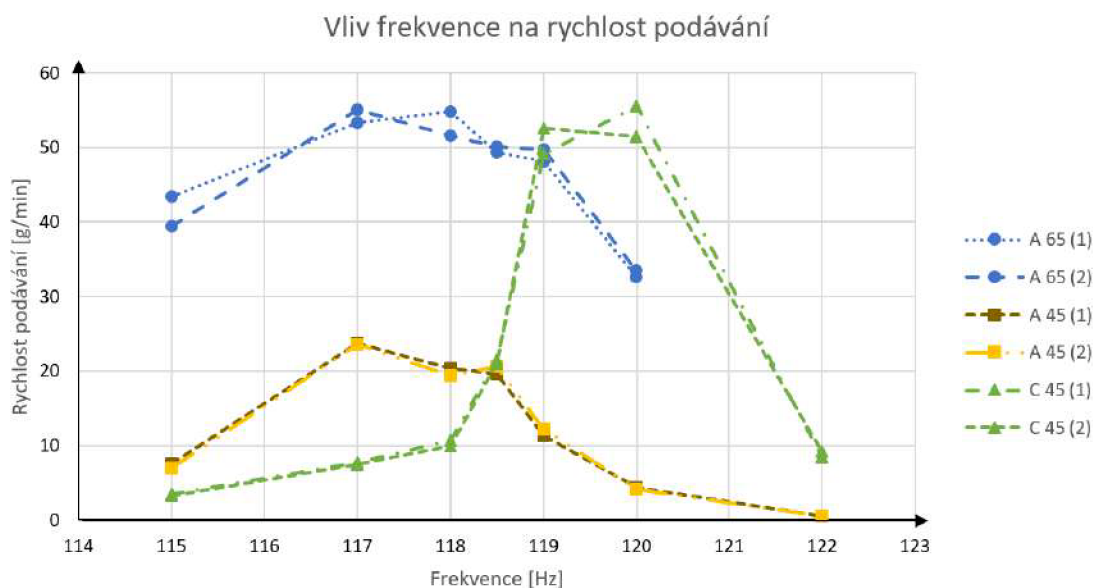
ampl/frek	30	35	40	45	50	55	60	65	70
115	1,03	1,76	1,99	3,51	4,81	6,67			
	0,99	1,82	2,29	3,29	4,38	5,94			
117				7,69					
				7,51					
118				10,68					
				9,99					
118.5	5,20	12,84	19,76	21,46	35,81	83,62	134		
	6,38	11,05	18,47	20,99	35,19	83,75			
119				49,08	93,88	136,84			
				52,51	105,48				
120	10,26	21,75	29,56	55,51	106,96				
	8,78	21,26	32,34	51,46	112,26				
122	1,22	2,16	4,32	8,52	13,32	24,78			
	1,17	2,27	3,51	9,21	13,96	23,97			

Měření těchto hodnot proběhlo stejným způsobem jako u předchozího prášku A. Při každém přechodu na jiné hodnoty amplituda/frekvence a po doplnění prášku zpět do podavače a byla provedena stabilizace.

Při porovnání naměřených hodnot obou prášků jsou rychlosti podávání zcela odlišné. Tento jev je způsoben jednak rozdílnou strukturou prášku, který se při vibracích chová jinak, ale taky jeho nižším použitým množstvím, které způsobuje nižší celkovou hmotnost podavače.

Stejně jako u předchozího prášku docházelo i u tohoto prášku k nepravidelnému podávání. Tento jev je zvláště patrný při nižších rychlostech podávání okolo 2-10 g/min.

Červeně označené jsou ty rychlosti podávání, které byly z důvodu vysoké rychlosti špatně měřitelné. V podavači totiž docházelo k velkému úbytku prášku během krátkého časového intervalu. Jelikož bylo v zásobníku menší množství prášku, tato rychlost se v průběhu měření rapidně měnila a měření bylo zatíženo velkou chybou. Při menším zaplnění zásobníku, což byl právě tento případ, jsou citelné změny v rychlosti už při úbytku nad 50 g prášku.



Obrázek 4.1: Vliv frekvence podavače na rychlost podávání prášků

Na grafu 4.1 jsou vyznačeny závislosti rychlosti podávání při určité amplitudě na frekvenci. Čísla v legendě před závorkami označují amplitudu, čísla v závorkách udávají pořadí měření.

Frekvence, při níž byla rychlost podávání maximální, byla odlišná než u prášku A. Zde je tato hodnota 120 Hz. Opět je ale potvrzeno, že při zvyšující hodnotě amplitudy roste i hodnota rychlosti podávání. Z grafu je ovšem patrné, že u prášku C byla změna rychlosti při změně frekvence mnohem razantnější než u prášku A.

Opět je potřeba zmínit, že naměřené hodnoty jsou pouze orientační. I nepatrné odchylky podmínek, při kterých je prášek podáván nebo druh prášku, mohou mít zcela zásadní vliv na výsledné hodnoty rychlosti podávání. Jelikož podavač nedisponuje přímou zpětnou vazbou udávající hodnotu rychlosti podávání, může být jeho nastavení před samotným nástřikem dost obtížné a časově náročné.

## Výsledek

Závěrem tohoto experimentu tedy je, že podavač je velmi citlivý na nastavenou frekvenci a i mírná změna frekvence má zásadní vliv na výslednou rychlost podávání. Zároveň s rostoucí amplitudou ve všech případech bez výjimky rostla rychlost podávání.

U prášku A bylo pod tabulkou 4.6 zmíněno, že se hodnota podávání po proběhlé stabilizaci liší podle toho, na jakých parametrech byl podavač nastaven před přechodem. Tento jev byl znatelnější u hrubšího prášku A, u C bylo chování podavače stabilnější a nedocházelo k tak výrazným odchylkám. Jedním z důkazů jsou zeleně označené hodnoty rychlosti podávání v tabulce 4.7, které se téměř shodují s hodnotou rychlosti podávání (také označené zelenou barvou) při stabilizaci (tabulka 4.4).

Avšak velmi zásadní zjištění je nepravidelnost a nestabilní podávání tímto podavačem, kdy dochází, nejvýrazněji u nižších rychlostí, k pulzaci při podávání. Zároveň je velmi obtížné nastavit přesnou hodnotu rychlosti podávání z důvodu nepředvídatelného chování, které je ovlivněno mnohými faktory. To znamená, že při nastavování požadované rychlosti podávání, se nevyhneme experimentálnímu přeměřování.



## 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

### 4.1.3. Vliv objemu na rychlost podávání

V kapitole 3.2.3 byl zmíněn možný vliv množství prášku v podavači, tedy celková hmotnost podavače, na rychlost podávání. Zda k tomuto jevu opravdu dochází bylo ověřeno experimentálním měřením na obou šaržích prášku (A i C).

#### Prášek A

Toto měření následovalo po měření závislosti amplitudy a frekvence na rychlost podávání, tudíž bylo nejprve provedeno s práškem A. Podavač byl naplněn a spuštěn na hodnotách frekvence 118,5 Hz a amplitudy 70. Toto nastavení mělo zajistit vyšší počáteční rychlost podávání a zkrátit tak dobu potřebnou pro provedení tohoto experimentu.

Tabulka 4.8: Vliv objemu - A: 118,5 Hz; A70

1 min	66,59 g/min
2 min	64,41 g/min
3 min	69,46 g/min
4 min	74,16 g/min
5 min	75,95 g/min
6 min	83,36 g/min
7 min	105,33 g/min
8 min	171,61 g/min
9 min	454,64 g/min
10 min	703 g/45 s

#### Prášek C

Ověření výsledků bylo provedeno měřením stejnou metodou i u druhé šarže prášku. Podavač byl naplněn a podávání bylo spuštěno při nastavení frekvence na 120 Hz a amplitudy na 45.

Tabulka 4.9: Vliv objemu - C: 120 Hz; A45

1 min	43,17 g/min
2 min	63,64 g/min
3 min	91,52 g/min
4 min	123,27 g/min
5 min	147,34 g/min

Jelikož tohoto prášku bylo k dispozici snižené množství, byl zásobník vyprázdněn mnohem rychleji. Každopádně tohoto jevu si bylo možné povšimnout už při měření stabilizace u tohoto prášku, viz. 4.4.

#### Výsledek

Výsledek těchto měření je zcela jednoznačný. Množství prášku a tedy celková hmotnost podavače má zásadní vliv na výslednou rychlost podávání. Tento jev je nežádoucí hned z několika důvodů. Jedním z nich je fakt, že v průběhu samotného nástřiku rychlost podávání roste. Může tedy dojít k nerovnoměrnému nástřiku, výsledku a odchýlení od původně požadovaných a nastavených parametrů.

Dále tento jev také ztěžuje nastavení požadované rychlosti podávání. Obsluha, která bude vycházet z hodnot naměřených během této práce, bude muset počítat se změnou celkové váhy podavače.

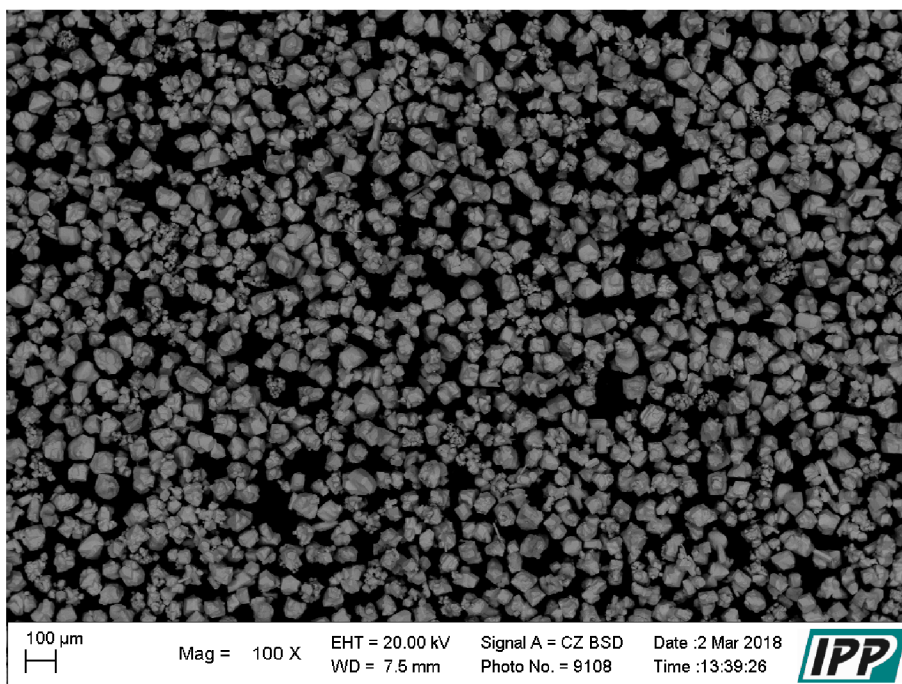
Doporučení plynoucí z tohoto měření je používat, pokud možno, plnější podavač. Na provedených měřeních je možné pozorovat, že pokud je na počátku v zásobníku podavače více prášku a tedy je celková hmotnost podavače vyšší, není relativní změna hmotnosti tak vysoká a změna (zvýšení) rychlosti podávání není tak výrazná. Jiná možnost je stříkat v menších sériích s průběžným doplněním prášků, ale to zapříčiní zvýšení časové náročnosti nástřiku.

## 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

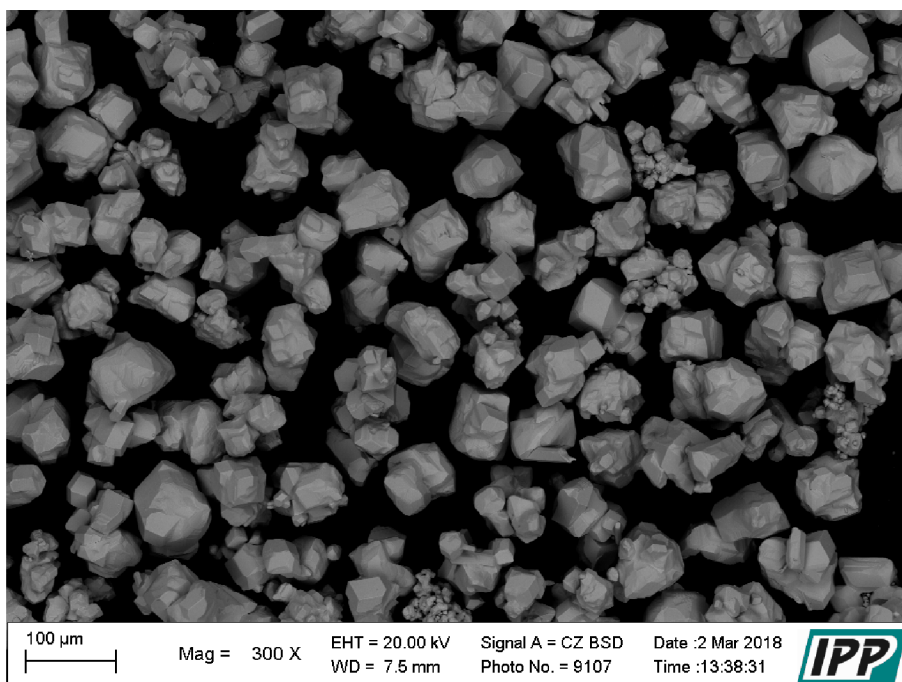
### 4.1.4. Vytřizování prášku

Zjišťování jestli podavač prášek vytřizuje či nikoli bylo provedeno tak, jak je popsáno v kapitole 3.2.3. Na snímcích 4.2 až 4.5 lze vidět typickou morfologii použitých prášků odebraných "před" procesem podávání a "po" procesu podávání.

Prášek A "před"

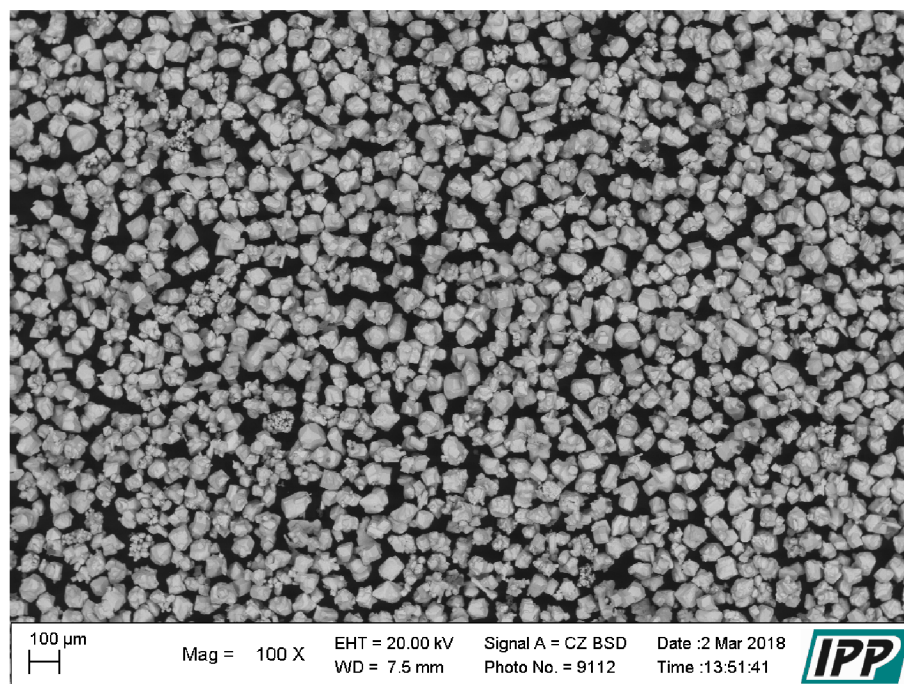


Obrázek 4.2: Snímek prášku A odebraného "před"(1)

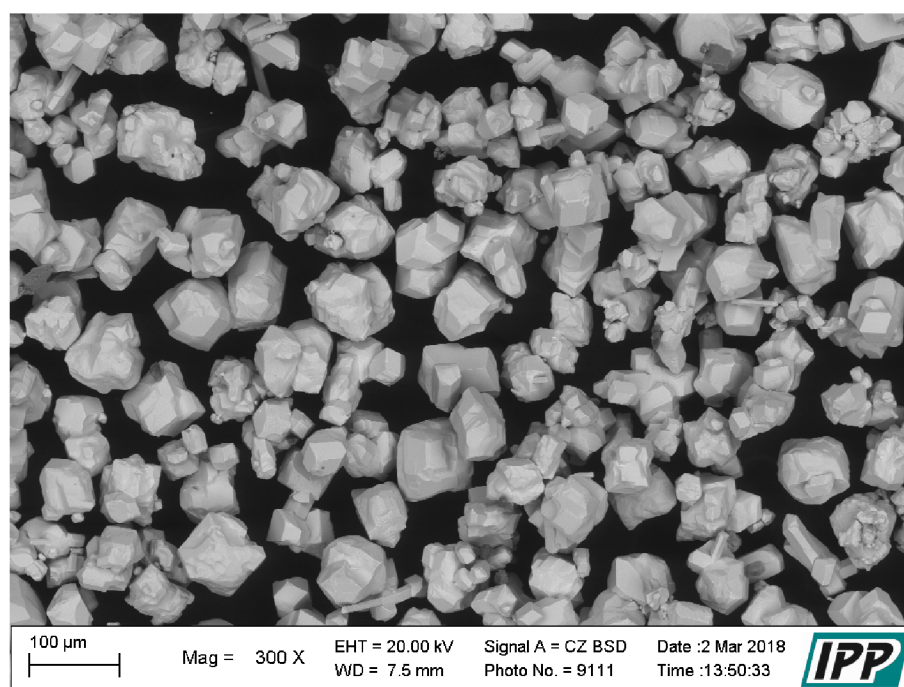


Obrázek 4.3: Snímek prášku A odebraného "před"(2)

## Prášek A "po"



Obrázek 4.4: Snímek prášku A odebraného "po"(1)



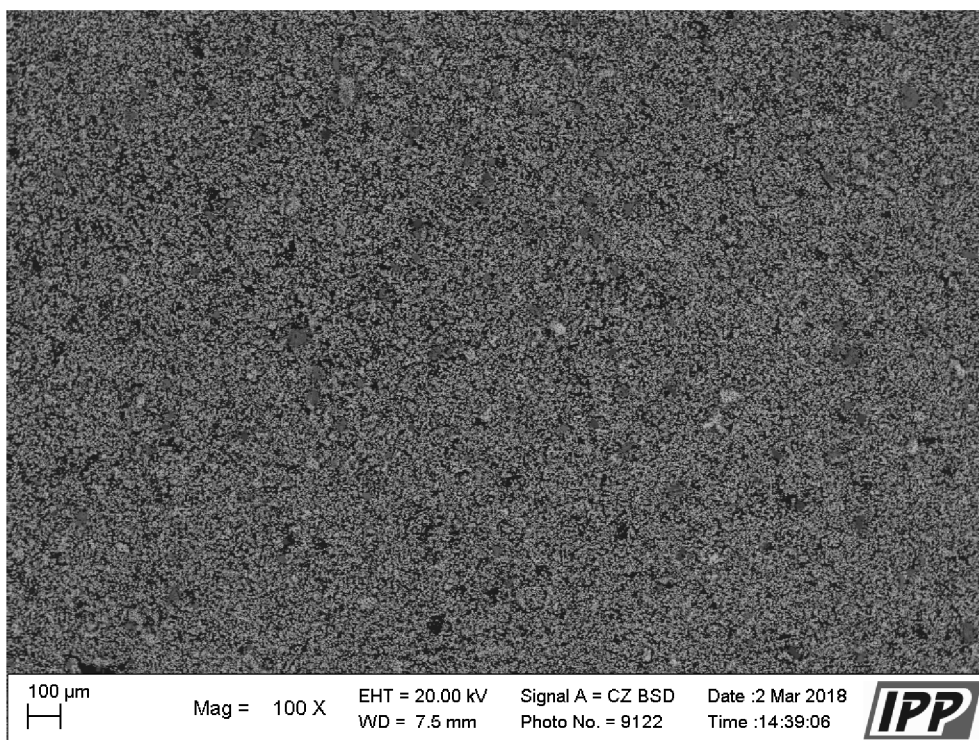
Obrázek 4.5: Snímek prášku A odebraného "po"(2)

Rozdíl mezi vzorky prášku A odebraných "před" a "po" byl spíše nevýrazný, ale i přesto lze pozorovat při porovnání obr. 4.3 a obr. 4.5 vyšší koncentraci menších částic u prášku odebraného "před"(obr. 4.3). Značný vliv na nevýraznost má i kvalita prášku (v prášku jsou zastoupena rovnoměrně velká zrna, nízká odchylka od průměrné velikosti).

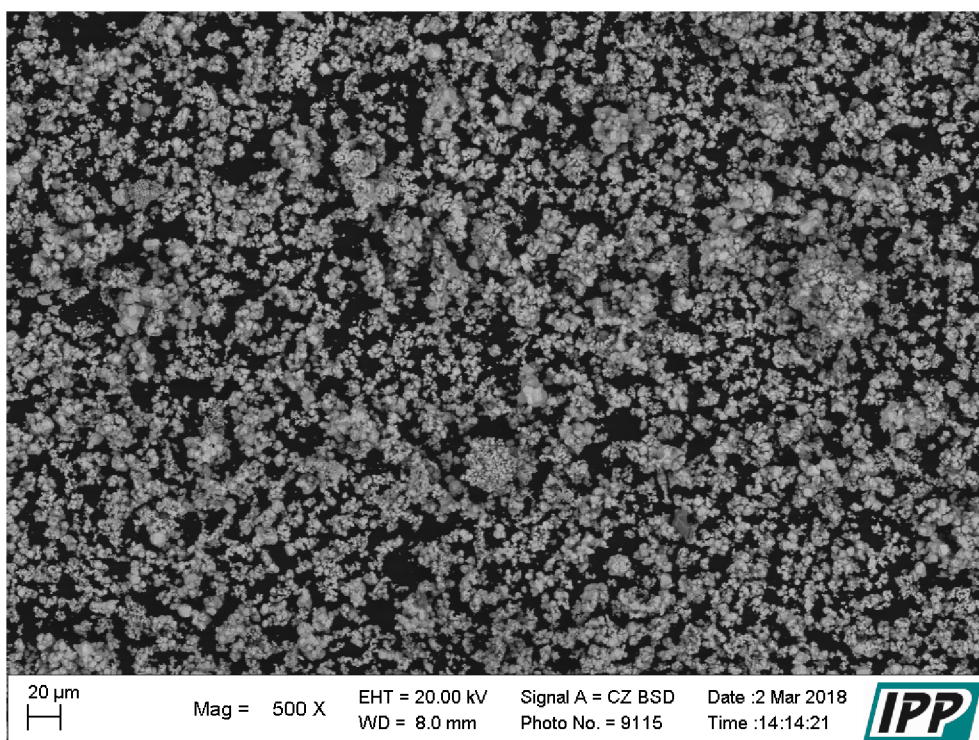


#### 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

##### Prášek C "před"



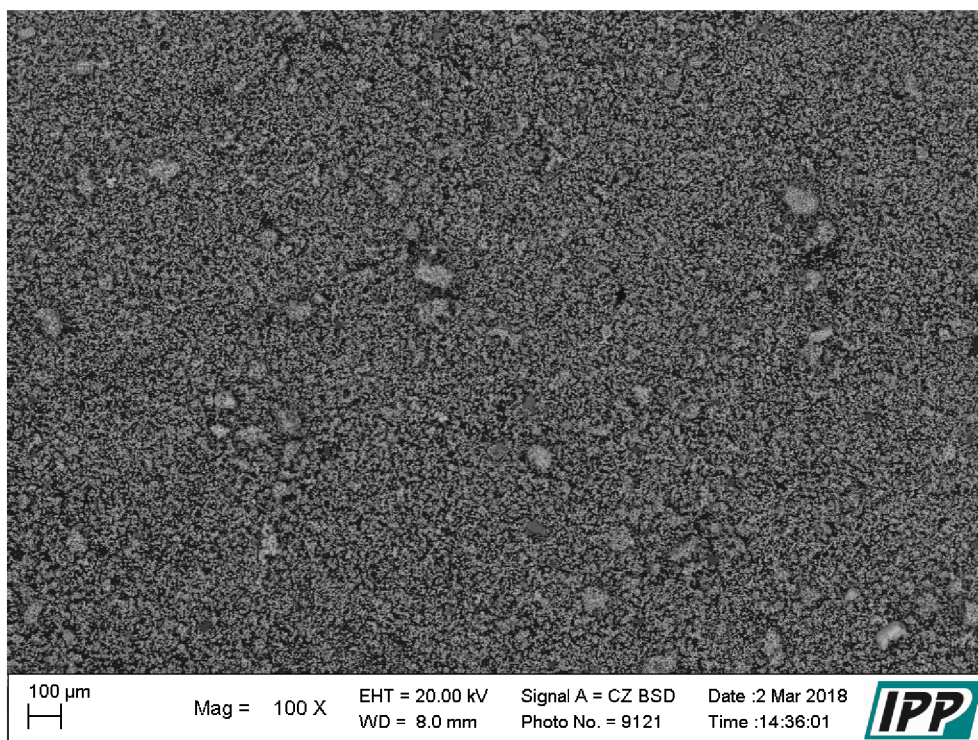
Obrázek 4.6: Snímek prášku C odebraného "před"(1)



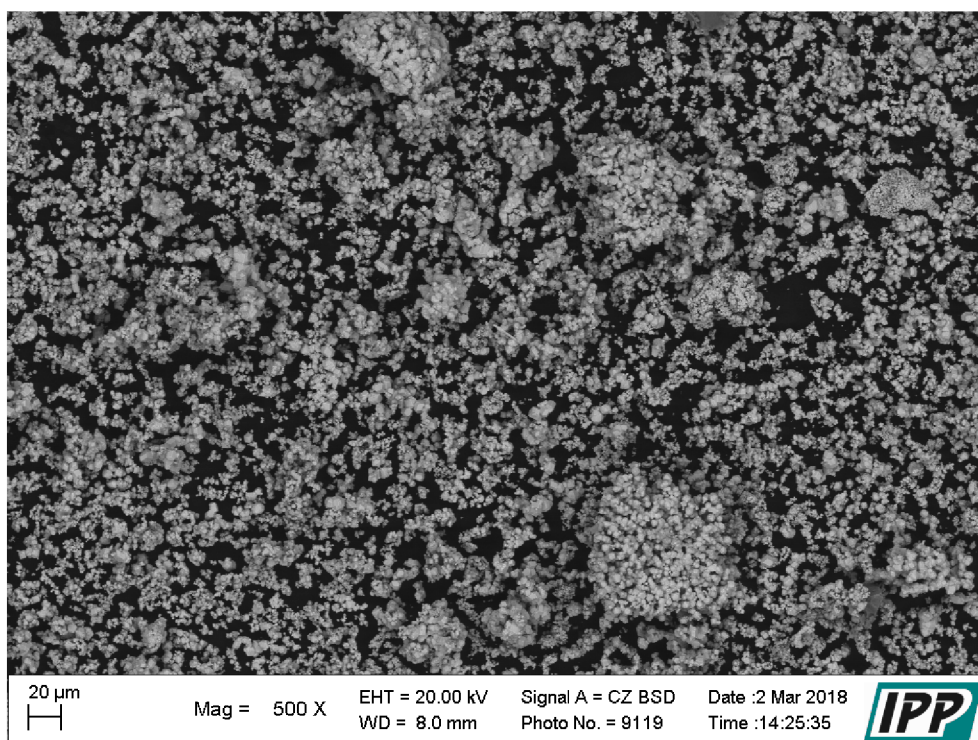
Obrázek 4.7: Snímek prášku C odebraného "před"(2)



## Prášek C "po"



Obrázek 4.8: Snímek prášku C odebraného "po"(1)



Obrázek 4.9: Snímek prášku C odebraného "po"(2)

#### 4.1. VLIV PARAMETRŮ PODÁVÁNÍ PRÁŠKU

U této série snímků je již zcela patrný rozdíl v koncentracích větších částic a aglomerátů mezi vzorky prášku odebraných "před" (snímky 4.6 a 4.7) podáváním a vzorky odebraných "po" (4.8 a 4.9) podáváním.

Na snímcích vzorku prášku odebraného "po" je zcela zřetelně více větších částic a především aglomerátů nežli na snímcích prášku odebraného "před". Z tohoto zjištění tedy vyplývá, že práškový podavač opravdu prášek vytřizuje. Tento jev je opět způsobem vibračním principem, na kterém podavač pracuje. Částice různé velikosti (hmotnosti) v prášku se při vibrování chovají odlišně. Zatímco jeden druh částic bude po šroubovici podavače stoupat rychleji a bude tedy podáván ve větším množství, další částice rozdílných proporcí stoupají pomaleji. Odlišnosti rychlosti podávání při rozdílných částicích bylo možné pozorovat i při porovnání naměřených hodnot rychlosti podávání v závislosti na amplitudě a frekvenci u prášku A a poté u prášku C (kapitola 4.1.2).

U tohoto prášku (prášek C) lze pozorovat mnohem širší distribuci různých velikostí částic, než jak tomu bylo u předchozího prášku A. V důsledku se tato skutečnost stala přínosem pro tento experiment, protože právě kvůli těmto rozdílům v různých velikostech částic lze třídění prášku podavačem sledovat mnohem snadněji a snímky z mikroskopu jsou mnohem názornější, než jak tomu bylo u prášku A.

Tato vlastnost nemusí být nutně považována jako negativní, každopádně je potřeba kalkulovat s jejím možným dopadem na výsledky nástřiku. Na druhou stranu lze těchto vlastností využít k vytrídění prášku a snížení obsahu nadměrně velkých aglomerátů.

## 4.2. Charakteristiky deponovaných vrstev

Hlavní funkcí celého systému TekSpray 15 je deponování povrchových vrstev za využití plazmatu. Jednou z částí této práce bylo také nastříkání tří vzorků za využití různých prášků wolframu při odlišných nastaveních systému. Tato kapitola se zaměří na porovnání a zhodnocení jednotlivých nástřiků.

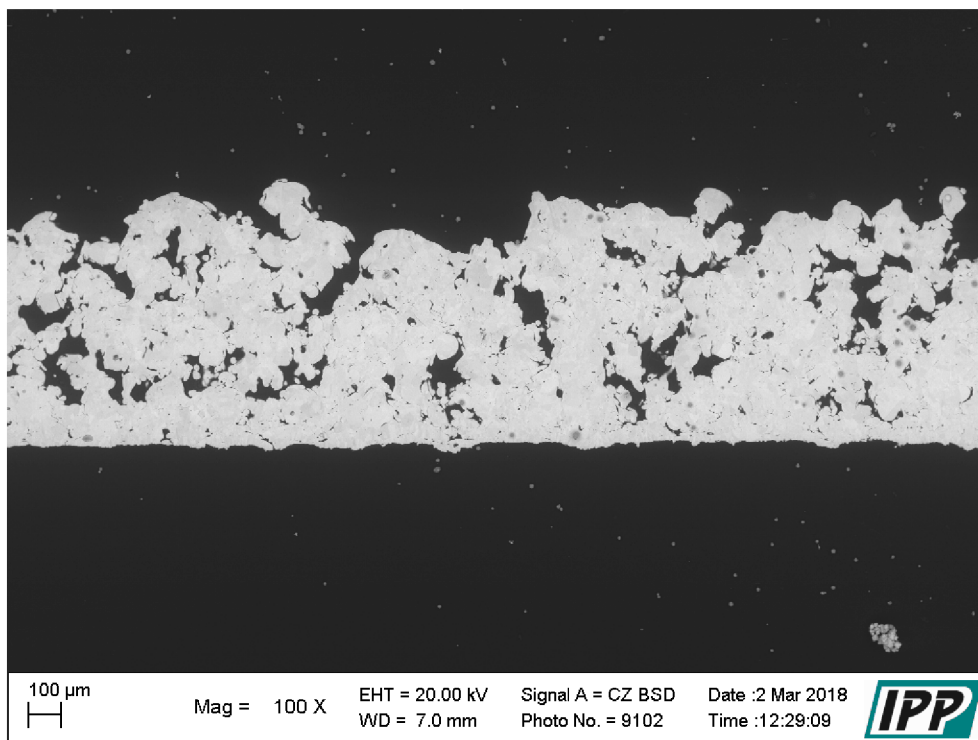
### Nástřik práškem A

Nástřik práškem A byl proveden při parametrech popsanych v kapitole 3.2.4.

Tabulka 4.10: Váha vzorku a doba nástřiku - A

Váha vzorku [g]	
Před	Po
57,66	73,09

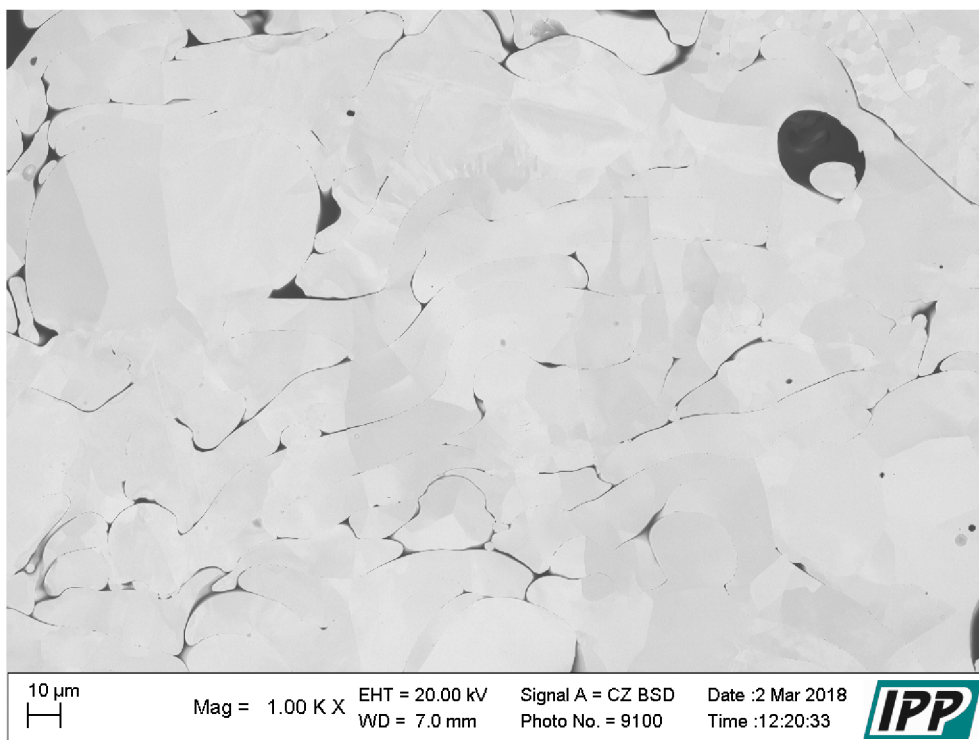
Výsledná váha wolframové vrstvy po pouhých dvou úspěšných přejezdech tvořila 15,43 g. Jednotlivý přejezd trval 120 s, kdy 60 s bylo použito pro ochlazení substrátu, aby nedošlo k přehřátí.



Obrázek 4.10: Mikrostruktura RF-ICP nástřiku vrstvy wolframu, použitý prášek A



## 4.2. CHARAKTERISTIKY DEPONOVANÝCH VRSTEV

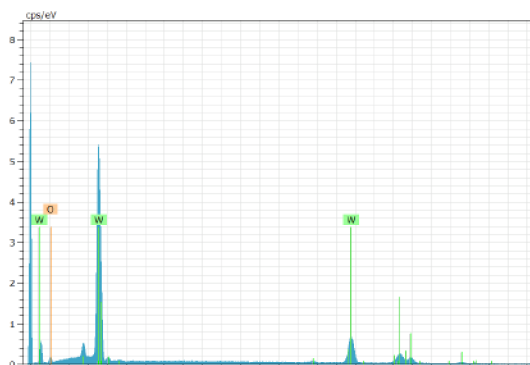


Obrázek 4.11: Mikrostruktura RF-ICP nástřiku vrstvy wolframu, použitý prášek A

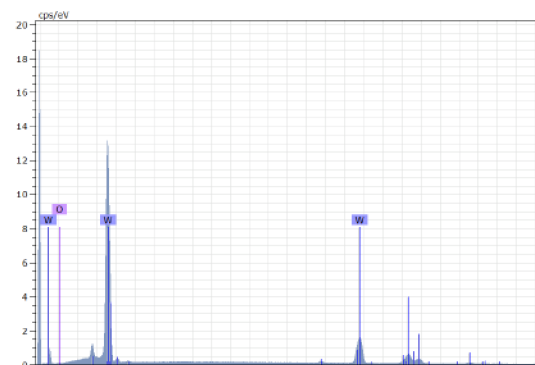
Výsledná struktura nástřiku je na první pohled vysoce porézní. Hustá, méně porézní je pouze vrstva o tloušťce cca. 100-150 μm od rozhraní s grafitovým substrátem. Od této vrstvy dále narůstá porozita, která není žádoucí. Tato porozita je s největší pravděpodobností způsobena nedostatečným množstvím přejezdů, které by pravděpodobně zvýšily rovnoměrnost struktury. Svůj vliv může mít také nepravidelné podávání podavače, nárůst rychlosti podávání (plazma přestala stíhat tavit větší množství prášku, což mohlo způsobit odražení a špatnou přilnavost částic), popřípadě odlišný tepelný odvod tepla substrátem, jelikož vrstva o větší tloušťce by teplo odváděla rozdílně.

Na obr. 4.11 lze pozorovat deformaci částic prášků wolframu, které po natavení narazí ve vysoké rychlosti na substrát, či předchozí částice wolframu, a následně účinkem své hybnosti tvar připomínající "lívance" (označováno jako splats). Některé částice jsou deformovány více než ostatní, i návaznost a pospojitosť je různorodá. Lze si také všimnout růstu zrn, které přechází i přes hranice jednotlivých částic. Fyzikální vlastnosti takto nástřikané vrstvy wolframu je potřeba dále prozkoumat.

Důležitým zjištěním bylo porovnání chemického složení prášku před nástřikem a povrchové vrstvy po nástřiku. Výsledná vrstva má totiž významně nižší procentuální zastoupení kyslíku, než jak tomu je u samotného prášku před nástřikem. Tato dezoxidace během nástřiku je důsledkem kontrolované atmosféry v komoře během samotné depozice, kdy do komory mimo nosný plyn putuje také vodík, který na sebe váže atomy kyslíku a vylepšuje tak výslednou čistotu konečné vrstvy.



Obrázek 4.12: Spektrální analýza prášku A před nástřikem



Obrázek 4.13: Spektrální analýza vrstvy vzniklé nástřikem prášku A

Tabulka 4.11: Spektrální analýza wolframu před a po nástřiku

Spektrální analýza prášku		Spektrální analýza nástřiku	
prvek	norm. C [hm.%]	prvek	norm. C [hm.%]
O	4,58	O	1,03
W	95,42	W	98,97

Na snímcích spektrální analýzy (EDS) lze vidět, že pokles kyslíku se pohybuje okolo 4 %. Tato hodnota rozhodně není zanedbatelná a lze tedy konstatovat, že řízená atmosféra v komoře přispívá ke zvýšení výsledné kvality deponované vrstvy.

### Nástřik práškem B

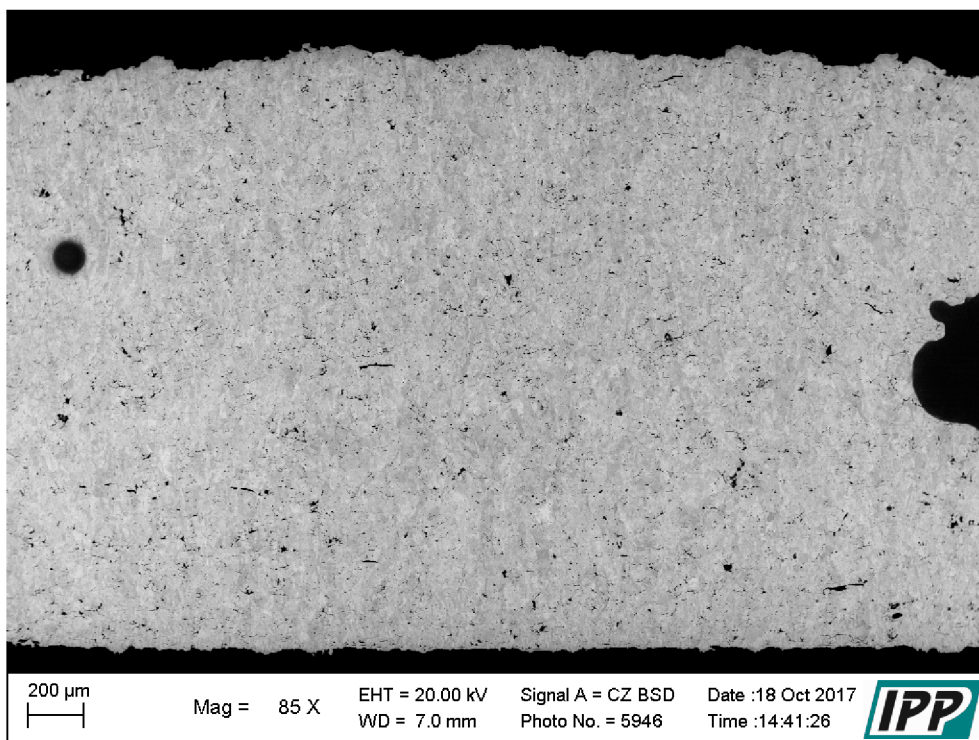
Stejně jako u nástřiku práškem A jsou základní parametry a postup pro nástřik práškem B (Osram MP75) popsány v kapitole 3.2.4.

Tabulka 4.12: Váha vzorku a doba nástřiku - B

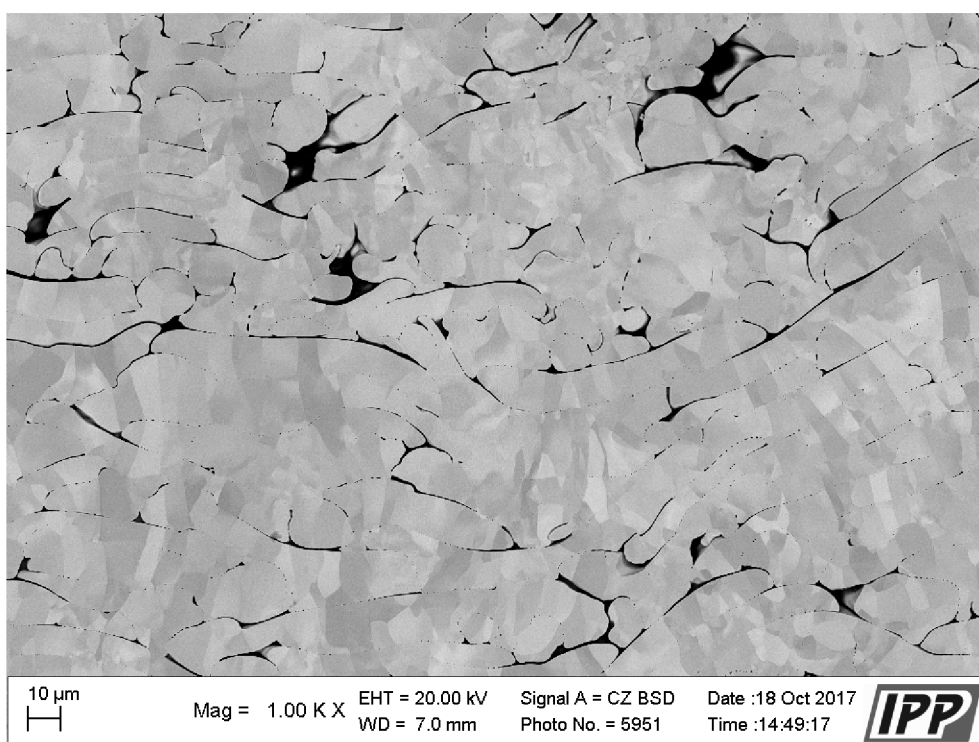
Váha vzorku [g]	
Před	Po
57,40	265,36

Celkově proběhlo 8 přejezdů, kdy jeden přejezd trval 120 s s dobou chlazení 30 s. Výsledná váha vrstvy wolframu činila 207,96 g.

## 4.2. CHARAKTERISTIKY DEPONOVANÝCH VRSTEV



Obrázek 4.14: Mikrostruktura RF-ICP nástřiku vrstvy wolframu, použitý průřez B



Obrázek 4.15: Mikrostruktura RF-ICP nástřiku vrstvy wolframu, použitý průřez B

Úspěšně provedený nástřik dosahoval tloušťky okolo 2 150 μm. Snímky 4.14 a 4.15 poukazují, stejně jako u prášku A, na vznik "lívanců"(splats), což poukazuje na úspěšné natavení prášku během nástřiku. S využitím kontrolované atmosféry byla úspěšně potlačena oxidace wolframu a výsledná porozita u tohoto prášku je na velmi dobré úrovni,

výrazně nižší než u nástřiku z prášku A. To mohlo být způsobeno menší frakcí W prášku, který se zřejmě lépe taval.

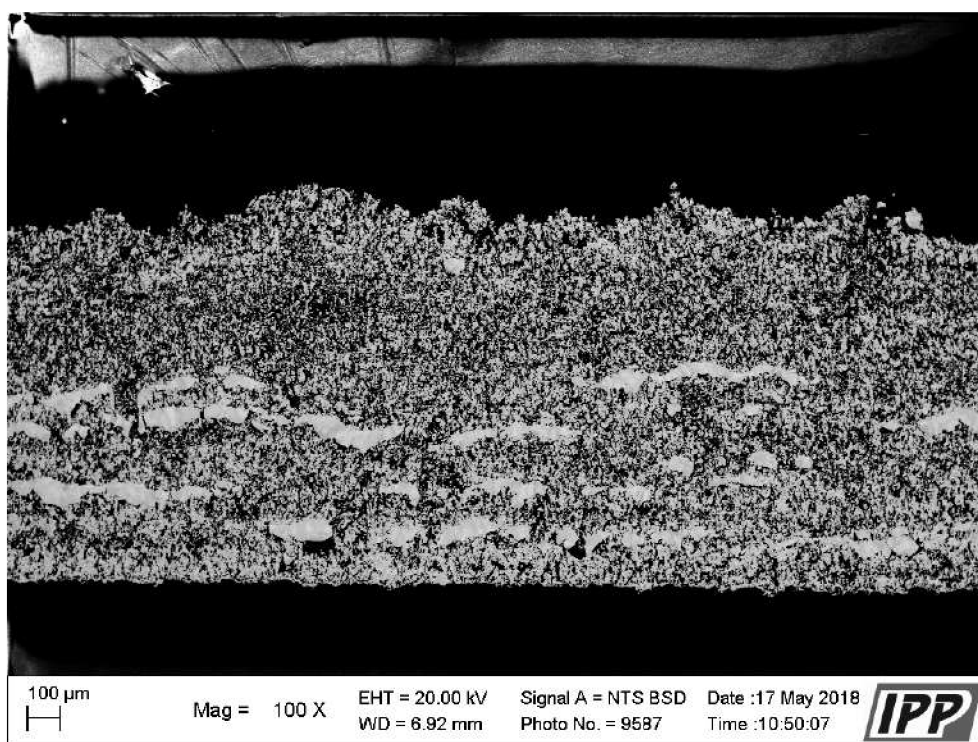
### Nástřik práškem C

Jako poslední byl proveden nástřik práškem C, s průměrnou velikostí částic 4  $\mu\text{m}$ , která je zcela odlišná od obou předchozích prášků.

Tabulka 4.13: Váha vzorku a doba nástřiku - B

Váha vzorku [g]	
Před	Po
57,41	69,38

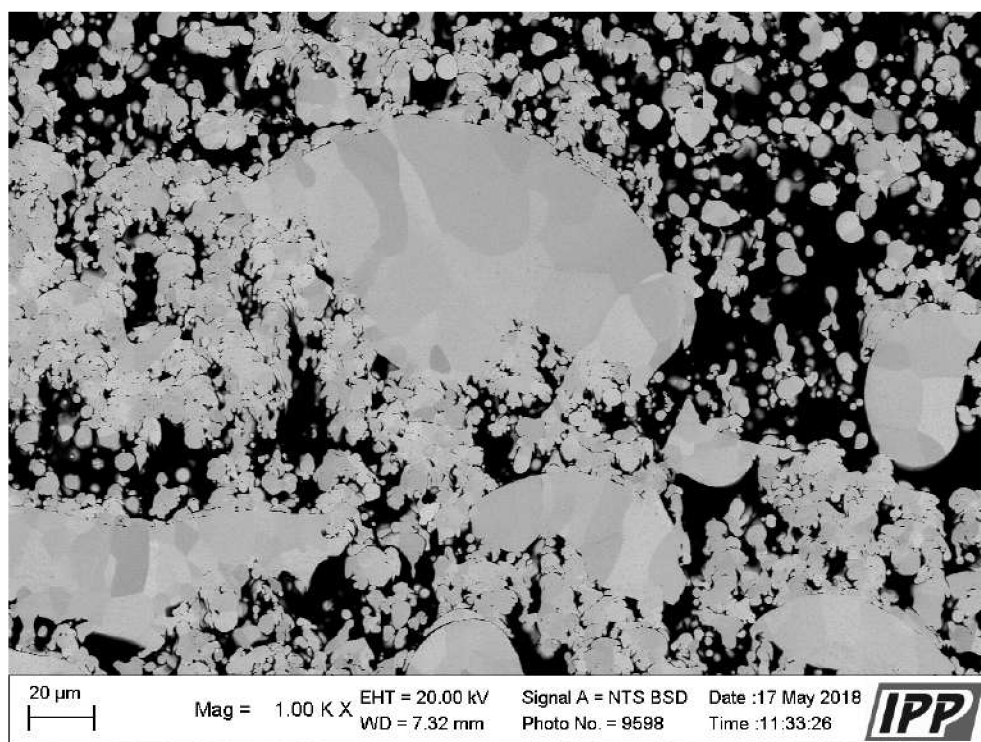
Jak je v tabulce 4.13 uvedeno, celkově proběhlo 5 přejezdů s dobou trvání 59,5 s a dobou chlazení 60 s. Váha wolframového nástřiku byla 11,97 g.



Obrázek 4.16: Mikrostruktura RF-ICP nástřiku vrstvy wolframu, použitý prášek C



## 4.2. CHARAKTERISTIKY DEPONOVANÝCH VRSTEV



Obrázek 4.17: Mikrostruktura RF-ICP nástřiku vrstvy wolframu, použitý prášek C

Nástřikem prášku C vznikla velice porézní vrstva o přibližné tloušťce zhruba 1 045 μm. Na snímku 4.16 lze pozorovat jednotlivé přejezdy, které jsou odděleny vrstvami větších, lépe navzájem navázaných, shluků wolframových částic. Tyto vrstvy pravděpodobně vznikly vždy na počátku jednotlivých přejezdů, kdy měl wolfram, nastříkaný během předchozího přejezdu, po době chlazení nižší teplotu. Proč k tomuto došlo a zda by toho bylo možné využít pro vytvoření vrstvy tímto práškem se strukturou o nižší porozitě, je předmětem dalšího zkoumání. Jednou z možností je pokus nástřiku se zkrácenou dobou přejezdu a se zvýšenou dobou chlazení.

Natavení částic prášku proběhlo v pořádku, jelikož jsou jednotlivé částice zakulaceny a ztratily svůj předchozí tvar, který lze pozorovat na snímku tohoto prášku při větším přiblížení v příloze 7.3.

### Porovnání nástřiků

Mezi společné rysy všech nástřiků patří potlačení oxidace pomocí kontrolované atmosféry a zakulacení částic prášku. U všech tří nástřiků lze pozorovat vznik tzv. splatů ("lívance"), které dokazují natavení částic prášku plazmou, a růst zrn skrz hranice jednotlivých částic a vzniklých splatů.

Porozita je jednoznačně největší u nástřiku C, nejlépe je na tom nástřik práškem B. Pravděpodobně by na tom nástřik práškem A při vyšším počtu přejezdů byl podobně jako nástřik práškem B. Vývoj porozity bude dále zkoumán pod různými nastaveními přístroje.

Nejnižší drsnosti povrchu dosahuje nástřik s práškem B, nejvyšší nástřik práškem A. Tyto rozdíly v povrchové drsnosti mohou být způsobeny strukturou vrstvy, která se u všech tří vzorků začala tvořit prakticky již od počátečních přejezdů.

## 5. Závěr

Prvním z cílů práce bylo pochopit, prozkoumat a zhodnotit funkci práškového podavače, který je součástí přístroje radiofrekvenčně řízené indukčně vázané plazmy Tekna TekSpray 15. Druhý cíl práce se zaměřoval na nanesení wolframové vrstvy ze tří různých wolframových prášků za využití RF-ICP.

Práškový podavač je velice citlivý na nastavenou frekvenci a pracuje pouze v úzkém spektru, které bylo experimentálně ověřeno. Zároveň s rostoucí amplitudou roste i rychlost podávání. Bohužel se práškový podavač projevil jako velmi nestabilní, kdy na výslednou rychlost podávání mělo vliv hned několik parametrů. Rychlost podávání velice významně ovlivňuje množství prášku v podavači a tedy celková hmotnost podavače, dále tuhost upevnění podavače a útlum vibrací na výstupu z podavače. Experimentálně bylo dokázáno, že podavač prášek vytrhává, tedy že částice prášku o různých velikostech nejsou podávány rovnoměrně. Všechny zmíněné vlastnosti chování podavače značně znesnadňují nastavení požadované rychlosti podávání a zároveň není zaručena její neměnnost během průběhu depozice a podávání prášku po delší čas. Z toho důvodu je použitý práškový podavač hodnocen jako nevhodný pro použití v této aplikaci.

Nástřiky poukázaly na schopnosti RF-ICP, která je schopná nanést i těžko tavitelné materiály jako je wolfram. Byl prokázán vliv kontrolované atmosféry během depozice na potlačení oxidace wolframu a dokonce došlo v průběhu ke snížení oxidů. Vrstvy z prášků s vyšší velikostí zrn nebyly tak porézní jako vrstva z jemnějšího prášku. Depozici tohoto prášku bude potřeba ještě prozkoumat.



# Literatura

- [1] McCracken, G. M.; Stott, P. E.: *Fúze*. Praha: Mladá fronta, vyd. 1 vydání, 2006, ISBN 80-204-1453-3.
- [2] Wagner, V.: :: OSEL.CZ :: - Kdy se bude jaderná fúze využívat pro výrobu energie? <http://www.osel.cz/4120-kdy-se-bude-jaderna-fuze-vyuzivat-pro-vyrobu-energie.html>.
- [3] Fúze, to není jen vtip III: Magnetické udržení | Atominfo.cz. <http://atominfo.cz/2014/02/fuze-to-neni-jen-vtip-iii-magneticke-udrzeni/>.
- [4] What is ITER? <https://www.iter.org/proj/inafewlines>.
- [5] *MAT 21, materiály pro nové tisíciletí*, ročník 2013. Ostrava: Vítkovice - výzkum a vývoj - technické aplikace, a.s, 2012-2014.
- [6] Loewenhoff, T.; Linke, J.; Pintsuk, G.; aj.: Tungsten and CFC degradation under combined high cycle transient and steady state heat loads. *Fusion Engineering and Design*, ročník 87, č. 7, 2012: s. 1201 – 1205, ISSN 0920-3796, doi:2012.02.106, tenth International Symposium on Fusion Nuclear Technology (ISFNT-10).  
URL  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0920379612001809>
- [7] *Základy fúzní energetikyIV. – Jaderné komponenty - TZB-info*.
- [8] Bell, T.: *Tungsten: Properties, Production, Applications & Alloys*. 2017.
- [9] Greenwood, N. N.; Earnshaw, A.: *Chemie prvků*. Praha: Informatorium, první vydání, 1993, ISBN isbn80-85427-38-9.
- [10] Píšek, F.; Jeníček, L.; Ryš, P.; aj.: *Nauka o materiálu I*. Praha: Academia, nakladatelství Československé akademie věd, druhé rozšířené a zcela přepracované vydání vydání, 1973.
- [11] INKOSAS: *Základní informace o wolframu*. Antala Staška 1859/34, CZ-140 00 Praha 4: INKOSAS a.s.
- [12] Handbook, A. S. M.: AFML-TR-68-115. *Traverse City, MI: Mechanical Properties Data Center, Belfour Stulen Inc*, 1975.
- [13] Kang, H.-K.; Kang, S. B.: Tungsten/copper composite deposits produced by a cold spray. *Scripta Materialia*, ročník 49, č. 12, 2003: s. 1169 – 1174, ISSN 1359-6462, doi:2003.08.023.  
URL  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646203005426>
- [14] Bumbálek, L.: *Vlastnosti povrchové vrstvy a jejich vliv na únavu*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2004, ISBN 80-7204-373-0.
- [15] Davis, J.: *ASM handbook*. Materials Park: ASM International, 2004, ISBN 978-1-61503-996-8.

- [16] Fauchais, P. L.: *Thermal spray fundamentals*. New York, NY: Springer Science+Business Media, LLC, 2013, ISBN 978-0-387-28319-7.
- [17] Hluchý, M.; Kolouch, J.: *Strojírenská technologie 1. 1. díl, Nauka o materiálu*. Praha: Scientia, Čtvrté vydání, 2007, ISBN 978-80-86960-26-5.
- [18] Podjuklová, J.: *Speciální technologie povrchových úprav I*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, dot vydání, 1997, ISBN 80-7078-235-8.
- [19] Tenké vrstvy. [https://www.opi.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_fel\\_1.pdf](https://www.opi.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf).
- [20] What is thermal spray? - About the thermal spray process. <https://www.fst.nl/about/thermal-spray-process-what-is-thermal-spray/>.
- [21] Herman, V.: Stanovení mikro a makro prvků v balených vodách technikou ICP-OES. [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=99475](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=99475), 2015.
- [22] Černohorský, T.; Jandera, P.: *Atomová spektroskopie*. Pardubice: Univerzita Pardubice, první vydání, 1997, ISBN 80-719-4114-x.
- [23] Vávrová, J.: [ciselniky.dasta.mzcr.cz/CD/hypertext/JVACW.htm](http://ciselniky.dasta.mzcr.cz/CD/hypertext/JVACW.htm).  
<http://ciselniky.dasta.mzcr.cz/CD/hypertext/JVACW.htm>.
- [24] Otruba, V.; Kanický, V.: *Spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem*. 1997.
- [25] Martin Mihaljevič, L. S. a. O. .: Využití hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem v geochemii.  
[http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/2004\\_03\\_02.pdf](http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/2004_03_02.pdf), 2003.
- [26] Indukčně vázané plazma (ICP). <http://www.airproducts.cz/industries/Analytical-Laboratories/analytical-lab-applications/product-list/inductively-coupled-plasma-icp-analytical-laboratories.aspx?itemId=8E471387439C4B518218FC44F3748E3D>.
- [27] Hou, X.; Amais, R. S.; Jones, B. T.; aj.: Inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Encyclopedia of analytical chemistry*, 2000.
- [28] Miertuš, S.: *Atómová a molekulová spektroskopie*. Bratislava: Alfa, první vydání, 1992, ISBN 80-05-00946-1.
- [29] Hur, M. Y.; Lee, D.; Yang, S.; aj.: Numerical Modeling of Nano-powder Synthesis in a Radio-Frequency Inductively Coupled Plasma Torch. *Applied Science and Convergence Technology*, 2018.
- [30] M., L.; C., S.; J.-W., S.; aj.: Induction Plasma Synthesis of Carbide Nano-Powders. *Advanced Engineering Materials*, ročník 7, č. 5: s. 349–353, doi:10.1002/adem.200500046.  
URL <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adem.200500046>

## *LITERATURA*

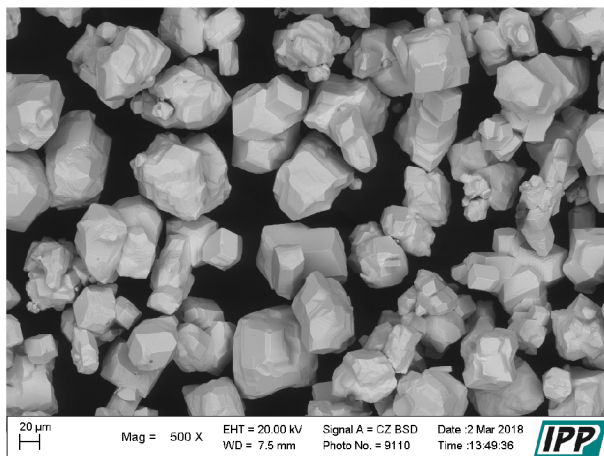
- [31] Systems, T.: SY170 15kW induction plasma system original operating manual, 98p. 2017.
- [32] Thermal Spray Systems | Tekna.  
<http://www.tekna.com/thermal-spray-systems>.

## 6. Seznam použitých zkratek a symbolů

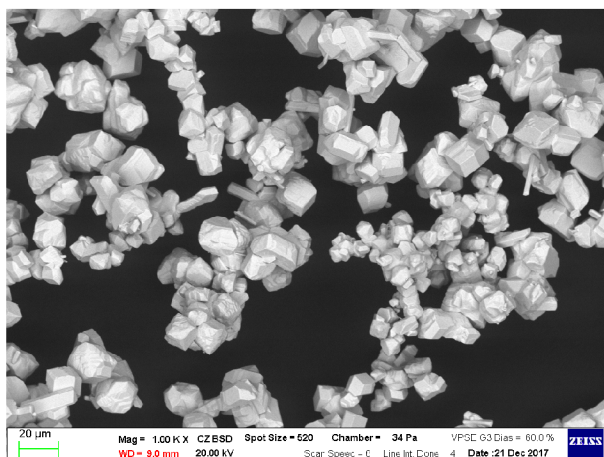
CFC	Carbon Fibre Composite
CVD	Chemical Vapor Deposition
EDS	Energy-dispersive Spectroscopy
ICP	Inductively Coupled Plasma (indukčně vázané plazma)
ICP-MS	Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry
PACVD	Plasma-assisted Chemical Vapor Deposition
PECVD	Plasma-enhanced Chemical Vapor Deposition
ppb	parts per billion (počet částic na jednu miliardu)
ppt	parts per trillion (počet částic na jeden bilion)
PVD	Physical Vapor Deposition
SEM	skenovací elektronový mikroskop

# 7. Seznam příloh

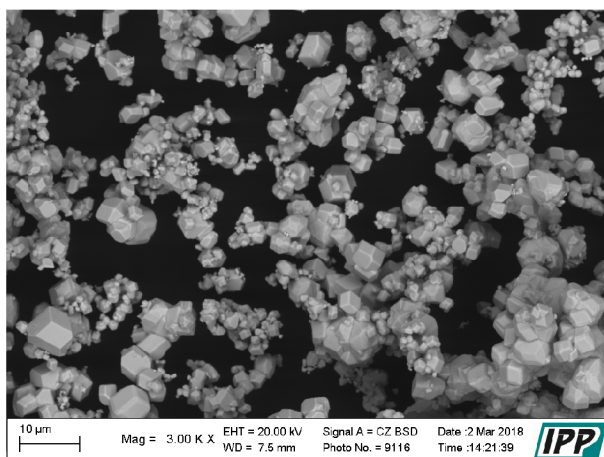
## 7.1. Příloha A - Wolframové prášky



Obrázek 7.1: Snímek prášku A



Obrázek 7.2: Snímek prášku B



Obrázek 7.3: Snímek prášku C