



# 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

# MECHANICKO-STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKY MULTI-MATERIÁLŮ PŘIPRAVOVANÝCH ADITIVNÍMI TECHNOLOGIEMI

MECHANICAL-STRUCTURAL CHARACTERISTICS OF MULTI-MATERIALS PREPARED BY  
ADDITIVE TECHNOLOGIES

## DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

**Bc. Michal Hyspecký**

## VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

**doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.**

**BRNO 2022**





## Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Student: **Bc. Michal Hyspecký**  
Studijní program: Materiálové inženýrství  
Studijní obor: bez specializace  
Vedoucí práce: **doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.**  
Akademický rok: 2021/22

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

### **Mechanicko–strukturní charakteristiky multi–materiálů připravovaných aditivními technologiemi**

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

V rámci diplomové práce bude řešena problematika multimateriálových rozhraní připravovaných aditivními technologiemi, se zaměřením na rotační součásti pracující za zvýšených teplot.

#### **Cíle diplomové práce:**

V rámci práce budou zjišťovány lokální mechanické a mikrostrukturní charakteristiky studovaných slitin, kdy zkušební vzorky budou vyrobeny technologií CS (cold spray). Substrátem bude Al–slitina, na niž bude nanášena vrstva odolnější kovové slitiny, kdy pozornost bude zaměřena zejména na kvalitu a vlastnosti materiálového rozhraní.

#### **Seznam doporučené literatury:**

OLAKANMI, E. O., R. F. COCHRANE and K. W. DALGARNO. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. *Progress in Materials Science*, 74 (2015), 401–477.

MAEV, R. G. and V. LESHCHYNSKY. *Cold Gas Dynamic Spray*. CRC Press, Boca Raton, 2016, 334 s. ISBN 978-1-138-41143-2.

KAY, C. M and J. KARTHIKEYAN. *High Pressure Cold Spray*. ASM International, Materials Park, 2016. 324 s. ISBN978-1-62708-096-5.

BAGHERIFARD, S., S. MONTI, M. V. ZUCCOLI, M. RICCIO, J. KONDAS and M. GUAGLIANO. Cold spray deposition for additive manufacturing of freeform structural components compared to selective laser melting. *Materials Science and Engineering*, A791 (2018), 339–350.

YIN, S., X. YAN, Ch. CHEN, R. JENKINS, M. LIU and R. LUPOI. Hybrid additive manufacturing of Al-Ti6Al4V functionally graded materials with selective laser melting and cold spraying. *Journal of Materials Processing Technology*, 255 (2018), 650–655.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2021/22

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## **Abstrakt:**

Tato diplomová práce se zabývá mechanicko-strukturními charakteristikami multi-materiálového rozhraní připraveným aditivní technologií cold-spray (CS). V rámci experimentální části práce byla na povrch hliníkové slitiny EN AW 2618, po tepelném zpracování T6, nanášena titanová slitina Grade 23. Povrch substrátu byl z jedné části pískován a z druhé části soustružen, aby bylo možné posouzení vlivu povrchu na materiálové rozhraní. Dále byl metodou CS vytvořen samostatný objemný blok ze slitiny Grade 23 pro výrobu tahových těles. Nástřiky byly hodnoceny ve dvou na sebe kolmých rovinách, respektive v podélném a příčném řezu. Průměrná pórovitost nástřiků byla vyhodnocena na  $2,6 \pm 0,6 \%$ . Hodnota tvrdosti při nízkém zatížení se výrazně neměnila s rostoucí vzdáleností od rozhraní a průměrná hodnota byla  $347 \pm 51 \text{ HV } 0,3$ . Při tahové zkoušce se neprojevil výrazný vliv orientace vzorků na výslednou hodnotu meze pevnosti, která byla v průměru  $345 \pm 12 \text{ MPa}$ . Úspěšná depozice probíhala při teplotě  $1010 \text{ }^\circ\text{C}$  a tlaku  $5 \text{ MPa}$ . Dosažené výsledky mechanických vlastností povlaku zjištěných na základě tahových zkoušek jsou na relativně dobré úrovni. Proto je možné uvažovat o použití povlakování touto metodou, za daných podmínek, pro rotační součásti pracující za zvýšených teplot, a zvýšit tak jejich účinnost či životnost.

### **Klíčová slova:**

Multi-materiálové rozhraní, aditivní výroba, cold-spray (CS), mechanické vlastnosti

## **Abstract:**

The diploma thesis deals with the mechanical-structural characteristics of the multimaterial interface prepared by the additive cold-spray (CS) technology. In the experimental part of the work, the titanium alloy Grade 23 was applied to the surface of aluminum alloy EN AW 2618, after heat treatment T6. Furthermore, a separate bulky block made of Grade 23 alloys for the production of tensile bodies was created using the CS method. The sprays were evaluated in two planes perpendicular to each other, respectively in longitudinal and transverse section. The average porosity of the coatings was evaluated at  $2,6 \pm 0,6\%$ . The hardness value at low load did not change significantly with increasing distance from the interface and the mean value was  $347 \pm 51 \text{ HV } 0,3$ . The tensile test did not show a significant effect of the sample orientation on the resulting value of the yield strength, which had the diameter of  $345 \pm 12 \text{ MPa}$ . Successful deposition takes place at the temperature of  $1010 \text{ }^\circ\text{C}$  and the pressure of  $5 \text{ MPa}$ . The achieved results of the mechanical properties of the coating determined on the basis of tensile tests are at a relatively good level. Therefore, it is possible to consider the use of coating by this method, under given conditions, for rotating components operating at elevated temperatures, and increase their efficiency or service life.

### **Keywords:**

Multi-material interface, additive manufacturing, cold-spray (CS), mechanical properties



## **Bibliografická citace**

HYSPECKÝ, Michal. *Mechanicko-strukturní charakteristiky multi-materiálů připravovaných aditivními technologiemi*. Brno, 2022. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/140645>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Libor Pantělejev.



### **Čestné prohlášení**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma „*Mechanicko-strukturní charakteristiky multi-materiálů připravovaných aditivními technologiemi*“ vypracoval samostatně pod vedením doc. Ing. Libora Pantělejeva, Ph.D., s využitím odborné literatury, která je uvedena na konci práce.

V Brně dne 20. 5. 2022

Bc. Michal Hyspecký, v.r.





## **Poděkování**

Mé poděkování patří zejména panu doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné připomínky a rady. Dále pak za čas, který mi byl věnován pracovníky Ústavu materiálového inženýrství na VUT FSI a svému blízkému okolí, které mne podporovalo během studia a příprav této závěrečné práce.



## Obsah

1 Úvod.....	15
2 Aditivní technologie výroby.....	16
2.1 Aplikace a aditivních technologií.....	16
2.2 Postup výroby.....	16
3 Rozdělení aditivních technologií.....	19
3.1 Metoda FDM.....	19
3.2 Metoda SL/SLA.....	20
3.4 Metoda LOM.....	21
3.5 Metoda SLS/SLM.....	22
3.6 Metoda 3DP.....	22
3.7 Metoda Cold Spray (CS).....	23
3.7.1 Mechanismus depozice.....	24
3.7.2 Procesní parametry.....	26
3.7.3 Kritická rychlost.....	28
3.7.4 Modifikace LP-CS.....	29
3.7.5 Modifikace HP-CS.....	31
3.7.6 Mikrostruktura a mechanické vlastnosti povlaku.....	32
4 Multi-materiály.....	36
4.1 Spojení polymeru a kovu.....	37
4.2 Spojení dvou a více kovů.....	39
5 Cíle práce.....	44
6 Zkoumané materiály a experimentální technika.....	45
6.1 Zkoumaný materiál.....	45
6.2 Procesní parametry metody CS.....	46
6.3 Příprava vzorků pro tahovou zkoušku.....	47
6.4 Příprava vzorků zkušebního válce.....	47
7 Výsledky.....	50
7.1 Metalografická analýza.....	50
7.2 Zkouška tahem.....	53
7.3 Fraktografická analýza.....	54
7.4 Měření tvrdosti při nízkém zatížení.....	55
7.5 Pórovitost nástřiku na zkušebním válci.....	57
7.6 Měření tloušťka povlaku.....	60

8 Diskuse .....	62
9 Závěr.....	67
Použitá literatura .....	68
Přílohy .....	72

# 1 Úvod

Titan je desátým nejrozšířenějším prvkem v zemské kůře. I přes své vysoké zastoupení se začal průmyslově využívat až v období druhé světové války, kdy se začal používat Krollův proces, a bylo tak možné extrahovat větší množství titanu z jeho sloučenin. Dnes je to velice perspektivní lehký kov a jeho slitiny mají využití i ve farmaceutickém a potravinářském průmyslu, stejně tak v medicíně, z důvodu zdravotní nezávadnosti a bio-kompatibilitě. Velice často se také vyskytuje v dopravním odvětví průmyslu včetně letectví, protože poskytuje dobrý poměr mezi hmotností a mechanickými vlastnostmi. [1]

Slitiny titanu mají dobrou korozní odolnost díky stabilní oxidické vrstvě, která poskytuje pasivační ochranu. Titanové slitiny mají relativně nízkou tepelnou vodivost, což komplikuje jejich třískové obrábění. V posledních letech se začaly využívat při výrobě aditivními technologiemi. U čistého titanu je teplota tavení 1668 °C, což zvyšuje energetickou náročnost při použití metod, kde v rámci procesu dochází k jeho tavení. V případě použití metody Cold Spray/Studené kinetické depozice (CS) lze nanášet povlaky z titanových slitin, aniž by došlo k tavení a výraznému tepelnému ovlivnění okolí. [1, 2]

Metoda CS spadá do kategorie aditivních technologií, patentována byla v Rusku dr. A. Papyrinem počátkem 80. let minulého století. Jedná se o metodu pracující pod teplotou tavení nanášeného materiálu a s minimálním tepelným ovlivněním substrátu, na který je povlak nanášen. Nanáší se materiál v práškové podobě, kdy jeho malé částice je možno urychlovat na nadzvukové rychlosti, a díky jejich vysoké kinetické energii dochází k zachytávání na povrchu a spojování se substrátem. Je tak možné deponovat různé materiály, přičemž základní podmínkou pro jejich úspěšnou depozici je využití jevu adiabatické smykové nestability („adiabatic shear instability“). Aby proběhlo spojení mezi částicí a substrátem, je potřebné dosáhnout kritické rychlosti částic, která je obecně funkcí vlastností materiálu a pro každý materiál je individuální. [2, 3]

Zařízení pro CS jsou dostupné i v kompaktních celcích, a je tak možné pracovat s touto technologií nejen v laboratorních podmínkách, ale i v reálném provozu, kde je potřeba metodu CS aplikovat. Metodu lze využívat k povrchovým opravám, ale i k vytváření funkčních povlaků. Lze tak obnovovat ochranu proti opotřebení nebo korozi, a to bez dlouhých odstávek provozu. [2, 3]

Unikátní vlastnosti jednotlivých použitých materiálů se mohou doplňovat a získat zcela nové mechanické a fyzikální vlastnosti. Metodou CS lze nanášet silné povlaky v rozmezí stovek mikrometrů až po desítky milimetrů. Silnější povlaky mají schopnost oddalovat degradaci základního materiálu v důsledku snížení vlivu nepříznivého prostředí jako je např. abraze, koroze a další degradační vlivy. Jelikož je materiál používán v práškovém stavu, je možné metodou CS nanášet širokou škálu materiálů, a dokonce i jejich kombinace, v takovém případě se jedná o multi-materiály. Nejjednodušším způsobem nanášení multi-materiálových povlaků metodou CS je smíchání dvou nebo více prášků v požadovaném poměru a jejich následná aplikace v procesu nanášení. Lze také vytvářet kompozitní vrstvené povlaky z různých materiálů s různými vlastnostmi pro zvýšenou ochranu, a oddálit tak nutné opravy v důsledku poškození základního materiálu. [2]

## 2 Aditivní technologie výroby

Aditivní technologie (Additive Manufacturing Technology, dále AM) jsou známy od druhé poloviny 20. století. Od jejich počátků uběhla řada let a v současnosti se tyto metody dostávají i do oblasti veřejného zájmu pod pojmem 3D-tisk. Jedním z důvodů, proč začal být 3D-tisk populárním, je relativně nízká pořizovací cena. Nejčastěji zpracovávané materiály v takovýchto případech bývají plasty, které jsou lehce tavitelné a práce s nimi většinou nevyžaduje žádné speciální opatření. [4, 5]

Pravý potenciál Aditivních technologií je však znatelný hlavně v průmyslové oblasti, kdy je umožněno zkonstruovat i ty nejsložitější komponenty bez zdoluhavých příprav jako v případě obrábění nebo odlévání. Proto se využívá k přípravě prototypů, na kterých lze najít případné vady, a tak zabránit velkým ztrátám, které by mohly nastat v případě, že by se vyráběly sériové výrobky s vadou. Další jejich nepochybnou výhodou je schopnost vytvářet konstrukčně složité komponenty, například nahrazení dílce plného materiálu dílcem s vnitřní dutinou, nebo vnitřní výztuží. V obou případech dojde k úspoře materiálu a hmotnosti, což jsou velice důležité faktory. AM se také jeví jako energeticky účinná technologie s vysokou využitelností materiálu. [6]

### 2.1 Aplikace a aditivních technologií

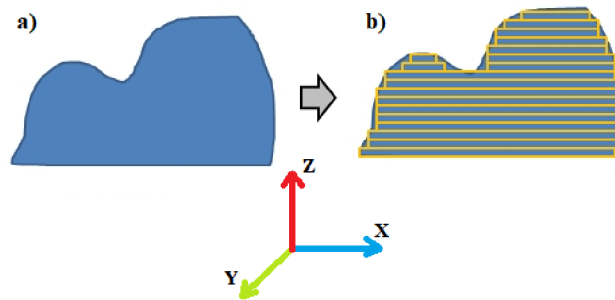
Použití metody AM a jejich výhod se promítlo do několika oblastí průmyslu a výroby. Jednou z největších oblastí, která jeví zájem o tyto metody je automobilový průmysl, dále pak oblasti letectví, kosmonautiky, lékařství, umění, architektury a potravinářství. Každá z vyjmenovaných oblastí má vlastní potřeby, kdy je využíváno široké spektrum materiálů. Obecně řečeno pro metodu AM je možné využít běžné konstrukční materiály, jako jsou plasty, kovy, keramika, ale také netradiční jako je například čokoláda. [6, 7]

V posledních letech se věnuje velká pozornost metodě CS, která je aktivně zkoumána. Metoda studeného nástřiku poskytuje množství aplikací povlaků z kovů, slitin, kompozitů a dalších materiálů. Je to tedy vhodná metoda na opravu či povrchovou úpravu průmyslových zařízení a součástí jako jsou například písty, ventily, pouzdra a další. Využití je především u materiálů, kde je nežádoucí působení vysoké teploty na povrchové vrstvy i vlastní materiál povlakované součásti. Nanášené povlaky metodou CS mohou dále do jisté míry ovlivňovat některé mechanické a fyzikální vlastnosti celé součásti. [8]

### 2.2 Postup výroby

Základní princip AM metod spočívá ve výrobě vrstvy po vrstvě. Takový přístup výroby umožňuje využívat materiál efektivně a případný odpad recyklovat. Zprvu je postup příprav pro výrobu nové součásti obdobný jako u konvenčních metod výroby, což spočívá v návržení součásti dle požadavků zákazníka, nejčastěji pomocí softwaru CAD („Computer Aided Design“). Tyto prostorové modely lze použít k výrobě výkresové dokumentace, ale také je lze považovat za vstup do procesu AM. Tím se urychlí celý proces výroby oproti konvenčním metodám, kde je zpravidla potřeba provést několik dalších úkonů, než je vyhotoven první výrobek. [9, 10, 11]

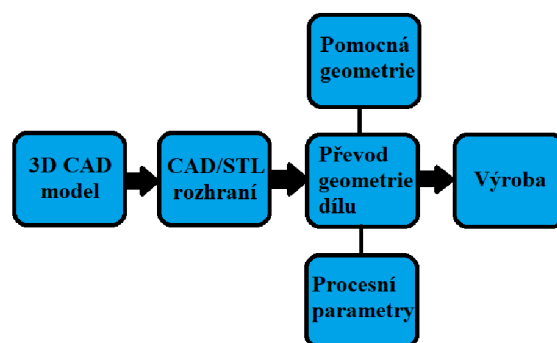
Je-li hotový prostorový model součásti, je vhodné ho rozdělit na jednotlivé vrstvy, které se budou během výroby postupně klást na sebe. Toto rozdělení může být provedeno převedením souboru na formát STL („Standard Tessellation Language“), který je čitelný například pro CAD, CAM („Computer Aided Manufacturing“). Jak takové rozdělení na vrstvy může vypadat v 2D zobrazení ukazuje obr. 1. Pro prostorový objekt je rozdělení komplikovanější. Za zmínku stojí nepřesnosti, které vznikají po obvodu, respektive povrchu součásti z důvodu nahrazení spojitě hranice diskrétními schodky. Tyto nepřesnosti lze minimalizovat úpravou výšky jednotlivých vrstev. [9, 10]



Obr. 1 a) libovolný objekt b) znázorněné rozdělení objektu do několika vrstev [10]

Před začátkem výroby je důležité stanovit pomocné geometrie a podpůrné části, které zajistí stabilitu stavěné součásti v případě, že by hrozilo její zhroucení. Dále je potřeba nastavit procesní parametry, které mohou být mezi sebou závislé, a proto je třeba při změně jednoho parametru zkontrolovat, nebo optimalizovat parametry ostatní. Samotný proces výroby se samozřejmě v závislosti na použité metodě může lišit, což obnáší i jiné procesní parametry. [10, 11]

Rapid prototyping je soubor technologií pro rychlou výrobu prototypních dílců aditivními metodami. Metoda výroby prototypních dílců dokáže rychle objasnit, zda bude výrobek vyhovovat svými rozměry a konstrukčním provedením. Některé prvky nemusí být zřejmé jen z počítačového 3D modelu. Metoda je také vhodná pro výrobu vytavitelných voskových modelů pro možnosti výroby odlitků s komplikovanými dutinami. Schéma procesu je uvedeno na obr. 2, který vystihuje postup v několika krocích od vytvoření 3D modelu k realizaci hmatatelného tělesa. [9, 10, 11]



Obr. 2 Schéma procesu Rapid Prototyping [9]

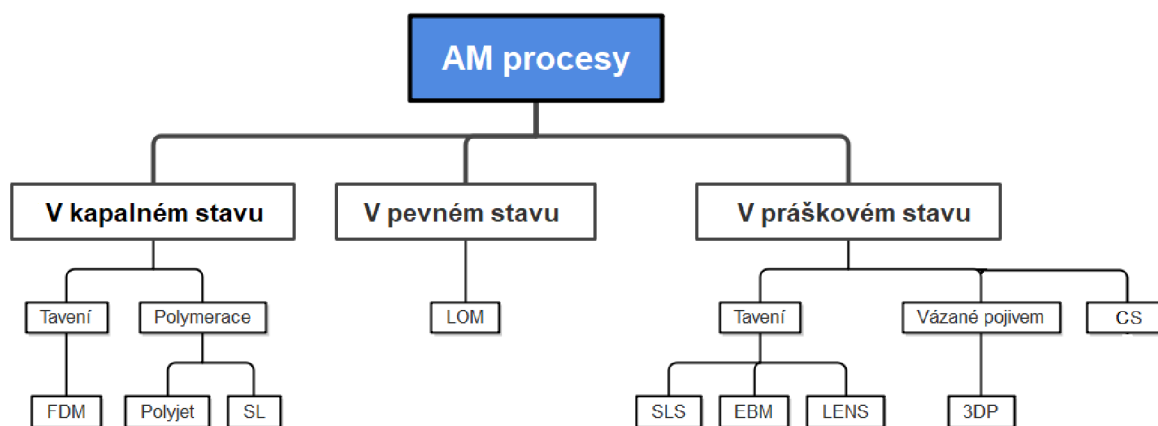
Jelikož metod je několik, a každá z nich má jiné mechanismy ukládání vrstev, tak i procesní parametry se mohou s každou metodou měnit. Proto bude v další kapitole uveden přehled metod AM. [10, 11]



### 3 Rozdělení aditivních technologií

Aditivní technologie lze rozdělit z obecného hlediska podle použitého vstupního materiálu. Toto kritérium umožní rozdělení na tři kategorie: vstupní materiál ve stavu pevném, kapalném, nebo sypkém (prášek). Rozdělení metod podle vstupního materiálu je uvedeno na obr. 3. Především jsou zobrazeny metody, které měly pro daný typ vstupního materiálu využití v minulosti a zároveň vyhlídky na slibnou budoucnost na poli AM. [9]

Výčet metod obsahuje: vytlačování („Fused Deposition Modeling“ FDM), stereolitografie („Stereolithography“ SL), laminování („Laminated Object Manufacturing“ LOM), selektivní laserové spékání („Selective Laser Sintering“ SLS), selektivní laserové tavení („Selective Laser Melting“ SLM), tavení elektronovým paprskem („Electron Beam Melting“ EBM), laserové navařování („Laser Engineered Net Shaping“ LENS), trojrozměrný tisk („Three Dimensional Printing“ 3DP), studený nástřik („cold-spray“ CS) [9]



Obr. 3 Rozřazení některých metod AM podle vstupního materiálu [9]

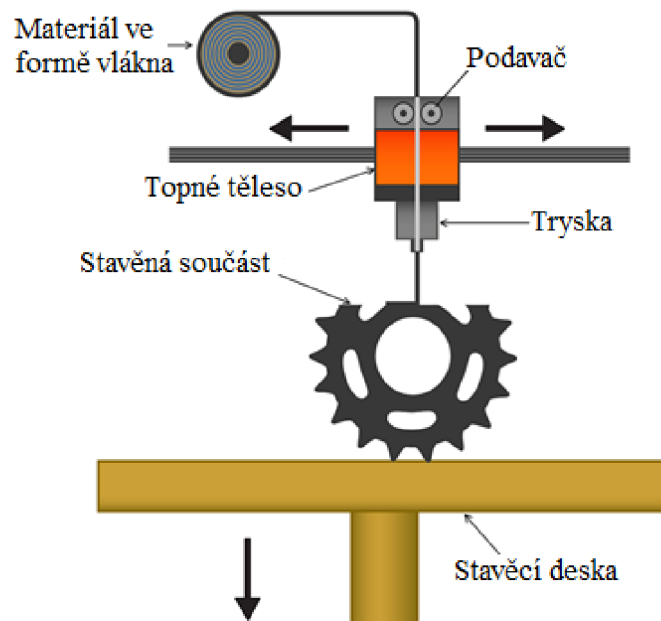
Více se o AM metodách zmiňuje norma ASTM („American Society for Testing and Materials“) F2792. Tato norma byla vydána v roce 2009 a obsahovala terminologii, definice a pojmy, které se používají dodnes, i když norma je již neplatná. V roce 2015 vešla v platnost první norma pro AM, kterou přijala Mezinárodní organizace pro normalizaci (ISO) ve formě ISO/ASTM 52900. [12]

Na obr. 3 jsou metody rozříděny podle vstupního materiálu, zatímco norma ASTM F2792-12a se zaměřovala na rozdělení AM metod podle způsobu nanášení materiálu. Z těchto poznatků, se vyvíjely výrobní metody, kterými se budou zabývat v následujících podkapitolách. [9, 13]

#### 3.1 Metoda FDM

Metoda založená na vytlačování (extruzi) materiálu skrze hlavici s topným tělesem. Ve většině případů jsou používány polymerní materiály z důvodu relativně nízké teploty tavení. Vstupní materiál bývá používán v podobě vlákna, díky čemuž lze tuto metodu označovat zkratkou FFF („Fused Filament Fabrication“). Vlákenný materiál je vtahován do hlavy za pomoci podavače, dále je tlačen přes topné těleso, kde dojde k natavení vlákna.

Za předpokladu, že jsou podavače stále v pohybu je roztavený materiál následně vytlačován přes trysku hlavice, která se pohybuje nad stavěcí deskou po předem nastavené trajektorii v osách (X-Y) a formuje tak jednotlivé vrstvy. Metoda je zobrazena na obr. 4. [5, 14]



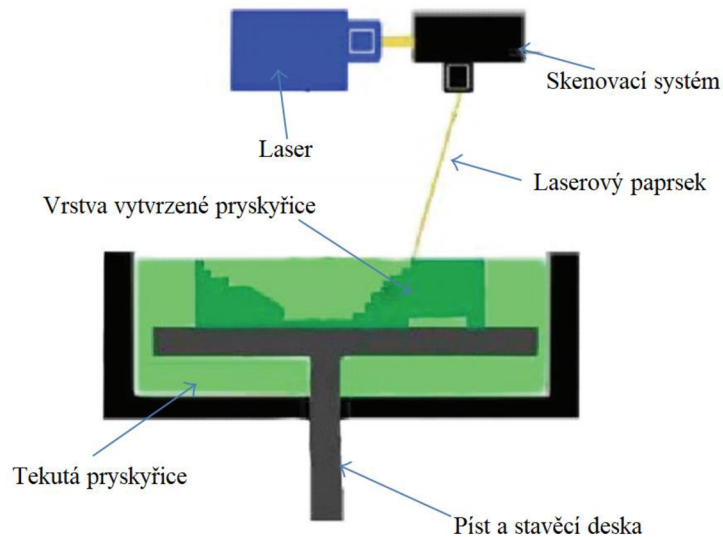
Obr. 4 Schéma metody FDM [15]

Mechanické vlastnosti jsou ovlivnitelné několika faktory, jako jsou například tloušťka vrstvy, strategie nanášení, rychlost nanášení nebo teplotní podmínky. To vše ovlivňuje spojení sousedních vláken v jedné vrstvě, ale i jednotlivé vrstvy. Mezi výhody zde lze zařadit nízkou cenu nebo vyšší přesnost v případě použití tenkých vrstev. Za nevýhodu lze považovat nutnost podpor v případě komplikovanějších dílců a omezený rozsah použitelných materiálů. [14, 15]

### 3.2 Metoda SL/SLA

V minulosti byla jednou z prvních a nejčastěji využívaných metod AM. Celý proces stavění součásti se děje v nádobě naplněné tekutou fotopolymerickou pryskyřicí, která je schopna vytvrzení při působení ultrafialového záření. Na obr. 5 jsou zobrazeny základní části stereolitografického stroje. Hlavním principem této metody je ultrafialové vytvrzování, kdy kapalné monomery nebo polymery jsou převedeny do tuhého stavu za působení katalyzátoru (UF paprsku). Samotný proces výroby opět probíhá vrstvu po vrstvě s tím, že první vrstva je nanášena na stavěcí desku. Tato deska se v dalších krocích může pohybovat směrem dolů a umožní tak nanášení a vytvrzení nové vrstvy. [4, 9]

Výhodou této metody je schopnost vytvářet relativně velké součásti (záleží na velikosti vany a stavěcí desky v ní umístěné). Za nevýhodu či komplikaci lze u této metody považovat případ, kdy je stavěcí součást tvořena z více materiálů. V případě změny stavěcího materiálu je totiž nutné vypustit celou vanu pryskyřice a znovu napustit jiným materiálem. [9]

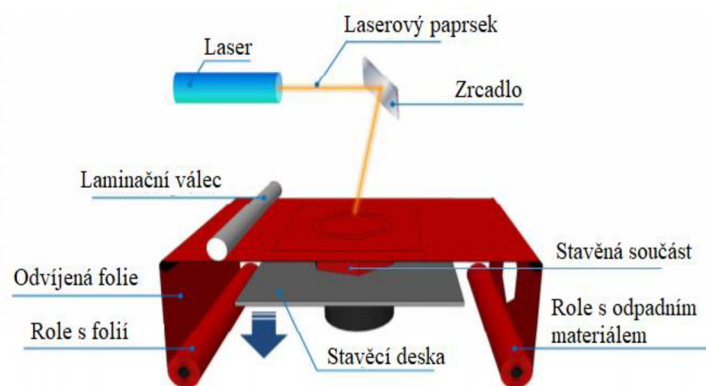


Obr. 5 Schématické zobrazení stereolitografické metody [9]

### 3.4 Metoda LOM

Vstupní materiál je přidáván ve formě folie. Části folie budou tvořit každou vrstvu ve finální podobě výrobku. Tyto folie mohou být zhotoveny z kovu, plastu nebo papíru. V závislosti na použitém materiálu lze využít dvou metod vyřezávání vrstev buď laserem, nebo mechanickým břítem.

Jak je vidět na obr. 6 vstupní materiál je odvíjen z válce ve formě folie a je přepraven nad stavěcí desku, kde dojde k vyříznutí obrysu plochy aktuální vrstvy. V dalším bodě spojování vrstev záleží na používaném materiálu, což rozhodne o tom, zda budou vrstvy k sobě přilepeny nebo se využije svařovací techniky. Nad stavěcí desku se posune nový kus folie a proces vyřezávání a spojování vrstev se opakuje. Zbytek folie, se navíjí do role s odpadním materiálem, který je možné recyklovat. U této metody může být komplikovanější vytváření vnitřních dutin. [9, 16]

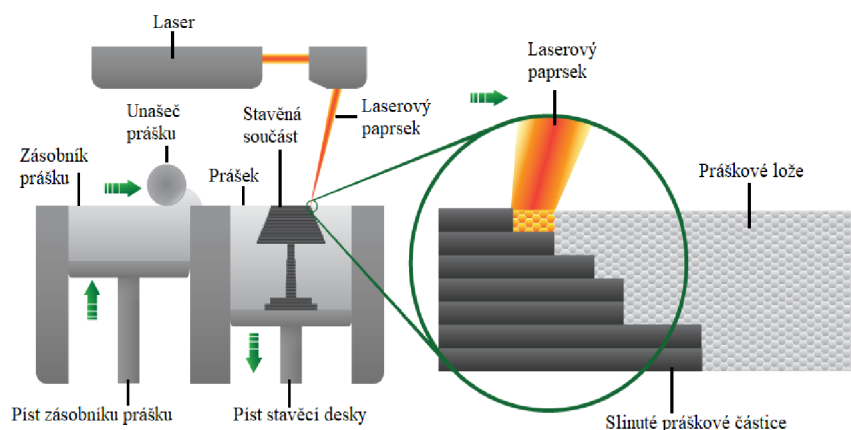


Obr. 6 Schéma metody LOM [16]

### 3.5 Metoda SLS/SLM

Selektivní laserové spékání (SLS), je metoda, jak už název napovídá, kdy spojování práškového materiálu je dosaženo pomocí energie laseru. Proces výroby je řízen tak, aby nedošlo k tavení materiálu, a obvykle se provádí v inertní atmosféře jako prevence proti oxidaci. Schematicky je metoda zobrazena na obr. 7, kde je vidět několik základních prvků používaných v SLS zařízení. Velkou výhodou této metody je množství materiálu, které lze zpracovávat a různě kombinovat. [9, 11]

Pro metodu SLM platí téměř stejné prostředí i metodika výroby, ale rozdílem je práce provedená laserem na práškovém materiálu, který by měl být v tomto případě zcela roztaven.



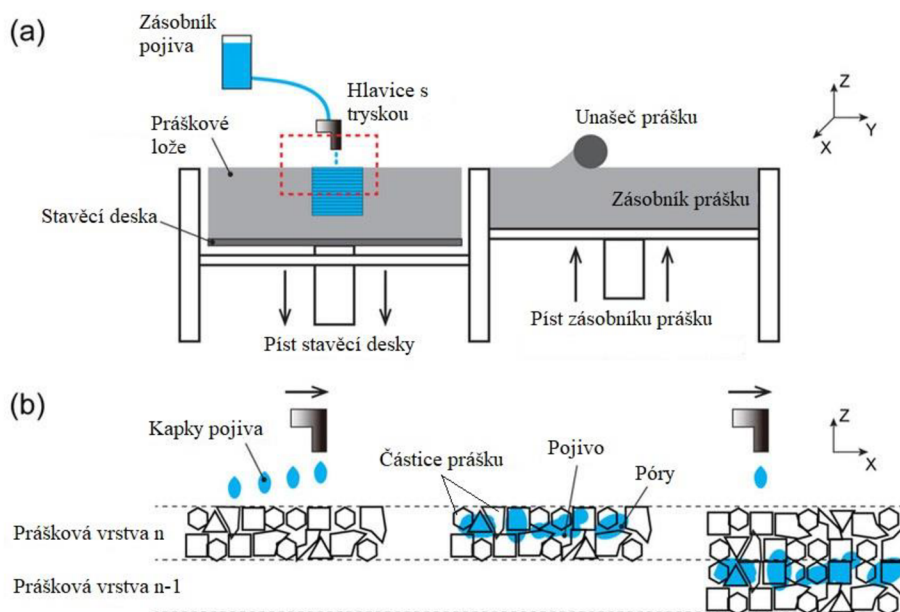
Obr. 7 Schéma metody SLS [17]

Samotný proces začíná nanesením vrstvy prášku na stavěcí desku (výška práškové vrstvy má vliv na tloušťku výsledné vrstvy). Poté probíhá proces slinování pomocí laseru po přednastavené trajektorii. Po dokončení slinování sjede píst stavěcí desky směrem dolů, čímž umožní unašeči prášku nanést novou vrstvu a slinování další vrstvy. Tyto kroky se opakují až do vyhotovení součásti. Přebytný nespečený prášek z lože lze odstranit a recyklovat, což vede k minimálnímu odpadnímu materiálu. [9, 11]

### 3.6 Metoda 3DP

Tato metoda využívá práškového vstupního materiálu a spojuje jej za pomoci pojiva. Časté využití má ve stavebnictví, kde lze tímto způsobem vytvářet geopolymery. Tento anorganický polymerní materiál je přirovnáván k cementu. Výhodou tohoto materiálu je výrazné snížení uhlíkové stopy a tím pádem je šetrnější k životnímu prostředí. [18]

Princip metody se zakládá na práškovém loži, do kterého je přes trysky stříkáno pojivo tak, aby došlo k propojení všech práškových částic v požadovaném tvaru a objemu. Na obr. 8 je znázorněn mechanismus metody a pronikání pojiva do meziprostor práškového lože. Jednotlivé kroky výroby lze popsat následujícím způsobem: unašeč nanese vrstvu prášku na stavěcí desku, pohyblivá hlavička aplikuje pojivo v dané ploše, píst stavěcí desky sjede dolů a proces se opakuje až do zhotovení celého dílce. [18]



Obr. 8 a) Schéma metody 3DP b) bližší pohled na spojování a kladení vrstev na sebe [18]

Při nanášení pojiva jsou důležité tři hlavní parametry: doba pronikání pojiva, hloubka průniku pojiva a rozšíření pojiva do stran. Podle těchto parametru se bude odvíjet intenzita tryskaného pojiva do práškového lože pro získání nejlepších možných mechanických vlastností. [18]

### 3.7 Metoda Cold Spray (CS)

Metoda Cold Spray je metoda využívající práškový vstupní materiál, který je přiváděn do trysky, kde se urychlí na vysoké rychlosti obvykle v rozmezí 200 až 1200 m/s. Pracovní teploty jsou pod teplotou tavení, čímž se minimalizují nežádoucí průvodní jevy zpracování za vyšších až velmi vysokých teplot, jako jsou oxidace, rekrytalizace, odpařování nebo tavení. [19]

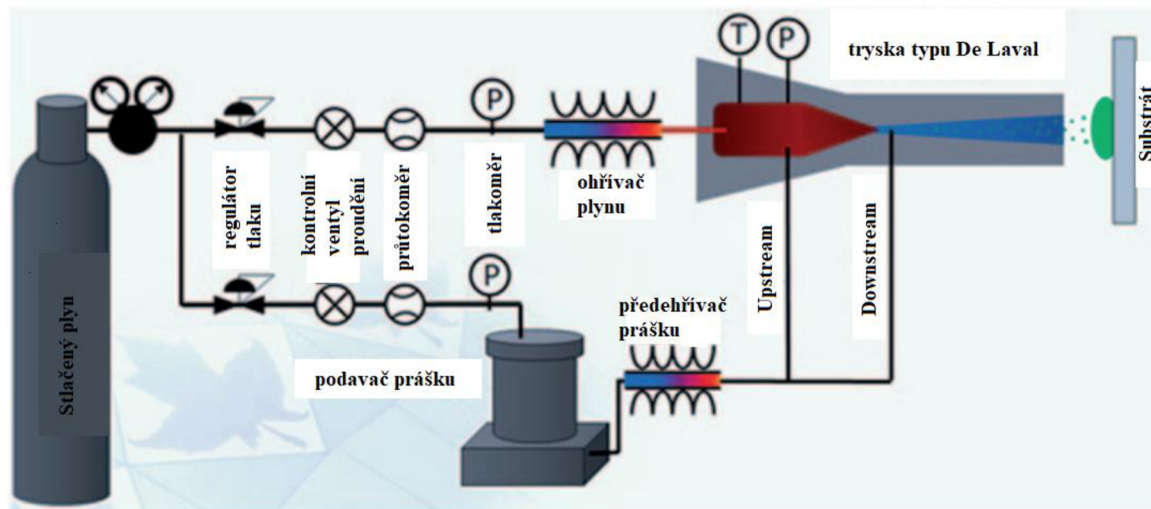
Princip CS metody nanášení spočívá v urychlení prášku na vysoké dopadové rychlosti. Aktuálně se předpokládá, že mezi hlavní příčiny spojení mezi částicemi a substrátem patří jev zvaný adiabatická smyková nestabilita. V případě, že ke spojení nedojde, částice se odrazí od povrchu a stává se odpadním materiálem, který je možné dále recyklovat. Musí se brát v úvahu, že i odražené částice mají vliv na deformaci místa, kam dopadají a mají tak svůj podíl na výsledné kvalitě povlaku.

Schematické uspořádání zařízení je zobrazeno na obr. 9, kde vidíme většinu mechanických částí soustrojí v jejich typickém sestavení. Unášecí plynné médium nejčastěji představuje dusík, případně helium. Vzhledem k poměrně nízkým teplotám pracovní atmosféry a téměř inertním atmosférám, je metoda vhodná pro materiály citlivé na teplotní změny nebo oxidaci. Důležité je zmínit, že nanášený materiál je s ohřátým unášecím plynem v kontaktu po velice krátkou dobu a teplota práškového materiálu se změnění řádově v desítkách stupňů celsia. Z tohoto důvodu je nutné energii pro plastickou deformaci získat z kinetické energie. [19, 20]



Pokročilým mechanismem podávání prášku je ten, který může přivádět materiál ve fluidní formě, vlastním unášecím plynem. Takový způsob přivodu prášku do trysky může zlepšit promísení prášku s urychlovacím plynem a zrovnoměnit nanášení vrstvy. Běžně používaná je tryska typu „de Laval“, což je konvergentně-divergentní tryska, s možností urychlení ohřátého stlačeného plynu až na nadzvukové rychlosti. [21, 22]

Na obr. 9. jsou znázorněny dva typy přivodu prášku do trysky. Prvním z nich je přívod prášku před hrdlo trysky kde tlak dosahuje vysokých hodnot, toto uspořádání se nazývá „upstream“ a využívá se spíše u vysokotlakých nástřiků. Zatímco druhá varianta je přívod prášku za trysku, což se nazývá „downstream“ a častěji se toto uspořádání vyskytuje v zařízeních pro nízkotlaké nástřiky. [19]



Obr. 9 Schématické zobrazení metody Cold-Spray [21]

### 3.7.1 Mechanismus depozice

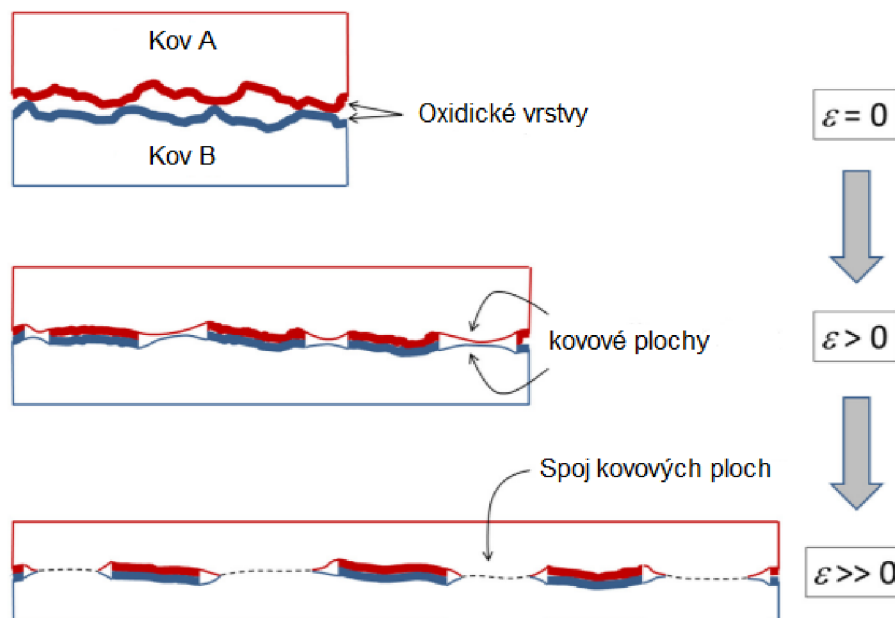
Dopad mikronových sférických částic na povrch při vysokých rychlostech je hlavní představou, jak probíhá depozice v této metodě. Nicméně mechanismy, které proběhnou během dopadu na substrát jsou těžko představitelné, jelikož doba od prvního kontaktu do úplného rozptýlení kinetické energie dopadající částice je zhruba 100 ns. [21]

Při dopadu proběhne přeměna až 90 % kinetické energie na teplo a nastává jev adiabatické plastické deformace, který nastane za předpokladu, že systém je rozměrově výrazně větší než tepelná difuze. To znamená, že dopad pouze dostatečně velké částice na substrát splní podmínku pro vznik adiabatické plastické deformace. Neodvedené teplo může mít za následek pokles meze kluzu a snazší plastickou deformaci. Rychlost plastické deformace vede až k viskóznímu toku materiálu, tento děj se popisuje jako adiabatická smyková nestabilita. Zbylých 10 % kinetické energie je spojeno s tvorbou vad a vnitřní napjatostí. [22, 23]

Dalším důležitým jevem je viskoplastická deformace, kterou popisuje časová závislost deformace a rychlost deformace. S těmito jevy se počítá při modelování a simulování procesů při CS metodě. [21, 22]

U samotného nanášení je důležité rozdělení spojení první vrstvy – I) substrát – částice a následně nanášené vrstvy II) částice – částice:

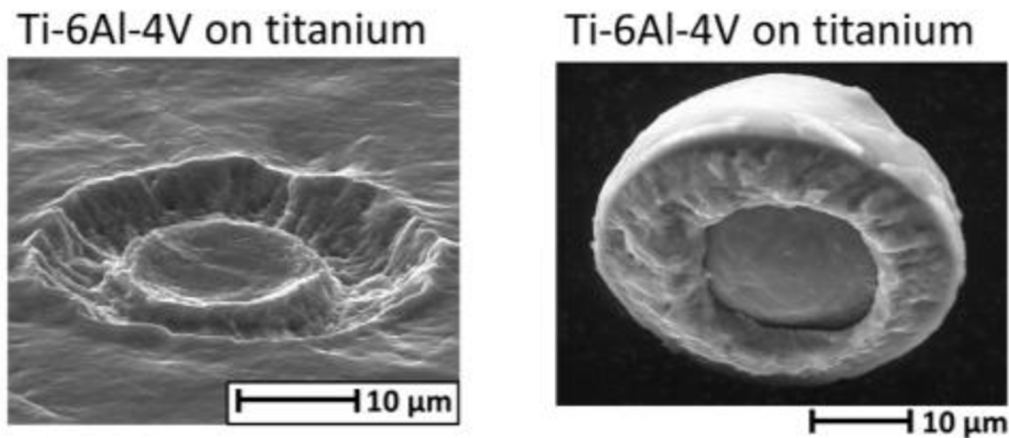
I) Soudržnost mezi substrátem a částicí dosahujeme především adhezními silami, reprezentující mezimolekulární přitažlivé chemické a fyzikální síly. Pro zajištění kvalitního spojení je důležitá velká plastická deformace, a také aby se na povrchu substrátu netvořily oxidy, které rovněž mohou tvořit geometrickou překážku. V případě přítomnosti oxidů nebo jiných nečistot na povrchu je vhodné je odstranit nebo porušit, aby byl zajištěn patřičně těsný kontakt mezi částicí a substrátem. Schopnost přilnavosti s oxidy na povrchu, či rozbitými oxidy je znázorněna na obr. 10. [22] Pevného spojení je dosaženo při velkých plastických deformacích ( $\epsilon \gg 0$ ), které jsou díky simulacím dobře známé v případě dopadu kulové částice na substrát. Velikost plastické deformace je závislá na velikosti kinetické energie, která roste s rostoucí dopadovou rychlostí. Ve spojitosti s tímto se zavádí termín kritická dopadová rychlost, která je mezní rychlostí pro určení dostatečné kinetické energie pro vytvoření pevného spoje. Při dopadu kulová částice narazí do substrátu a plasticky se deformují oba materiály. Plastická deformace je největší po okrajích vznikajícího důlku a směrem do středu její podíl klesá až do oblasti, kde není dostatek kinetické energie, respektive není dostatečná plastická deformace k porušení oxidické vrstvy a vytvoření pevného spojení se substrátem. Znázornění deformace na povrchu substrát a důsledek dopadu na částici je na obr. 11 [2, 22, 24]



Obr. 10 Schéma plastické deformace vedoucí ke spojování za studena [22]

II) Při dopadu částice na částici jsou oproti případu I) jisté rozdíly, jelikož částice nedopadá na substrát, který může být tvořen jiným materiálem, ale na již usazené a deformované částice. To vede k tomu, že povrch nemusí být ideálně rovný, což též ovlivňuje průběh deformace nově dopadajících částic. Důvodů, jak se mezi sebou částice spojují, může být více, ale největší váha se přikládá „adiabatic shear instability“ adiabatické skluzové nestabilitě. Ta vzniká v důsledku přeměny části kinetické energie na teplo. Toto teplo pak ovlivňuje mechanické vlastnosti dopadající částice a umožní pokles meze kluzu. V extrémních případech by vzniklé teplo mohlo způsobit natavení částice, ovšem neexistuje shoda v tom, zda je tento extrém nutný ke spojení částic. Další možností je tedy spojení způsobené adhezí, ale tato úvaha je značně zjednodušená, protože neuvažuje lomovou mechaniku a plastickou deformaci

při oddělování částic (například odrazem). To ovšem závisí na použitých materiálech v individuálních případech. [2, 22, 24]



Obr. 11 Deformovaný substrát po dopadu částice a deformovaná částice [22]

Obvykle pozorovaným jevem, který se vyskytuje po dopadu částic, je vytlačení materiálu po obvodu dopadlé částice („jetting“). Tento jev také napomáhá rozbíjení oxidické vrstvy a tvorbě pevné vazby. [2, 24]

### 3.7.2 Procesní parametry

Parametry, které mají přímý dopad na tvorbu geometrie povlaku, mohou ovlivnit i mechanické vlastnosti. Je důležité si uvědomit jejich jednotlivé principy a spojitosti. Závislost mezi nimi může být klíčová pro optimalizaci přístroje, aby bylo dosaženo očekávaného výsledku. [2]

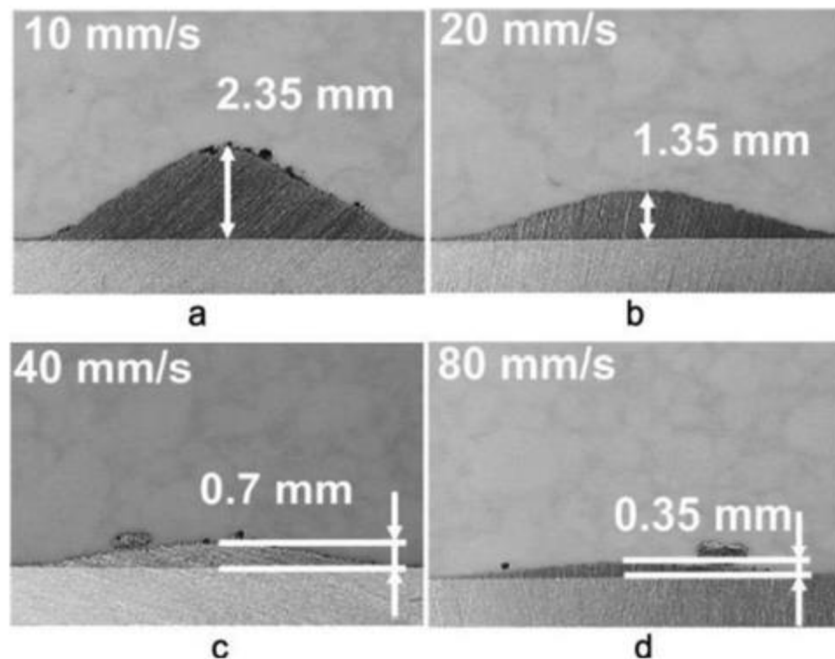
Mezi procesní parametry patří například:

- Rychlost pohybu trysky
- Vzdálenost trysky od povrchu
- Úhel nanášení
- Strategie pohybu trysky
- Kritická rychlost
- Teplota plynu
- Tlak plynu

Rychlost pohybu trysky se obvykle pohybuje v desítkách milimetrů za sekundu. Změna rychlosti obvykle určuje dobu trvání nástřiku a množství prášku dopadající na povrch. Z pravidla vyšší rychlost znamená vytvoření po jednom průchodu nižší nanesenou vrstvu povlaku. Z toho lze vyvodit, že tryska má přímý vliv na tloušťku povlaku po jednom průchodu. Vytvořený povlak má tvar Gaussovy křivky, tedy silnější vrstva se tvoří ve středu proudu plynu a směrem k jeho okraji tloušťka klesá. Znázorněné tloušťky vrstvy v závislosti na rychlosti pohybu trysky po jednom průchodu lze vidět na obr. 12. V případě pomalejšího pohybu, s kterým je spojen nános většího množství prášku, lze očekávat zvýšenou vnitřní napjatost a



pevnost spoje. Z toho plyne, že rychlost pohybu trysky může nepřímo ovlivňovat mechanické vlastnosti povlaku. [2]



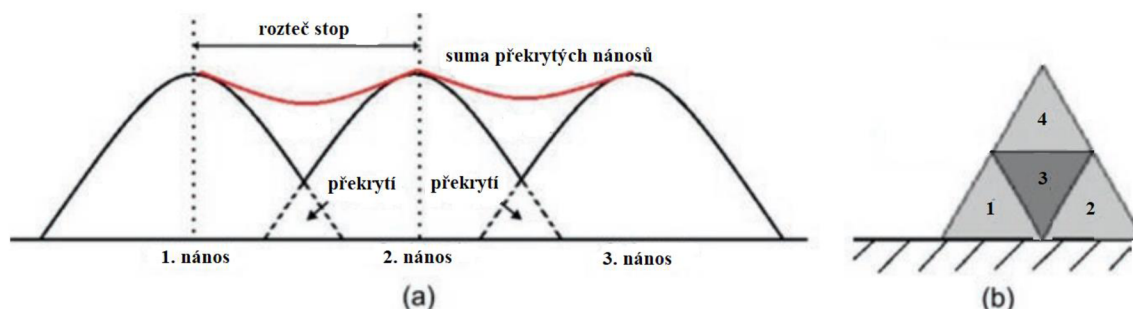
Obr. 12 Výška profilu povlaku naneseného po jednom průchodu v závislosti na rychlosti pohybu trysky a) 10 mm/s b) 20 mm/s c) 40 mm/s d) 80 mm/s [2]

Vzdálenost trysky od povrchu je významná, neboť změna této vzdálenosti má velký vliv na rychlost dopadajících částic. Od doby, kdy částice opustí trysku, na nich můžeme pozorovat dva jevy, které na sebe postupně navazují a pozorujeme je především v případech, kde rychlost urychlení nepřekračuje nadzvukové rychlosti. V prvním případě se jedná o to, že rychlost plynu v trysce je vyšší než rychlost částice a dochází tedy ke vzniku kladné odporové síly, respektive hnací síle, která urychluje částici směrem k povrchu. Po opuštění trysky dochází mezi unášecím plynem a atmosférou k výměně hybnosti a unášecí plyn zpomaluje. V takovém případě se může částice pohybovat rychleji než unášecí plyn a vzniká záporná odporová síla, respektive brzdící síla působící na částici, která ji zpomaluje. Vzdáleností trysky od povrchu jsme tedy schopni relativně ovlivňovat dopadovou rychlost částic. Pro kvalitní povlak je třeba najít optimální vzdálenost tak, aby byla účinnost depozice co možná největší. [2]

Úhel nanášení se udává jako úhel mezi osou trysky a povrchem substrátu. Při nástřiku pod pravým úhlem se podílí na ukládání částic teoreticky pouze normálová rychlostní složka, zatímco při jiných úhlech se přidá i složka tangenciální. S větším nakloněním trysky se snižuje úhel nanášení, což vede k růstu tangenciální složky na úkor složky normálové. Normálová složka přispívá k množství uloženého materiálu, zatímco tangenciální složka snižuje pravděpodobnost spojení částice se substrátem a potenciálně může oddělovat uložené částice. V důsledku toho se snižuje účinnost nanášení, tloušťka povlaku a pevnost spojení. [2, 24]

Strategie pohybu trysky je předem definovaná trajektorie, které se bude přístroj držet po dobu nanášení povlaku. Z důvodu, že nanesená vrstva po jednom průchodu není rovnoměrně vysoká, je potřeba zvážit a zkoordinovat trasu tak, aby výsledný povlak již měl rovnoměrnou tloušťku a celistvost v celém průřezu. V podstatě se používají dvě základní skenovací strategie.

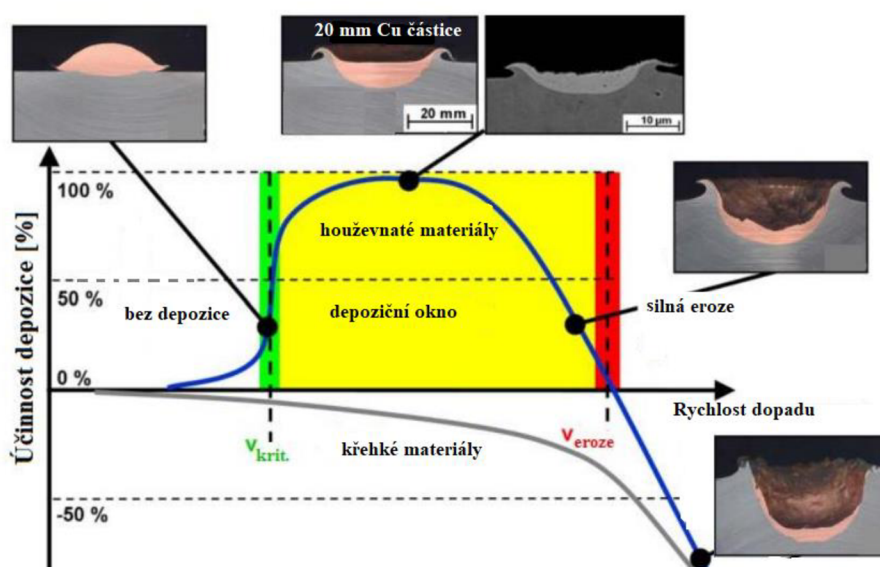
První z nich využívá překrytí okrajových míst nástřiku, kde je tloušťka nižší, aby vyrovnaly výškový profil. Je toho dosaženo za použití malé vzdálenosti mezi nanášenými stopami a sousední vrstvy se tak mohou překrývat. Tato možnost nanášení je zobrazena na obr. 13 a). Druhá možnost, která se využívá, je v podstatě ukázána na obr. 13 b) kde je schematicky definováno, kdy po jednom průchodu trysky vznikají nánosy podobné trojúhelníkům, které do sebe zapadají a tím se vyrovnává výškový profil. [2]



Obr. 13 a) strategie nanášení s překryvem stop b) trojúhelníková strategie nanášení [2]

### 3.7.3 Kritická rychlost

Kritická rychlost, patřící do skupiny procesních parametrů, je pro metodu CS jednou z nejvýznamnějších. Je to spodní hranice mezi rychlostí dopadu, kde účinnost depozice nedosahuje 50 % a rychlostí dopadu při které účinnost depozice přesahuje 50 %. Horní hranici tvoří naopak přechod z účinné depozice na erozní dopady, kde účinnost depozice může jít až do záporných hodnot. Právě toto okno mezi spodní hranicí kritické rychlosti a horní hranicí eroze nazýváme depoziční okno, kde účinnost depozice může dosahovat hodnot blízcích se až k 100 % jak je vidět na obr. 14. [20]

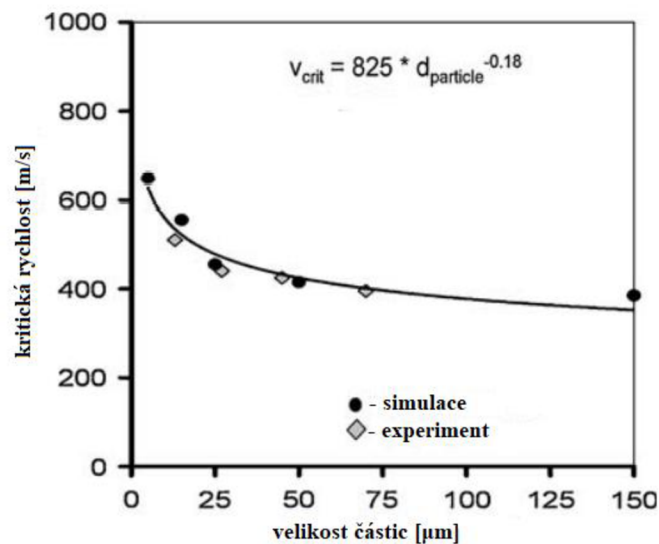


Obr. 14 Schématické znázornění přechodů mezi oblastmi bez depozice, účinné depozice a eroze v závislosti na zvyšující se rychlosti dopadu [20]

Na obr. 14 je uveden příklad kritické rychlosti konkrétně pro měď. Kritická rychlost je však obecně specifická pro různé materiály, jelikož závisí z velké části právě na vlastnostech nanášeného materiálu. Pro odhad kritické rychlosti můžeme zjednodušeně předpokládat, že se jedná o funkci materiálových vlastností v závislosti na teplotě těsně před dopadem. Za ideálního předpokladu, že substrát i nanášený materiál budou stejného chemického složení, lze uvažovat rovnici (1), kde  $\sigma$  je teplotně závislé napětí na mezi kluzu,  $\rho$  je hustota,  $c_p$  je tepelná kapacita,  $T_m$  je teplota tání,  $T$  je střední teplota při nárazu,  $A$  a  $B$  jsou vhodné konstanty. Nejlepší korelace s experimentálním měřením bylo dosaženo, když  $A = 4$  a  $B = 0,25$ . [20]

$$v_{krit} = \sqrt{\frac{A \cdot \sigma}{\rho} + B \cdot c_p \cdot (T_m - T)} \quad (1)$$

Přesnější výpočty kritické rychlosti se provádí simulačními modely za pomoci metody konečných prvků. Takové modely dokážou zohledňovat další parametry, které se podílejí na mechanismu depozice jako například rychlost deformace, velikost částic a další. Výsledky ze simulace kritické rychlosti v závislosti na velikosti částic mědi jsou vyznačeny na obr. 15. Doplnují je i experimentální data, které korelují s výsledkem simulace. [20]



Obr. 15 Kritická rychlost dopadu v závislosti na průměrné velikosti částic [20]

Hodnota rychlosti eroze se udává zhruba dvakrát až třikrát větší než rychlost kritická. Z tohoto důvodu většinou není třeba ji počítat či simulovat, jelikož riziko dosažení tak velkého urychlení částic je malé. Již přiblížení se k hranici eroze, by mělo za následek pokles účinnosti depozice, jak je vidět na obr. 14. [20]

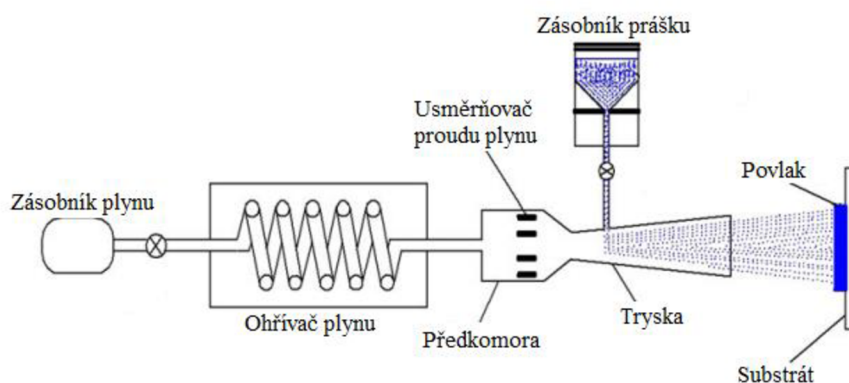
### 3.7.4 Modifikace LP-CS

Jako první bude zmíněna modifikace („Low Pressure Cold-Spray“/LP-CS), což v překladu znamená, že se jedná o nízkotlakou verzi již zmíněné metody. Obecně platí, že materiálová odlišnost mezi nanášeným práškem a substrátem zahrnuje nekompatibilitu a problematické spojení materiálů. Mezi hlavní znaky LP-CS patří omezení tlaku rozprašovacího plynu pod 1 MPa a teplota unášecího plynu dosahuje maximálně 550 °C. [2, 25]

V posledních letech získalo provedení LP-CS kompatibilní provedení, které je vhodné pro přenos a snadné použití při opravách kovových součástí bez ohledu na jejich velikost. Oprava přímo na místě má pozitivní vliv na finanční náklady spojené s opravou, neboť se zkracuje čas uvedení do provozu. Dalším pozitivem této metody je ekologická stránka, která se v posledních letech stává stále více diskutované téma, které není možné přehlížet. Obnovení funkčnosti součásti a předcházení nadbytečným odpadům taktéž snižuje náklady. Úskalím této metody se může stát účinnost depozice, která většinou nepřesahuje 40 %. [2, 25, 27]

Rychlost dopadajících částic u LP-CS se pohybuje v rozmezí 300–600 m/s, což nemusí být pro některé materiály rychlost dostatečná, aby u nich došlo k překročení kritické dopadové rychlosti. Nízká dopadová rychlost by znamenala, že nedojde k adiabatické smykové nestabilitě částic, která má vliv na soudržnost dopadajících částic či rozbití oxidické vrstvy. Nicméně k deformaci povrchu a částic dojde v důsledku konsolidace. [2, 25, 27]

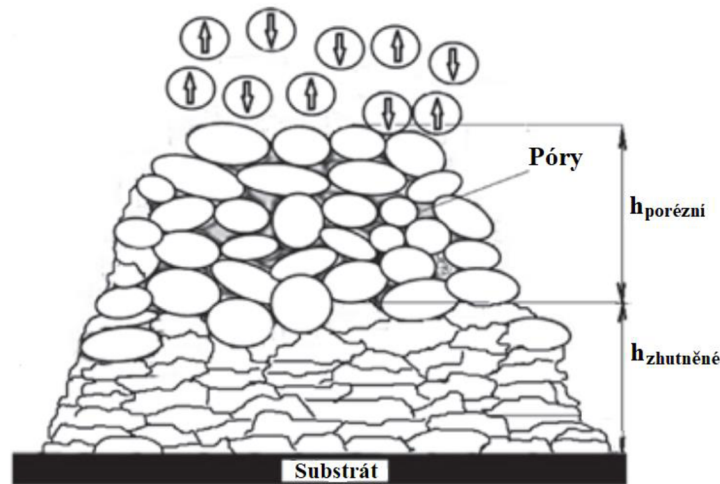
Specifické pro LP-CS metodu je radiální přívádění prášku patrné z obr. 16, kde je schematicky zobrazená sestava tohoto systému. Přívod prášku až do nadzvukové části trysky je uspořádání nazývané „downstream“, to způsobuje opotřebení pouze části trysky, a může prodloužit její životnost. Prášek je nasáván kontinuálně bez potřebného podavače díky Venturiho efektu, což také umožní kompaktnější provedení celého soustrojí. [26, 27]



Obr. 16 Schéma LP-CS metody v uspořádání „downstream“ [26]

U této metody je běžné, že svrchní část povlaku je více porézní, což poukazuje na nedostatečnou kinetickou energii, která neumožní účinné zhuštění dopadajících částic na povrchu povlaku. Nižší vrstvy povlaku jsou zhutňovány nově dopadajícími částicemi a dochází tak k deformaci, která snižuje pórovitost (obr 17). [2, 25]

Speciálním případem může být („Very Low Pressure Cold-Spray“ VLP-CS) – metoda zaměřená na aditivní výrobu z velmi jemných prášků, jejichž velikost je od desítek nanometrů až po jednotky mikrometrů. Nanášení probíhá ve vakuové komoře s unášecím plynem o tlaku nižším než 0,02 MPa. Tato speciální metoda je používána především na výrobu nanoporézního povlaku. Příkladem může být TiO<sub>2</sub> povlak pro solární systémy. Podmínky vakua a vhodná kinetika umožňují úspěšnou depozici souvislé vrstvy nanoporézního povlaku na relativně velké ploše bez tepelného ovlivnění. [2, 27]



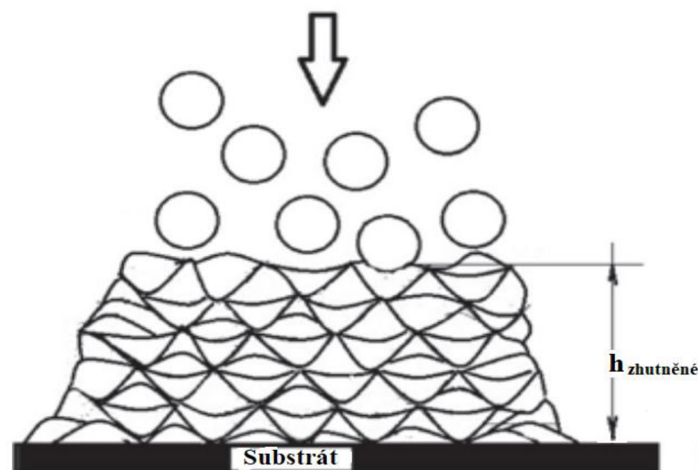
Obr. 17 Schéma povlaku při procesu LP-CS [2]

### 3.7.5 Modifikace HP-CS

Další variací je („High Pressure Cold-Spray“ HP-CS), což v překladu znamená, že jde o vysokotlakou verzi CS. Tlak rozprašovacího plynu se pohybuje v hodnotách přesahujících 2 MPa. Díky vysokému tlaku plynu, který může navíc dosahovat teplot přes 1 000 °C, je možné urychlit částice až na 1200 m/s. [28]

K dosažení tak velkých hodnot rychlosti a teploty je nedílnou součástí i komplexnější sestava celého soustrojí. Samotný přívod práškového materiálu může mít vlastní okruh s předehřevem. Prášek je pak přiváděn před hrdlo trysky (uspořádání „upstream“), a to za vyššího tlaku, než je tlak unášecího plynu, aby se předešlo zpětnému proudění prášku. [26, 28]

Veliká dopadová rychlost částic je klíčem k dostatečné velikosti kinetické energie, aby proběhl děj adiabatické skluzové nestability. Poté ani oxidické vrstvy, nejsou překážkou pro výrobu velice hustého povlaku s minimální pórovitostí. Deformace dopadajících částic je značná i ve vyšších vrstvách povlaku, jak je vidět na obr. 18. Touto metodou je dosahováno minimální pórovitosti při vysoké účinnosti depozice. [2, 24]

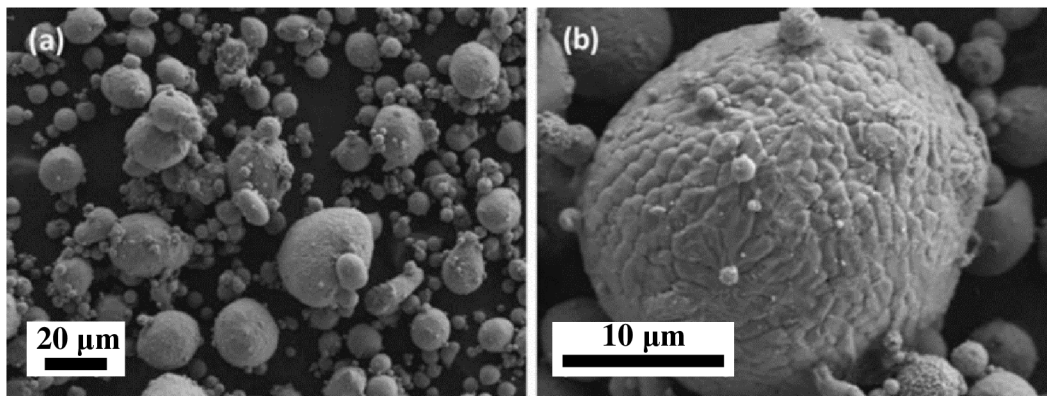


Obr. 18 Schéma povlaku při procesu HP-CS [2]



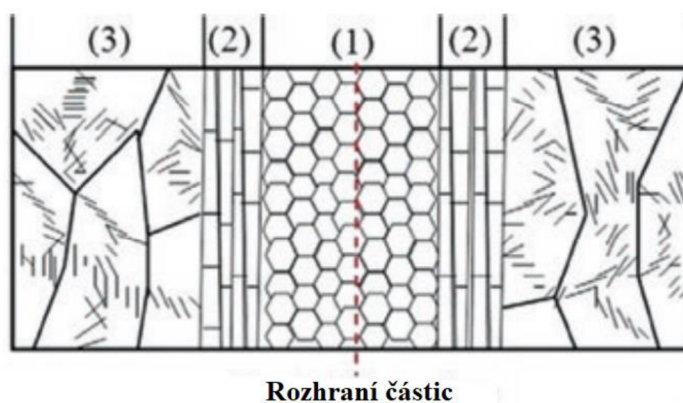
### 3.7.6 Mikrostruktura a mechanické vlastnosti povlaku

Mikrostruktura povlaku může být také ovlivněna zpracováním vstupního materiálu. Většina běžně používaných prášků je vyráběna plynovou atomizací. Typický vzhled atomizovaného prášku je uveden na obr. 19. Při pohledu na obr. 19a) si můžeme povšimnout různých velikostí jednotlivých částic včetně toho, že částice menších rozměrů mají tendenci se zachycovat na částicích větších a tvořit tak aglomeráty. Na obr. 19b) jsou viditelné nerovnosti na povrchu částic. Ty jsou přisuzovány několika faktorům, mezi které patří např. vysoká rychlost ochlazování, předem ztuhlé mikrokapky, fragmenty dendritů, a také se vliv teplotní roztažnosti. Alternativním způsobem získávání prášku je mletí v kulovém mlýnu při extrémně nízkých teplotách. [2, 27, 28]



Obr. 19 a) Pohled na velikost a tvar prášku po atomizaci plynem b) povrchová morfologie prachové částice [2]

Povlaky nanášené metodou CS často vykazují heterogenitu deformace jednotlivých dopadajících částic. Obvykle může být očekáván případ, kdy v periferních oblastech dochází k obrovské plastické deformaci, kdežto ve vnitřní oblasti dochází k deformaci menší. Významně velké hodnoty deformace po okrajích mohou za spolupůsobení tepla způsobit tvorbu ultra-jemnozrné struktury. Struktura ve vnitřní oblasti je tvořena deformovanými zrny s vysokou hustotou dislokací, která dosahuje až  $10^{16} \text{ m}^{-2}$ . Mezi těmito výše zmíněnými oblastmi se vyskytuje přechodová oblast, která je v literatuře popsána jako „žebříková struktura“. Vznik této struktury je spojen s adiabatickou skluzovou nestabilitou na povrchu dopadající částice. Všechny zmíněné struktury jsou schematicky zakresleny na obr. 20. [2]



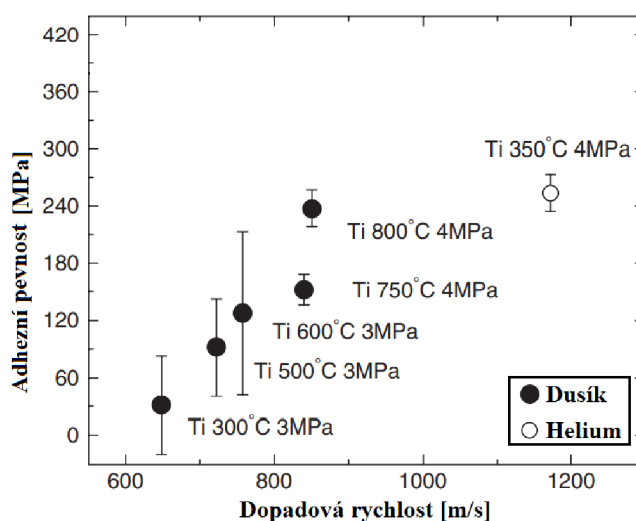
Obr. 20 (1) Jemnozrná struktura s vysokouúhlovými hranicemi zrn (2) žebříková struktura s nízkoúhlovými hranicemi (3) deformovaná zrna s vysokou dislokační hustotou [2]

Částice dopadají nerovnoměrně, takže ani míra deformace jednotlivých částic není rovnoměrná. Nehomogenity v mikrostruktuře můžou být částečně homogenizovány tepelným zpracováním a tím dosáhnout změny mechanických vlastností. Jednou z možností je žíhání, které snižuje pórovitost, zmenšuje množství dislokací, způsobuje rekrytalizaci a snižuje vnitřní napjatost. [2]

Parametry depozice umožňují měnit mikrostrukturu a tím i mechanické vlastnosti nanášeného povlaku. Mechanické vlastnosti jsou jednou z hlavních charakteristik, které jsou zajímavé z hlediska průmyslových aplikací. Jejich vyhodnocování si žádá takové přístupy měření, aby byly schopné zahrnout lokální mikrostrukturní změny. Jednou z možností, která se ukazuje jako velice užitečná je nanoindentace. Tato metoda se široce využívá k měření modulu pružnosti u povlaků tvořených metodou CS. Nicméně, nanoindentací metodou mohou být hodnoceny jednotlivé rozdíly mikrostruktury. Např. v [25] byla zjištěna nestejně tvrdost v různých místech částic, kdy byly naměřeny až o polovinu vyšší hodnoty tvrdosti na okrajových oblastech oproti vnitřní části deformované částice. [2, 25]

Dalším poznatkem je, že v případě stejného materiálu substrátu i stříkaného prášku naměříme hodnoty tvrdosti s mírnými odchylkami. Hlavní rozdíly lze nalézt v povlaku, kde dochází k mechanickému zpevnění díky plastické deformaci, nicméně se v něm objevují póry. Jak již bylo zmíněno výše, všechny parametry procesu mají do jisté míry vliv na výslednou kvalitu povlaku. V literatuře lze nalézt nesoulad ohledně vlivu velikosti částic, např. v [29] je poukazováno na to, že mikrotvrdość povlaku klesá s klesající průměrnou velikostí částic (22 – 16  $\mu\text{m}$ ) zatímco v [30] a [31] byl zjištěn opačný trend, kdy mikrotvrdość povlaku klesala s rostoucí průměrnou velikostí částic (28 – 47  $\mu\text{m}$ ). Obecně však může být konstatováno, že některé mechanické vlastnosti mohou záviset na distribuci a průměrné velikosti částic. [2, 24]

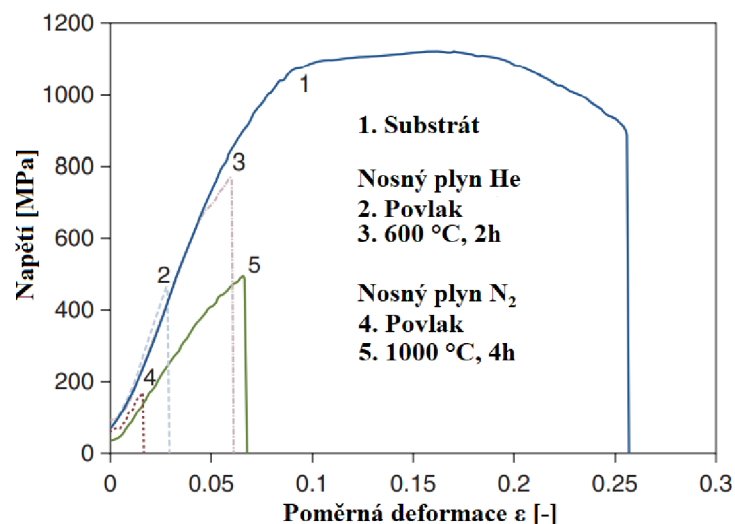
Závislost pevnosti vazby („bond strength“) na dopadové rychlosti, teplotě a tlaku plynu byla studována v [32], kdy se autoři zaměřili na studium pevnosti vazby mezi částicemi titanu komerční čistoty. Na obr. 21 je uvedena závislost adhezni pevnosti na rychlosti dopadu, teplotě, tlaku a druhu plynu. [2, 32]



Obr. 21 Závislost adhezni síly mezi částicemi titanu na dopadové rychlosti, tlaku, teplotě a druhu unášecího plynu [2]

Uvádí se, že vliv teploty plynu má větší vliv na adhezní pevnost, než tlak což platí zejména pro dusík. Dalším významným parametrem je dopadová rychlost, která umožňuje díky vysoké kinetické energii zapustit částice hlouběji do povrchu substrátu a tvořit tak kotvící místa, které zvýší adhezní pevnost na rozhraní. [2, 32]

Velikosti povlaků stříkaných metodou CS mohou dosahovat tlouštěk od stovek mikrometrů až po několik milimetrů, dokonce je možné vytvořit kompletní objemné „bulk“ těleso. Tato schopnost tvorby objemných nástřiků umožňuje následně vytvářet z nich tělesa pro tahové zkoušky normalizovaných rozměrů, pro přesné určování mechanických vlastností, jako jsou pevnost a tažnost. Na výsledné pevnosti a tažnosti se podílí všechny procesní parametry, včetně použitého nosného média. V [33] byla zkoumána slitina Ti-6Al-4V, která vykazovala rozdílné hodnoty mechanických vlastností při použití dvou různých urychlujících plynů (hélium a dusík). Na obr. 22, jsou uvedeny výsledky mechanických testů, provedených na substrátu a povlacích jak ve stavu po nástřiku, tak po tepelném zpracování. Jak je znázorněno na obr. 22, povlak nanášený za pomoci hélia dosahoval podstatně lepších mechanických vlastností. Hélium jakožto procesní plyn poskytuje lepší tepelné vlastnosti, které umožní dosáhnout vyšších dopadových rychlostí oproti dusíku. S héliem je tedy možné vytvářet ty nejkvalitnější povlaky. [2, 33, 34]



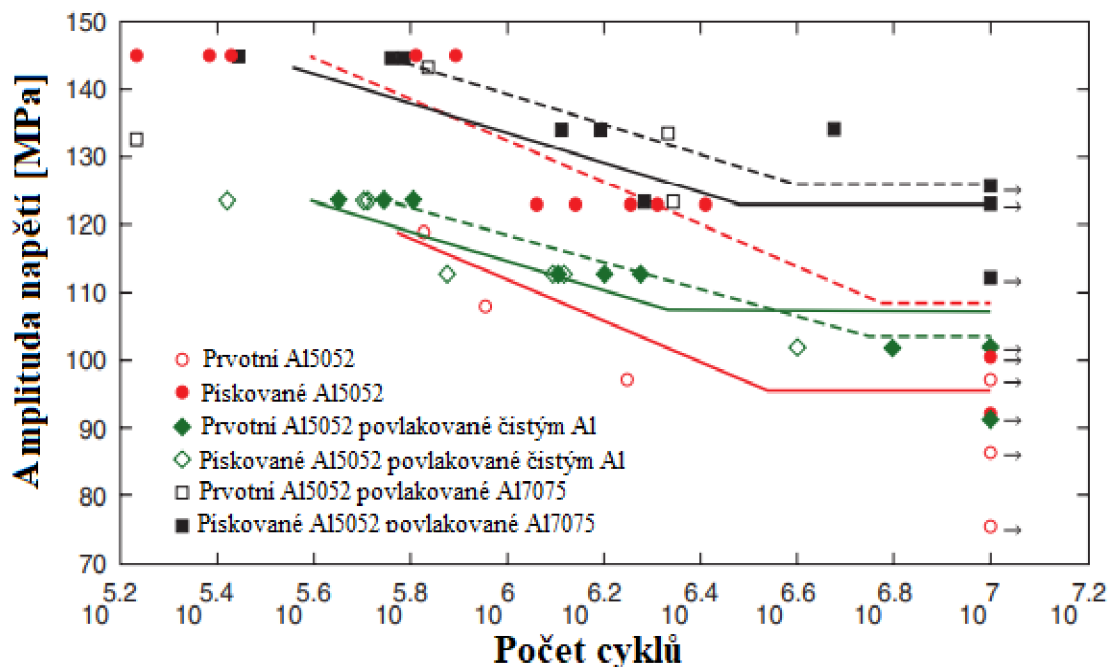
Obr. 22 Křivky v závislosti napětí a přetvoření materiálu Ti6Al4V při různých podmínkách zpracování [33]

Dalším faktorem, který se podílí na výsledných mechanických vlastnostech a přilnavosti je vnitřní napjatost. Integrita povlaku může být zjednodušeně charakterizována jako kvalita vazeb částice-částice a částice-substrát, které jsou popsány výše. Právě celistvost povlaku může být narušena nepřiměřeně vysokou vnitřní napjatostí, která může způsobit odlupování, případně delaminaci povlaku. Předpokládá se, že v naneseném materiálu převládají tlakové síly, což potvrdila i řada experimentů a simulací. Vnitřní napjatost se v povlaku objevuje nejspíše z důvodu přehřívání a tepelným dějům, které souvisí s kinematikou nástřikového procesu. Hodnoty vnitřní napjatosti jsou ovlivňovány různými parametry procesu CS, kdy za jednu z nejdůležitějších příčin na rozhraní se považuje rozdílná tvrdost nanášeného prášku a vlastního substrátu. [2]



Zvýšení únavových vlastností materiálů ošetřených povlakem naneseným metodou CS, je další z řady výhod, které tato metoda přináší. Již příprava povrchu pískováním nebo brokováním má pozitivní účinky na únavovou životnost materiálu v důsledku vnesení tlakových vnitřních pnutí, která mají příznivé účinky na proces iniciace únavových trhlin, v případě růstu únavových trhlin mají tlaková pnutí schopnost zpomalovat jejich šíření. Drsnější povrch substrátu, kterého je dosaženo výše uvedenými metodami, může mít také vliv na kvalitnější spojení s povlakem. [2]

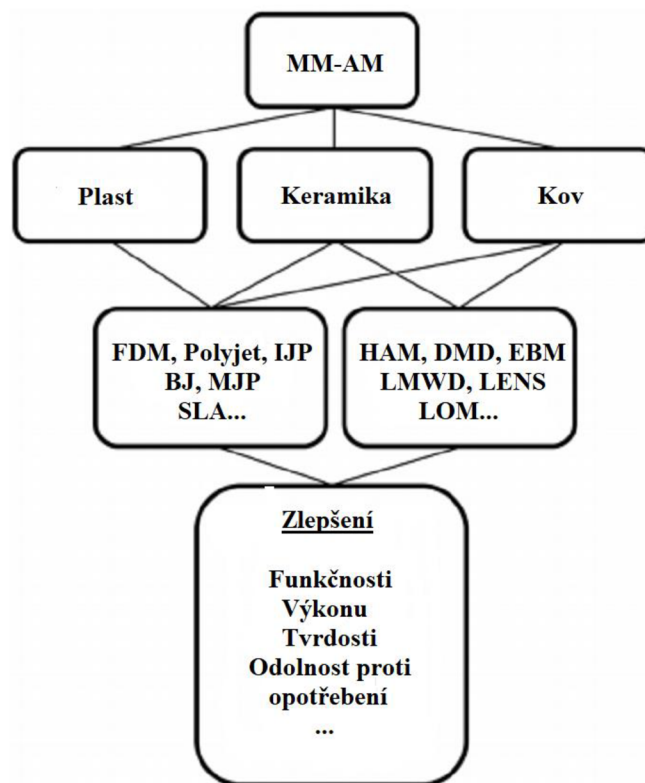
Samotný povlak a metoda, kterou je nanášen, vč. přípravy povrchu substrátu pak způsobí vznik další vnitřní napjatosti, která nejspíše dále zpomaluje šíření únavových trhlin. Z experimentů provedených na Al-slitině 5052 vyplývá, že vzorky s povlakem naneseným metodou CS měly zvýšenou únavovou pevnost o 13 %, a v případě pískování a povlakování až o 20 % (obr. 23). [2]



Obr. 23 Porovnání výsledných Wöhlerových křivek závislých na povrchových úpravách [2]

## 4 Multi-materiály

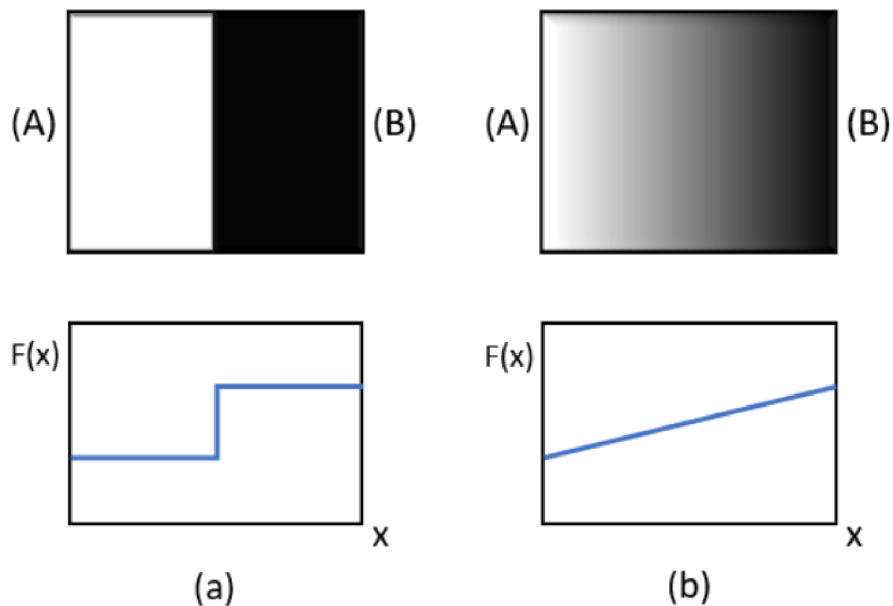
Jak již samotný název napovídá, jedná se o komponenty složené z dvou a více materiálů. Tato myšlenka představuje obrovský potenciál, využít různé materiály s různými vlastnostmi na různých místech u jediné součásti. Nicméně kombinace některých materiálů nemusí být vždy konvenčními metodami umožněná, a právě tehdy se obracíme na technologie typu „Additive Manufacturing“ (AM). Přesněji se jedná o „Multi-Material Additive Manufacturing“ (MM-AM). Takový postup výroby umožňuje nejen vytvářet součást ze dvou a více různých materiálů, ale dokonce mezi nimi vytvářet přechodové oblasti. Pro kombinaci různých materiálů, a to kovů, plastů a keramiky je bezpodmínečně nutno zvážit možnosti výroby a zvolit správnou metodu AM. Schematický přehled metod, které jsou vhodné pro různé kombinace těchto materiálů, je uveden na obr. 24: IJP „InkJet Printing“, BJ „Binder Jetting“, MJP „MultiJet Printing“, HAM „Hybrid Additive Manufacturing“, DMD „Direct Metal Deposition“, EBM „Electron Beam Melting“, LMWD „Laser Metal Wire Deposition“, LENS „Laser Engineered Net Shaping“. [7]



Obr. 24 Schéma využitelnosti některých AM metod na různé kombinace materiálů [7]

Cílem tvorby multi-materiálových součástí s přechodovou oblastí bez skokové změny, jak je tomu například u kompozitních materiálů, je odstranění ostrých přechodů mezi jednotlivými „složkami“, které by mohly působit jako koncentrátoři napětí, a pod účinkem vnějšího zatížení ve výsledku vést až k nežádoucí delaminaci. Zavádí se tedy nový pojem funkčně odstupňovaných materiálů („Functionally Graded Materials“, FGM). Jedná se o zavedení gradientní zóny mezi oblastmi. Postupná změna může být chápána jako přechod mezi různým chemickým složením, ale také může zahrnovat strukturní změny nebo změny

úrovně porozity. Na obr. 25a) je znázorněný ostrý přechod z oblasti (A) do oblasti (B), zatímco na obr. 25b) je patrný mírný odstupňovaný přechod mezi oblastmi, který by mohl mít pozitivní vliv na výsledné vlastnosti. Výroba funkčně odstupňovaných materiálových oblastí nemusí být konvenčními metodami vždy dostupná. V případě, že její provedení je možné, tak z pravidla bývá výroba značně nákladná jak časově, tak i ekonomicky. V dnešní době efektivně zaujímají schopnost výroby takovýchto oblastí aditivní technologie a technologie práškové metalurgie. Předem navržené směsi prášků se jeví jako vhodný způsob, jak dosáhnout postupné změny rozhraní. [35]



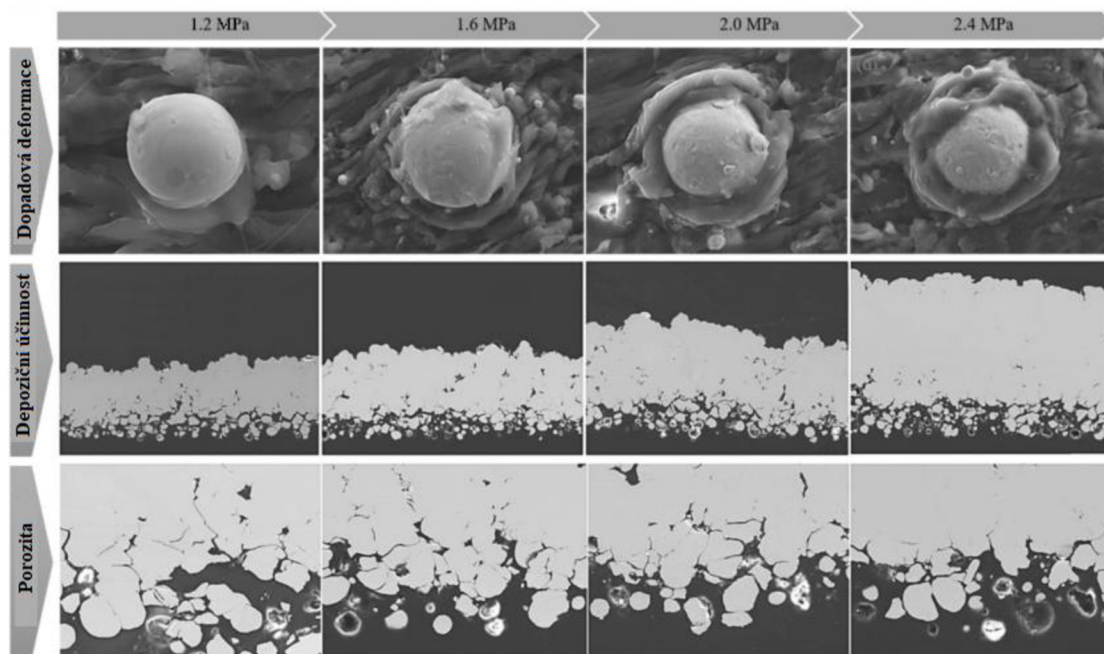
Obr. 25 (a) Ostré rozhraní se skokovou změnou mezi oblastmi (A) a (B), (b) postupný přechod bez náhlé změny [35]

#### 4.1 Spojení polymeru a kovu

Využití metody CS pro spojení polymeru a kovu, s ohledem na nové poznatky o této metodě, je dalším možným směrem v tvorbě multi-materiálů. Postup výroby či povaha výsledného produktu může být odlišná, avšak myšlenka spojení polymeru s kovem zůstává stejná jako v případě kov-kov. Podobnou problematikou se zabývali autoři v [36], kdy se zaměřili na pokovování polymerů a polymerních kompozitů pomocí metody CS. Využití metody CS pro polymery je složité, protože polymerní materiály mají z pravidla výrazně nižší pevnostní charakteristiky než kovy. Nižší pevnost totiž způsobuje hluboké pronikání kovových částic do substrátu. Dopadající částice kovového prášku, nanášené v dalších vrstvách, nemusí dosáhnout dostatečně velké plastické deformace, jak je tomu u kovových substrátů, ale spíše jen zatloukají předešle nanesené částice hlouběji do substrátu anebo je naopak vytlačují. Dalším limitem je tedy eroze, která při špatně nastavených procesních parametrech může značně poškodit díl. [36]

Vhodná volba procesních parametrů je zásadní pro úspěšnou depozici. Všechny parametry jsou mezi sebou provázané a nelze je tedy hodnotit jednotlivě. U polymerů, které jsou oproti kovům více citlivé na změny teploty, je to ještě komplikovanější, protože je třeba

zvážit nejen přehřev plynu, ale i to, že kinetická energie dopadajících částic nebude v takové míře spotřebována na plastickou deformaci částic v první vrstvě. Proto je vhodné u plastů zhodnotit procesní parametry pečlivě, aby vznikl kvalitní povlak. Na obr. 26 je znázorněn vliv tlaku urychlujícího plynu na deformaci substrátu, účinnost depozice a porozitu výsledného povlaku. [36]



Obr. 26 Vliv tlaku plynu na různé parametry při depozici částic mědi o průměru 27  $\mu\text{m}$  na substrát PEEK při 300  $^{\circ}\text{C}$  [36]

V předcházejících kapitolách bylo zmíněno, že jedním z prvních kroků před začátkem procesu nanášení je vhodná úprava povrchu. Nejčastěji se jedná o zvýšení drsnosti povrchu a odstranění povrchových nečistot. Jinak tomu není ani v případě, že substrát je polymerního charakteru. Některé běžné odmašťovače, jako například ethanol nebo aceton mohou být pro některé plasty agresivní. Z [36] vyplývá, že důlky vytvořené agresivními činidly měly srovnatelnou velikost s průměrnou velikostí částic a předpokládalo se, že budou fungovat jako kotvící zóny pro nanášený povlak. Bylo zjištěno, že kinetická energie dopadajících kovových částic je dostatečně velká na to, aby si sama vyhloubila dostatečně velké důlky a přínos agresivních činidel na přilnavost mezi substrátem a povlakem se tedy výrazně neprojevil.

Jednou z možností, zajišťující dobré výsledky, je aplikování mezivrstvy mezi substrát a zamýšlený povlak. Je to metoda vhodná v případech, kdy není možné nanášet kov přímo na polymer. Aplikace mezivrstvy spočívá v nanesení lehkých kovů, jako je například cín. Cínová mezivrstva může zprostředkovat dostatečnou pevnost pro depozici tvrdších kovů a ochránit polymer před erozí. [36]

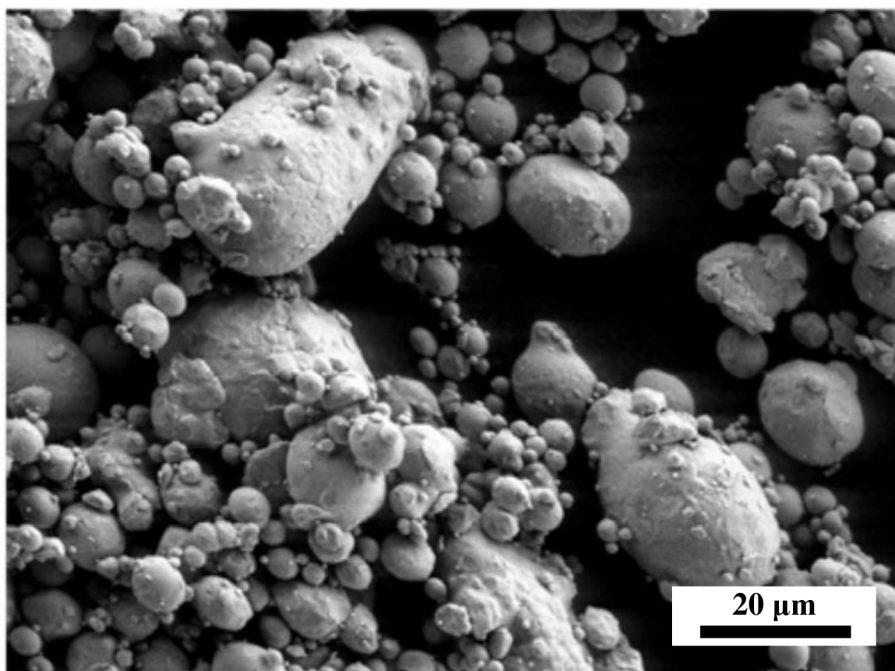
Výhodou použití metody CS na pokovování plastových dílců oproti ostatním metodám, je jednoznačně v zvýšení pevnosti ve smyku a tahu na rozhraní. Kovové částice ukotvené do polymerní matrice, zajišťují pro většinu možných konfigurací pevnost vazby mezi substrátem a povlakem od 2 do 10 MPa. [36]

## 4.2 Spojení dvou a více kovů

Experimentální a simulační studie prokázaly, že aplikace povlaků a jejich vlastnosti jsou závislé na termomechanických vlastnostech použitého materiálu. V některých případech pro dosažení požadovaných vlastností je vhodné aplikovat multi-materiálové povlaky. Skládání multimateriálních struktur metodou CS lze provádět třemi základními způsoby. Nejekonomičtější je nanášení již předpřipravených práškových směsí o vyžadovaném poměru různých materiálů. Další metodou je depozice kompozitních prášků vyrobených aglomerací-slinováním nebo mechanickým mletím. Poslední a nejspíše nejdražší z možností je depozice potažených prášků. [37]

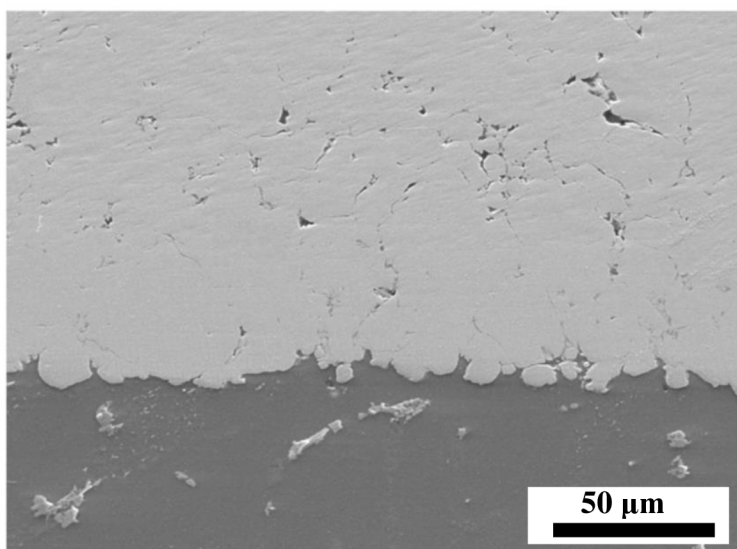
V [37] bylo realizováno nanášení povlaku z korozivzdorné oceli 316L na hliníkový substrát pomocí metody CS. Zhotovení nízko porézních povlaků z 316L bylo dosaženo za použití helia jakožto unášecího plynu. Naopak u povlaků, kde byl použit dusík jako unášecí plyn, byly výsledné povlaky značně pórovitější. Pro snížení pórovitosti je tedy potřeba zvýšit dopadovou rychlost částic, čehož v případě dusíku jako unášecího plynu lze dosáhnout zvýšením teploty. Zvyšování teploty není neomezené, jelikož zvýšená teplota plynu ohřeje stěny trysky a zároveň zvýší plasticitu přehřátých částic, v takovém případě se zvyšuje riziko ucpání trysky. Teplota, která dosáhla nejlepších výsledků a zároveň byla pod teplotou zanášení trysky 600 °C a dosažená pórovitost činila asi 3 %. Všechny substráty, na které byly nanášeny povlaky, byly bez povrchové úpravy, protože předchozí výzkum poukázal na to, že pískování hliníkového substrátu nezajišťuje zvýšení přilnavosti povlaku k substrátu v důsledku vyšší tvrdosti částic. Na obr. 27 je zachycen použitý práškový materiál. Procentuální zastoupení velikosti částic prášku  $D_{10} = 6 \mu\text{m}$ ,  $D_{50} = 15 \mu\text{m}$  a  $D_{90} = 25 \mu\text{m}$ . Použité procesní parametry byly následující:

- Tlak plynu 3,5 MPa
- Teplota plynu 600 °C
- Úhel nanášení 90°
- Vzdálenost trysky od povrchu 30 mm
- Rychlost pohybu trysky 100 mm/s
- Strategie nanášení: překrývání stop



*Obr. 27 Snímek ze SEM, velikosti částic použitého prášku [37]*

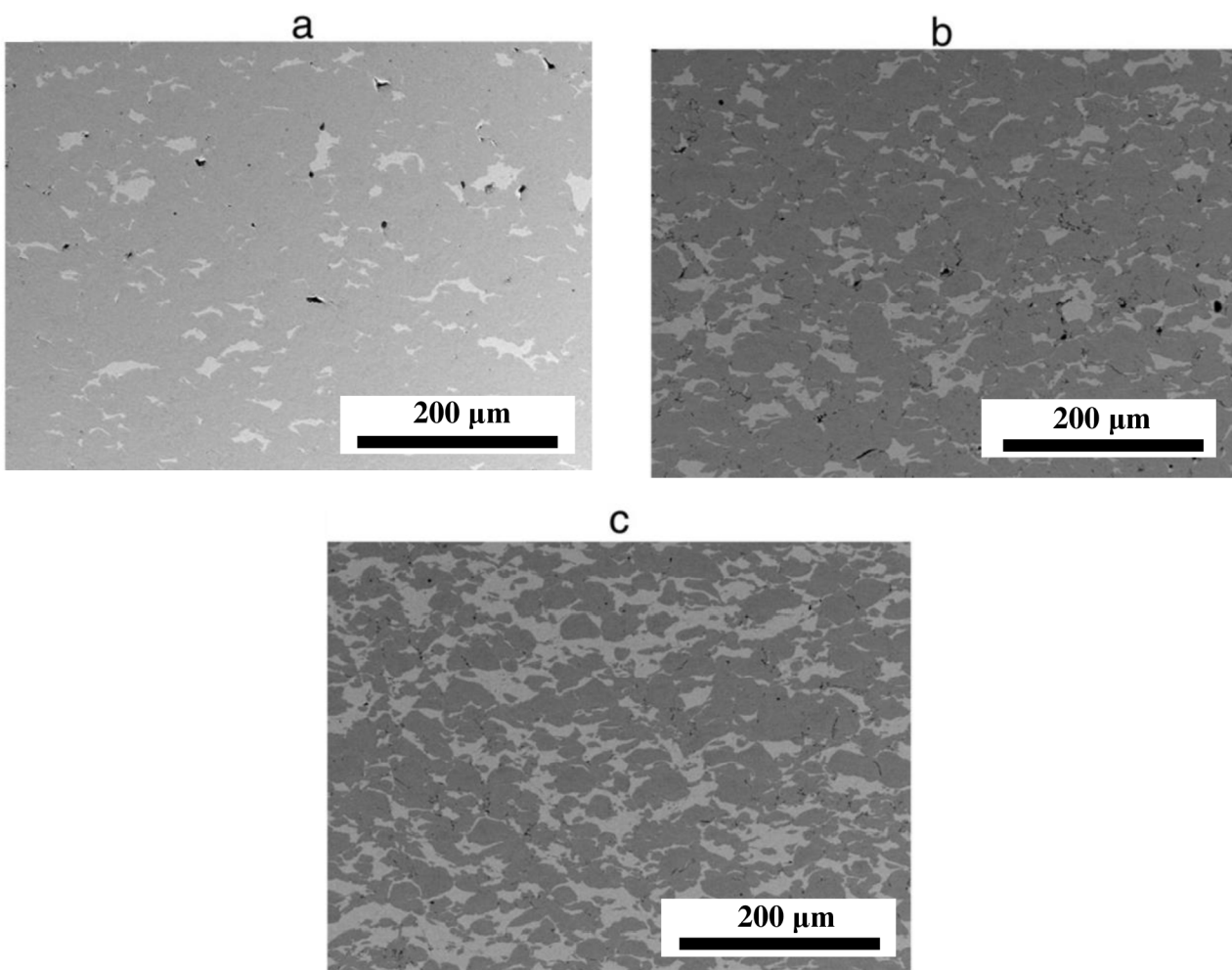
Na obr. 28 je uvedena mikrostruktura povlaku 316L naneseného na hliníkovém substrátu. Pórovitost se pohybuje v rozmezí 3–5 %. Další pozorovatelnou charakteristikou je hluboké pronikání částic do substrátu, což podporuje spojení materiálů a zvyšuje jejich soudržnost. V mikrostrukturu povlaku v okolí rozhraní jsou patrné jemné trhliny. Samotný povlak vytvořený za použití oceli 316L může mít sklony k vyšší pórovitosti právě v oblastech blízkých rozhraní. Předpokládá se, že trhliny se s největší pravděpodobností nevyskytly v důsledku procesu CS, ale během přípravy metalografického výbrusu. Zvýšené napětí vyvolané brusným kotoučem mohlo zapříčinit iniciaci trhlin a jejich šíření. [37]



*Obr. 28 Metalografický výbrus rozhraní povlaku a substrátu po metodě CS „neleptáno“ [37]*



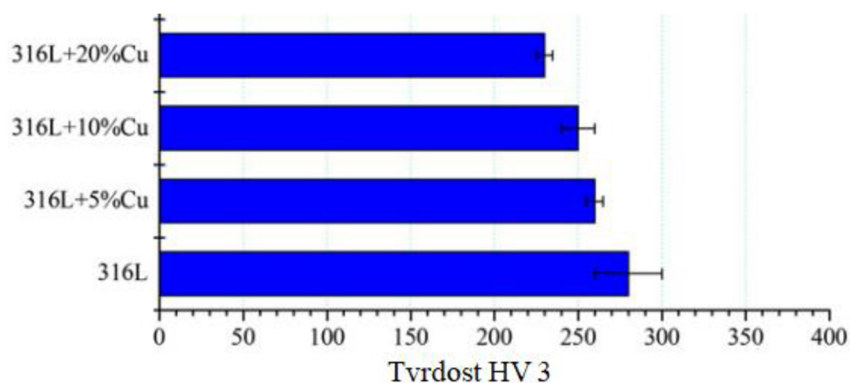
Pro snížení pórovitosti byla do nanášené směsi přidána měď v množství 5 %, 10 % a 20 %. Předpokladem bylo, že měděné částice jsou schopné větší deformace a v případě homogenního rozmístění jsou schopné vyplnit vznikající póry mezi méně deformovanou ocelí. Zvýšenému hmotnostnímu procentu mědi bylo nutno přizpůsobit teplotu plynu tak, aby nedocházelo k ucpání trysky, a pro prášky s 10 % a 20 % mědi byla proto snížena teplota unášecího plynu na 550 °C. Výsledky nově vzniklých multi-materiálových povlaků jsou zobrazeny na obr. 29. Procentuální podíl pórů na vzorku s 5 % mědi (obr. 29a) byl pod 1 %. Pro vzorky s 10 % mědi byla pórovitost vyhodnocena na 1,5 %, a vzorek s 20 % mědi vykazoval hodnoty okolo 1 % (obr. 29 b, c). Větší naměřená pórovitost vznikla nejspíše v důsledku snížené teploty plynu (650 vs. 550 °C), přičemž některé póry byly větší než průměrná velikost částic. Toto může být důsledek procesu tvorby vrstev a také z důvodu nerovnoměrného dopadu částic, ale také je možné, že vznikly během přípravy výbrusu, kde došlo k vyloupení částice. [37]



*Obr. 29 Metalografický výbrus a) 95 % 316L + 5 % Cu b) 90 % 316L + 10 Cu c) 80 % 316L + 20 % Cu [37]*

U povlaků s různým procentuálním zastoupením Cu byla měřena tvrdost HV 3. Na obr. 30 jsou uvedeny výsledky těchto měření, kdy je patrné, že nástřík z oceli 316L bez přidané Cu má tvrdost nejvyšší, zatímco se zvyšujícím se podílem mědi tvrdost povlaku klesá. Při volbě materiálu na různé aplikace je tedy vhodné zvážit výhody snížené pórovitosti na úkor

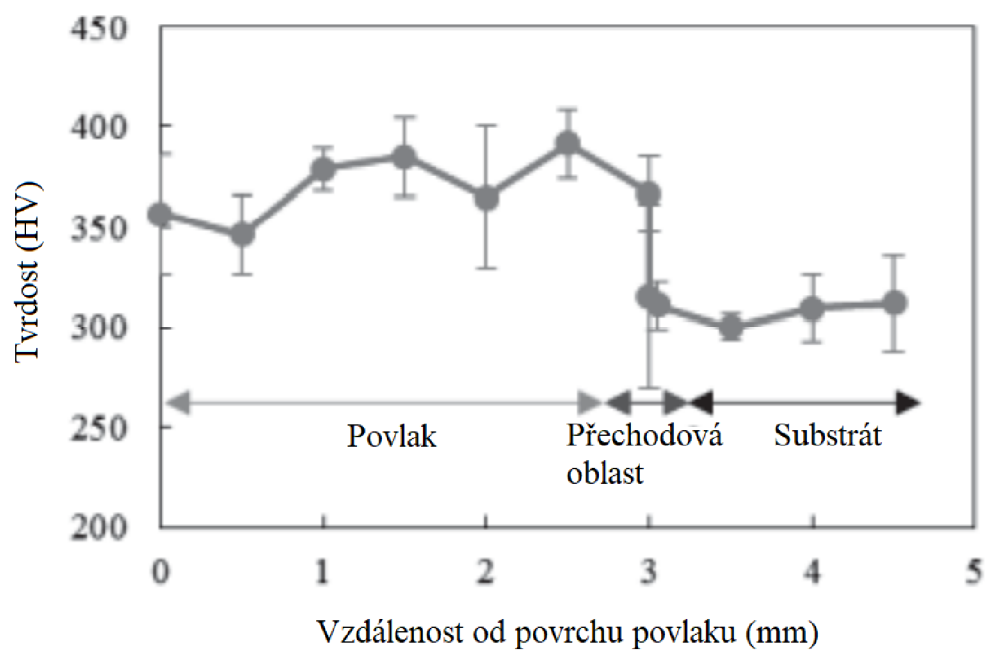
tvrdosti povlaku a obráceně. Přílnavost povlaků ve všech případech přesahovala 60 MPa. [2, 37, 38]



Obr. 30 Tvrdość povlaků v závislosti na chemickém složení prášku [37]

Titanové slitiny jsou hojně používány v leteckém a kosmickém průmyslu díky úspoře hmotnosti při dostačujících pevnostních charakteristikách materiálu. Pomocí metody CS je možné titan a jeho slitiny využívat na opravy dílců či složitě tvarovaných součástí. Obecně pro metodu CS platí, že nanášení povlaků z tvrdších materiálů (např. slitiny titanu, jejímž zástupcem může být Ti-6Al-4V) je složitější oproti použití kovů a jejich slitin s nižší tvrdostí. V [38] byla řešena problematika povlakování metodou CS při využití práškové formy slitiny Ti-6Al-4V. Některé literární zdroje uvádějí pórovitost pro tento materiál v rozmezí od 5 až do 20 %. Nicméně analýzou nástřiku provedeného v dané práci byla zjištěna průměrná hodnota pórovitosti 2,6 %. Nižší porozita byla zjištěna v oblasti blíže rozhraní povlak – substrát, kde dochází k intenzivnější plastické deformaci a omezuje se tvorba pórů. Substrátem v [38] byl identický materiál jako materiál prášku použitého pro tvorbu povlaku, což umožnilo srovnání tvrdostí dle Vickerse mezi substrátem a povlakem. Na obr. 31 je znázorněno, jak se tvrdost měnila v závislosti na vzdálenosti od povrchu povlaku. Tvrdość povlaku se pohybovala v rozmezí 325 až 400 HV a tvrdost substrátu od 300 do 350 HV. Zvýšená tvrdost je nejspíše důsledkem plastické deformace a velké odchylky měření jsou způsobeny s největší pravděpodobností póry v místech indentace. Na vzorcích byly provedeny rovněž adhezní testy dle normy ASTM C633, kdy zjištěná úroveň adheze byla větší než 60 MPa. [38]





Obr. 31 Hodnota naměřené tvrdosti v různých vzdálenostech od povrchu povlaku (Ti-6Al-4V) směrem k substrátu (Ti-6Al-4V) [38]

## 5 Cíle práce

- Cílem diplomové práce bude vytvoření vzorků s povlakem z titanové slitiny Ti-6Al-4V (Grade 23), který bude nanášen na substrát z hliníkové slitiny EN-AW 2618 ve stavu T6. Pozornost bude zaměřena zejména na kvalitu a vlastnosti materiálového rozhraní.
- V rámci diplomové práce budou zkoumány lokálních mechanické a mikrostrukturní charakteristiky povlaku, dále bude prováděna zkouška tahem za pokojové teploty na poměrných zkušebních tělesech vyrobených z vlastního povlaku a pomocí fraktografické analýzy hodnocen mechanismus jeho porušování.

## 6 Zkoumané materiály a experimentální technika

Zkoumaným materiálem byla titanová slitina s označením Ti-6Al-4V (Grade 23). Z této slitiny byl vytvořen objemný CS nástřík ve tvaru desky pro vytvoření válcových zkušebních těles pro tahovou zkoušku. Dále byla tato slitina aplikována pomocí metody CS na zkušební válec, který byl z hliníkové slitiny EN AW-2618 ve stavu T6. Substrát v podobě zmíněného válce, byl před nástříkem z jedné strany ve stavu po soustružení a z druhé strany po pískování pro porovnání vlivu povrchu substrátu na vznikající rozhraní. Tyto experimenty byly prováděny se záměrem převést získané poznatky do praktické aplikace uplatňované na komponentě, která je součástí turbodmychadla, resp. jeho kompresorové části.

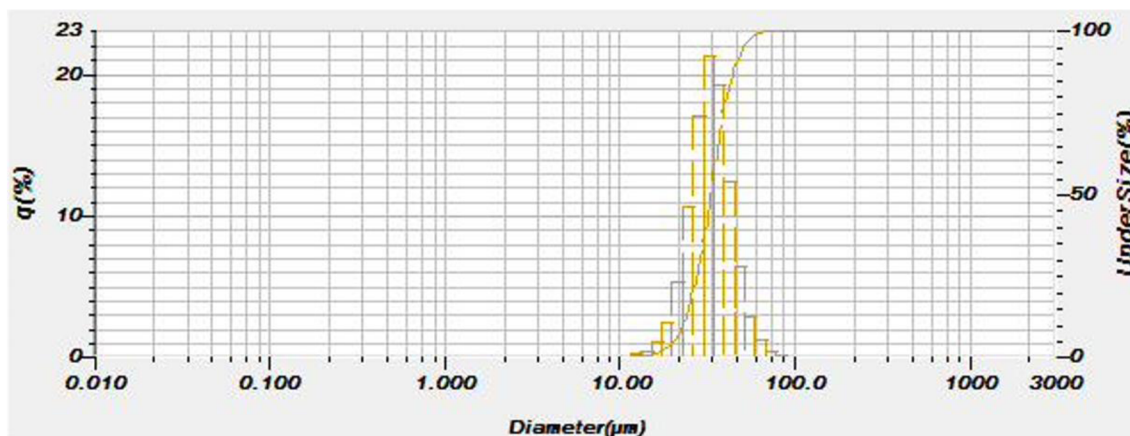
### 6.1 Zkoumaný materiál

Titanová slitina v práškovém stavu byla dodána společností SANDVIK, která navíc uvádí i dané chemické složení v Tab. 1. Grade 23 je jednou z běžně využívaných slitin titanu. Možnost tepelného zpracování, dobrá svařitelnost a odolnost proti korozi umožňují její použití v mnohých průmyslových odvětvích. Další vlastností této slitiny jsou: dobrá stabilita za zvýšených teplot (až 400 °C) a příznivý poměr pevnostních charakteristik k relativně nízké měrné hustotě, která je okolo 4,43 g/cm<sup>3</sup>. Chemické složení substrátu je převzato materiálového listu od firmy SMITHS [39].

Tab. 1 Chemické složení v hm. %

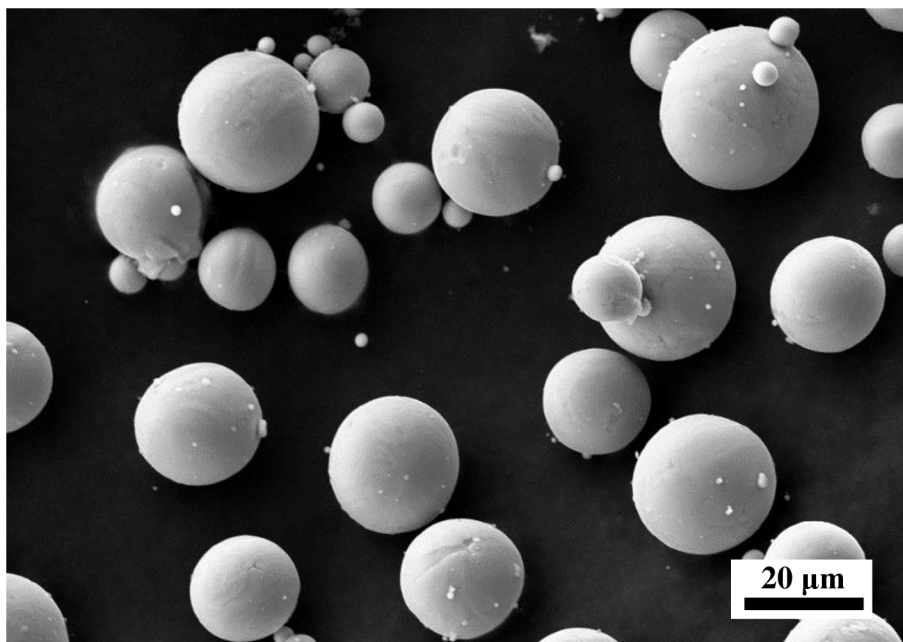
Prášek	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H
Grade 23	87,6–91	5,5–6,75	3,5–4,5	≤ 0,25	≤ 0,13	≤ 0,08	≤ 0,05	≤ 0,01
Substrát	Al	Cu	Mg	Fe	Ni	Si	Ti	Zn
EN-AW 2618	92,4–94,9	1,9–2,7	1,3–1,8	0,9–1,3	0,9–1,2	≤ 0,25	0,04–0,1	≤ 0,1

Velikost částic prášku byla ověřována pomocí laserové difrakce s využitím analyzátoru HORIBA LA-950. Distribuce velikostí částic práškového materiálu je uvedena na obr. 32. Frekvenční křivka charakterizuje distribuci velikosti částic a distribuční křivka udává procentuální zastoupení částic ve vzorku. Velikosti částic prášku D10 = 23,06 μm a D90 = 45,72 μm, střední velikost částic prášku je 33,75 μm.



Obr. 32 Distribuce velikosti částic a procentuální zastoupení velikosti částic

Morfologie prášku byla pozorována a dokumentována pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu Zeiss Ultra Plus. Částice prášku vykazují sférický tvar s lokálním výskytem aglomerací menších a větších částic – obr. 33.



Obr. 33 Morfologie použitého prášku Grade 23

## 6.2 Procesní parametry metody CS

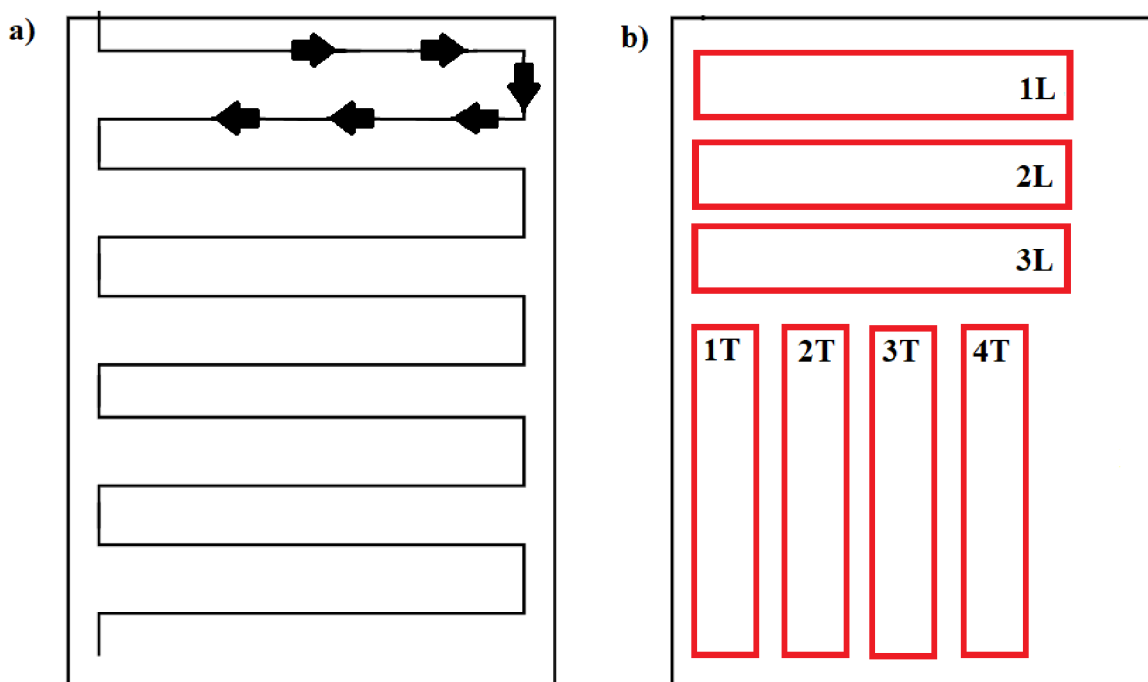
Procesní parametry pro nástřik zkušebního válce i objemnou desku pro výrobu tahových těles jsou uvedeny v Tab. 2. Zkušební válec se otáčel při nanášení okolo vlastní osy rychlostí 500 ot. /min. Objemný vzorek ve tvaru kvádrů pro tahová tělesa o rozměrech 70×110×10 mm byl stříkán na plochou desku upnutou do přípravku ve vertikálním směru.

Tab. 2 Procesní parametry metody CS pro různé aplikace

/	Rychlost pohybu trysky [mm/s]	Vzdálenost trysky od substrátu [mm]	Úhel nanášení [°]	Teplota plynu [°C]	Tlak plynu [MPa]	Otáčky disku podavače [ot. /min]	Průtok plynu podavačem [m <sup>3</sup> /h]	Velikost částic [μm]
Zkušební válec	10	30	90	1010	5	3	5	10–45
Objemná deska	400	30	90	1020	5	3	5	10–45

### 6.3 Příprava vzorků pro tahovou zkoušku

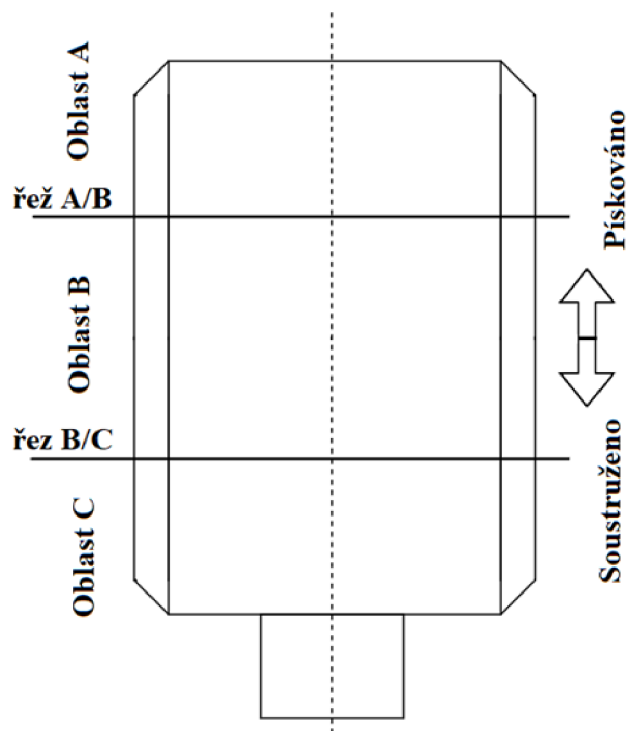
Tělesa pro tahovou zkoušku byly vypreparovány z desky o rozměrech 70×110×10 mm vytvořené ze studované Ti-slitiny (Grade 23) metodou CS. Na obr. 34a) je uvedena trajektorie pohybu trysky a na obr. 34b) jsou schematicky znázorněny oblasti odběru vzorků pro tahovou zkoušku. Celkem bylo připraveno sedm zkušebních těles, čtyři ve směru příčném a 3 ve směru podélném (vztaženo k trajektorii tvorby nástřihu). V průběhu hrubovací operace (frézování) došlo k poškození polotovaru 2L, cca v polovině délky, a tak nemohl být dále využit. Vzorky pro tahovou zkoušku byly připraveny dle DIN 50125, válcové vzorky se závitovými hlavami (typ B) o rozměrech měrné části 5×25 mm. Samotná tahová zkouška se prováděla na stroji Zwick/Roell Z250 při pokojové teplotě.



Obr. 34 a) znázornění objemné desky s trajektorií trysky b) vyznačené oblasti pro odběr vzorků pro tahovou zkoušku

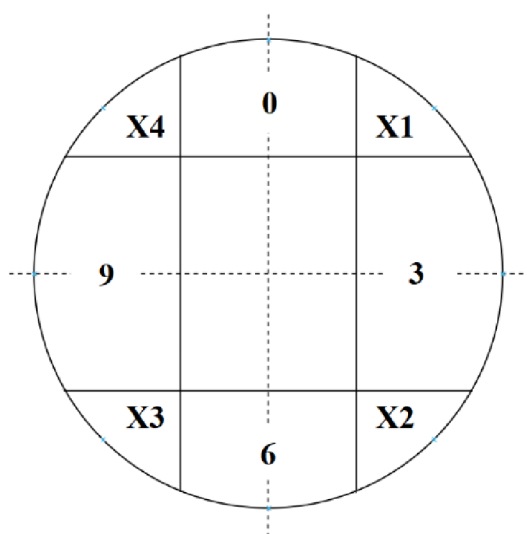
### 6.4 Příprava vzorků zkušebního válce

Zkušební těleso ve tvaru válce (substrát) bylo rozděleno na tři segmenty (oblasti) viz obr. 35. Segmentu „A“ byl pískován, Segment „B“ byl přechodovou oblastí a Segment „C“ byl ve stavu po soustružení. Následné nanášení práškového materiálu probíhalo za rotace válce okolo své osy, přičemž tryska se pohybovala v jedné rovině. Ve vztahu k obr. 35 byl výchozí bod pohybu trysky mimo nanášenou oblast a k první depozici začalo docházet shora v oblasti „A“, tryska dále pokračovala přes oblast „B“, až do spodní části oblasti „C“. K změně směru pohybu trysky docházelo v předem dané vzdálenosti od okraje. Stejně tomu bylo při změně směru pohybu v oblasti „A“, kde tryska změnila směr před okrajem čela válce. Tento periodický průběh pohybu byl zachován po celou dobu depozice a způsobil zkosení povlaku na obou koncích zkušebního válce.



Obr. 35 Schématický náčrt zkušebního válce s povlakem

Dále proběhlo rozdělení jednotlivých oblastí na osm částí tak, aby bylo možné analyzovat podélný i příčný řez substrátem s naneseným povlakem. Toto dělení s dodatečným označením každého vzorku je znázorněno na obr. 36. Byla zachována konvence pozorování příčných řezů (označovaných „T“) na vzorcích 0, 3, 6, 9 a podélných řezů (označovaných „L“) na vzorcích X2 a X4. Přesně definovaná zkoumaná plocha na vzorku X2 byla ta, která je rovnoběžně s vodorovnou osou na obr. 36 a pro X4 to byla plocha rovnoběžně se svislou osou na obr. 36. Vzorky X1 a X3 byly uchovány pro případné další analýzy, i když ve výsledcích nejsou zahrnuty. Dělení vzorků proběhlo na metalografické pile LECO MSX-250.



Obr. 36 Znázornění systematického popisu řezů pro všechny oblasti

Vypreparované vzorky byly zalisovány za tepla na stroji Opal X-Press. Metalografické výbrusy byly připraveny konvenčním způsobem, tj. broušením za mokra na stroji LECO GPX-300. Brusné papíry s karbidem křemíku o zrnitostech 500, 800 a 1200 byly měněny vždy v třiminutových intervalech. Na totožném stroji byly vzorky dále leštěny diamantovými pastami s částicemi o velikostech 3  $\mu\text{m}$  a 1  $\mu\text{m}$ . Jako smáčedlo byl pro leštící kotouč použit ethanol.

Přehledové snímky pro hodnocení pórovitosti byly zhotoveny s využitím světelného mikroskopu Zeiss AX10. Měření pórovitosti a tloušťky povlaku bylo provedeno pomocí softwaru od firmy Olympus. Pro bližší zkoumání metalografických výbrusů byly pořízeny snímky pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu TESCAN VEGA Compact

Tvrдость při nízkém zatížení HV 0,3 byla měřena na tvrdoměru firmy Q-ness Q10A. Na každém vzorku bylo provedeno celkem 10 vtisků, v souladu s normou pro měření tvrdosti při nízkém zatížení ČSN EN ISO 6507-1.

Pro pozorování splatů mezi částicemi byly metalografické vzorky leptány s využitím leptadla Kroll (kyselina fluorovodíková 11 obj. %, kyselina dusičná 33 obj. %, 56 obj. % destilovaná voda).



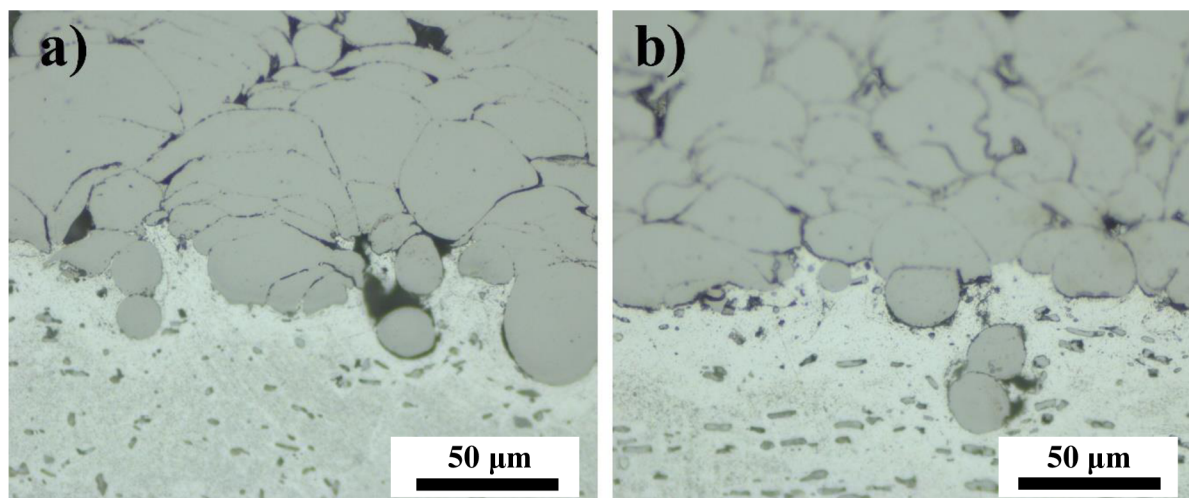
## 7 Výsledky

### 7.1 Metalografická analýza

Všechny pořízené snímky se zachyceným rozhraním zachovávají konvenci, že povlak se nachází vždy v horní části obrázku a substrát je vždy ve spodní části obrázku. Pro snímky pořízené pomocí světelných mikroskopů (v celkovém počtu 120) dále platí, že titanová slitina Grade 23 má na snímcích tmavší odstín šedi, kdežto substrát z hliníkové slitiny EN AW-2618 se vyznačuje světlejšími odstíny šedi.

V případě snímků rozhraní a struktury povlaku pořízených na rastrovacím elektronovém mikroskopu (v celkovém počtu 163) je zmíněné rozdělení dle odstínů šedi neplatné, avšak zůstává konvence – povlak v horní části a substrát v části spodní. Kontrast mezi povlakem a substrátem je značný, takže rozhraní je dobře pozorovatelné.

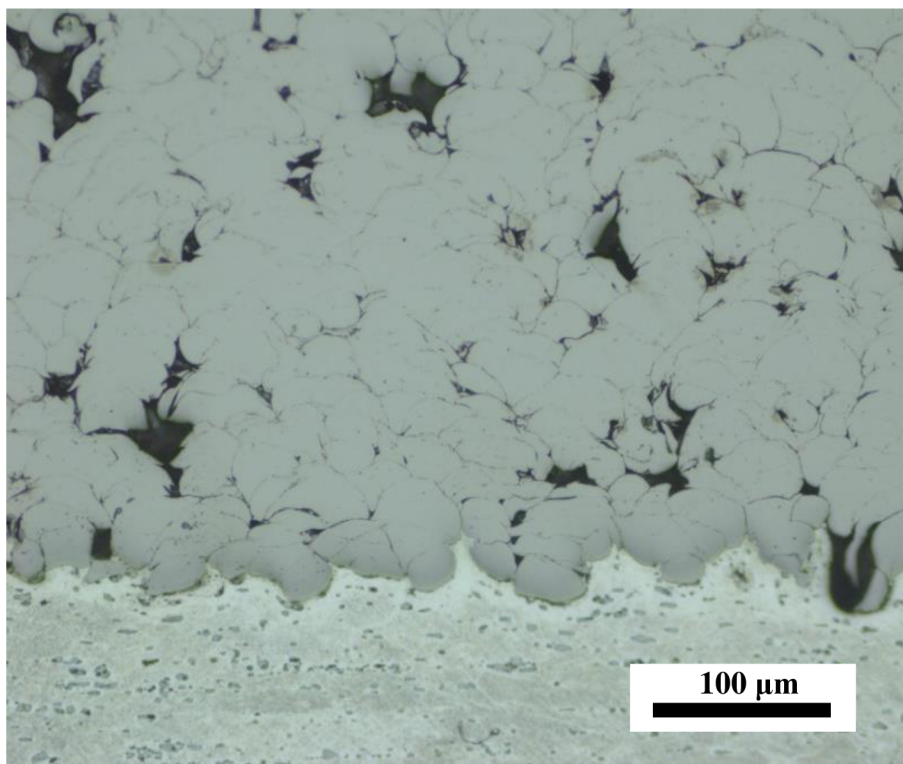
Typické vyobrazení mikrostruktury rozhraní, kde částice pronikly do substrátu, pozorujeme na vzorku A/B-T9 je uvedeno na obr. 37a). Z obrázku je patrné, že částice pronikla do substrátu a zanechala za sebou otevřený kráter, který nebyl dalšími dopadajícími částicemi zaplněn, a vznikla zde dutina. Zatímco u vzorku A-LX4 viz obr. 37b) je zřetelné, že za částicemi, které pronikly do substrátu, se průchod uzavřel, a částice tak zůstaly pod uzavřeným povrchem substrátu. Ani jedna z variant na obr. 37 výrazně nepřispívá k soudržnosti povlaku se substrátem.



Obr. 37 Průnik částice do substrátu a) s otevřeným průchodem „leptáno“ b) s uzavřením substrátu po průchodu částic „leptáno“

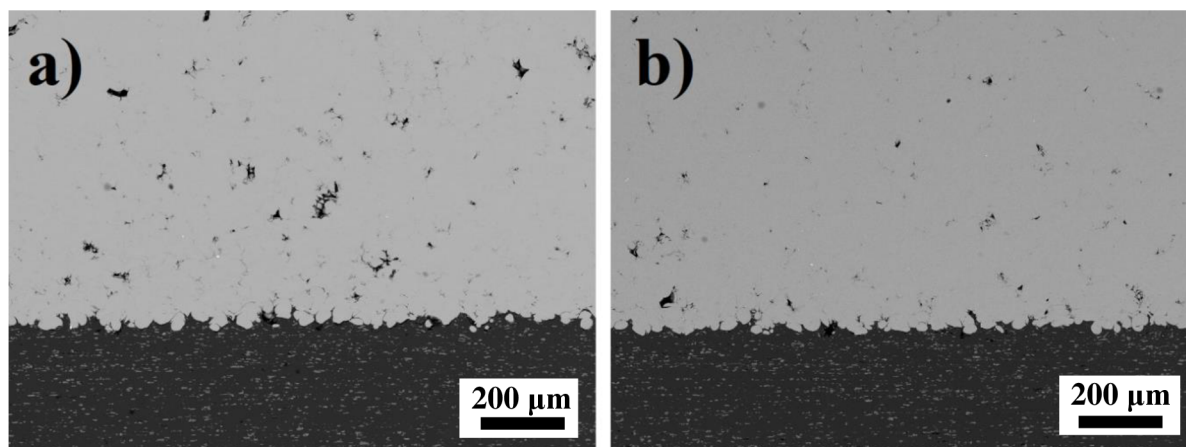
V pozorované oblasti uvedené pro vzorek C-LX4 na obr. 38 je patrné, že částice povlaku jsou zabořené do substrátu, ale stále spojené s povlakem a tvoří tak kotvící místa, která napomáhají kvalitnímu propojení mezi povlakem a substrátem. V pravé spodní části obr. 38 je na rozhraní povlak/substrát patrná dutina připomínající pór. Jelikož je částice na spodním okraji této dutiny silně deformovaná, předpokládá se, že částice, která tuto deformaci způsobila, byla vyloupená během přípravy vzorku.





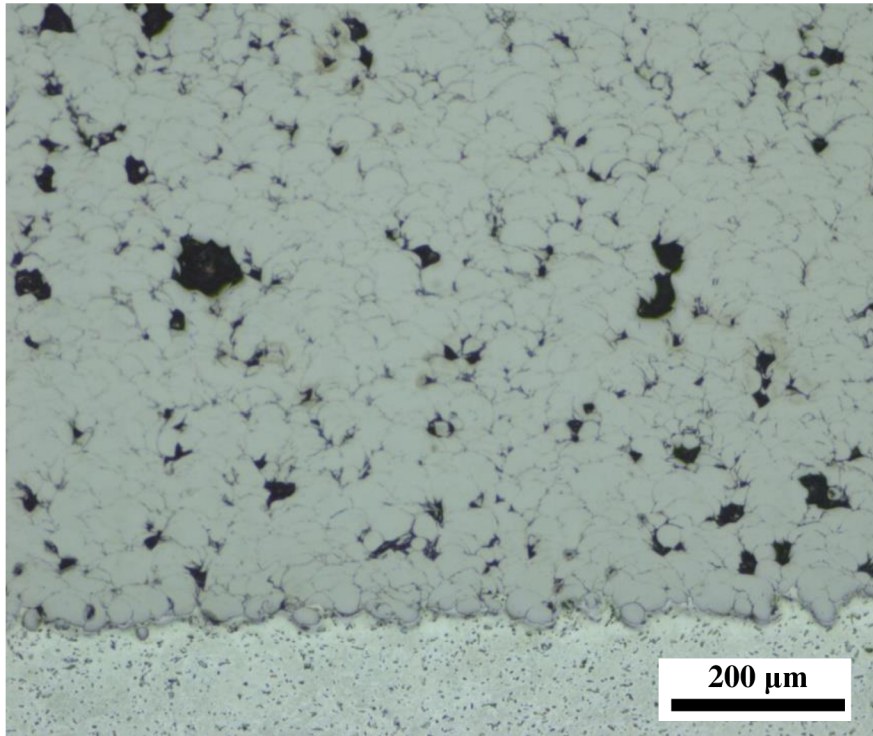
Obr. 38 Vzorek C-LX4 s pórem na rozhraní „leptáno“

Dokumentace rozhraní z míst s pískovaným substrátem je uvedena na obr. 39a), a z míst soustruženého substrátu na obr. 39 b). Oba snímky obr. 39 a) i b) byly pořízeny z podélného řezu přechodové oblasti „B“. Na snímcích je dobře rozlišitelné rozhraní mezi substrátem a povlakem. Rozhraní je značně členité po deformaci dopadajícími částicemi. Z porovnání rozhraní nebyl zjištěn výrazný rozdíl reliéfu mezi povlakem nanášeným na pískovaný nebo soustružený povrch substrátu.

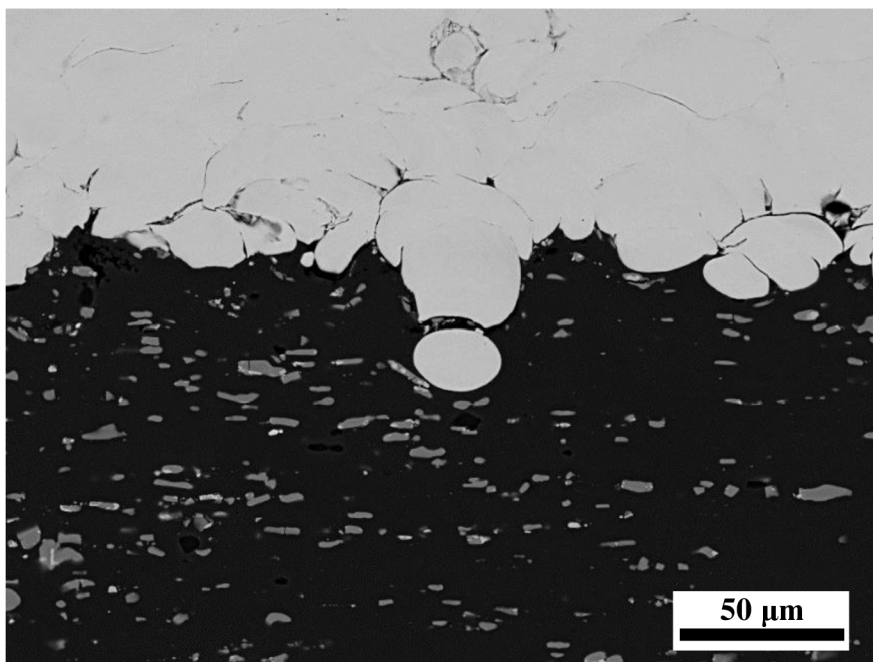


Obr. 39 snímky rozhraní ze SEM a) substrát pískovaný b) substrát soustružený

Na obr. 40 je uveden příklad pórovitého povlaku. Výskyt defektů je častější na vzdálenějších místech od substrátu než v těsném okolí samotného rozhraní. Částice na rozhraní jsou zpravidla více deformované v důsledku působení částic dopadajících v dalších vrstvách. Při použití větších zvětšení (obr. 41) pro detailnější pozorování rozhraní, bylo zjištěno menší zastoupení defektů, které oslabují spojení mezi povlakem a substrátem. Místy jsou pozorovatelné „splaty“ (viz dále) i v nenaleptaném stavu, především proto, že nedošlo ke kvalitnímu spojení částic.

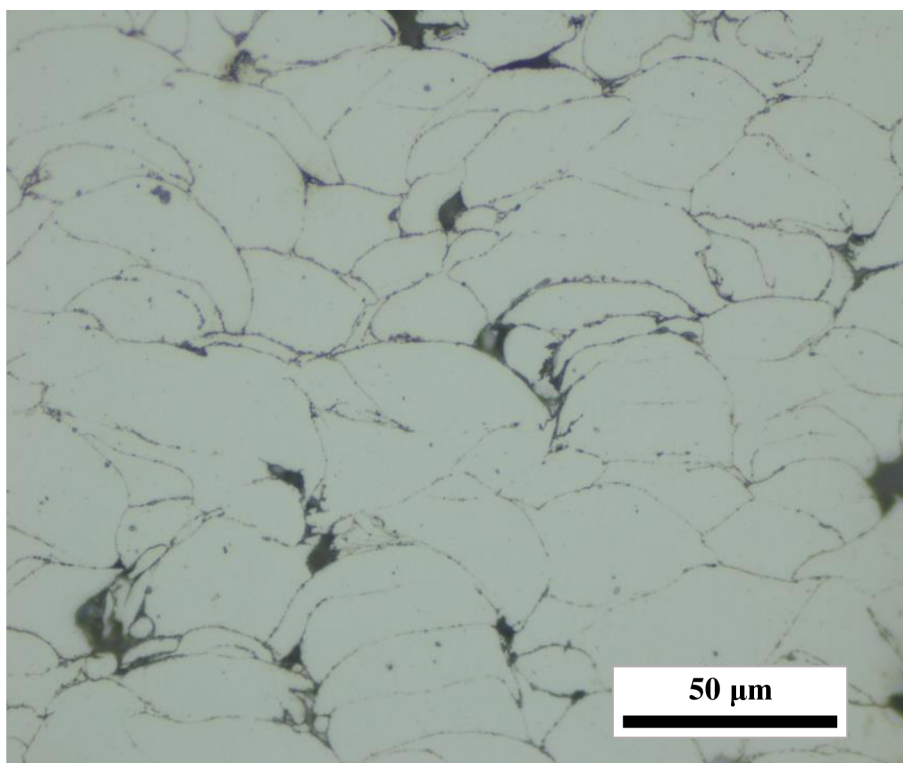


*Obr. 40 Naleptané rozhraní mezi substrátem a povlakem na vzorku A/B-T9 „leptáno“*



*Obr. 41 Detail rozhraní bez defektů s výrazným vlivem na přilnavost povlaku*

Typická mikrostruktura povlaku nanášeného metodou CS je uvedena na obr. 42. Pozorujeme silnou deformaci částic, původně sférických, které nabývají při dopadu zploštělého tvaru. Na rozhraní takto deformovaných částic se vyskytují póry nepravidelného tvar, kdy tento je dán nerovnoměrným dopadem a deformací ostatních částic, které jej obklopují. Rozhraní mezi částicemi nazývané „splaty“ jsou většinou dobře viditelné po naleptání povrchu.



Obr. 42 Mikrostruktura povlaku po procesu CS „leptáno“

## 7.2 Zkouška tahem

Pro určení mechanických vlastností materiálu povlaku byla provedena tahová zkouška za pokojové teploty v běžné laboratorní atmosféře na univerzálním zkušebním stroji Zwick/Roell Z250. Výsledky z tahových zkoušek jsou uvedeny v Tab. 3. V příloze 1 je uveden protokol ze zkoušky tahem vč. grafického záznamu.

Tab. 3 Pevnostní charakteristiky tahových těles

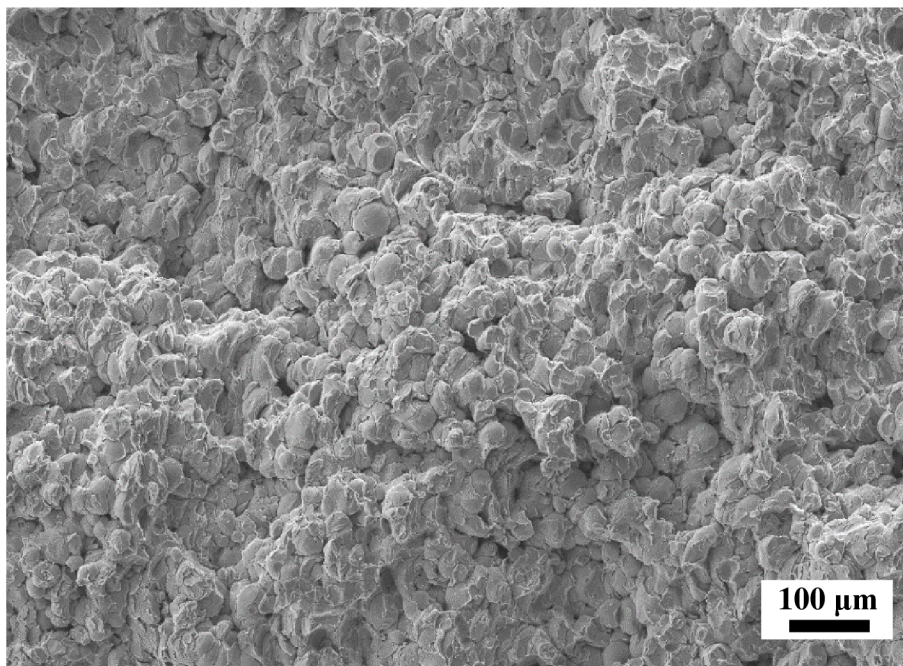
Vzorek	$d_0$ [mm]	$L_0$ [mm]	A [%]	E [GPa]	$R_m$ [MPa]
<b>Podélné vzorky</b>					
<b>1L</b>	5,01	25,01	0,0	70	340
<b>3L</b>	5,01	25,01	0,1	87	350
<b>Stř. hodnota <math>\pm \sigma</math></b>				<b>79 <math>\pm</math> 9</b>	<b>345 <math>\pm</math> 5</b>
<b>Příčné vzorky</b>					
<b>1T</b>	4,99	25,02	0,1	82	354
<b>2T</b>	5,01	25,02	0,1	84	319
<b>3T</b>	5,01	25,01	0,1	84	349
<b>4T</b>	5,00	25,01	0,1	85	355
<b>Stř. hodnota <math>\pm \sigma</math></b>				<b>84 <math>\pm</math> 1</b>	<b>344 <math>\pm</math> 15</b>



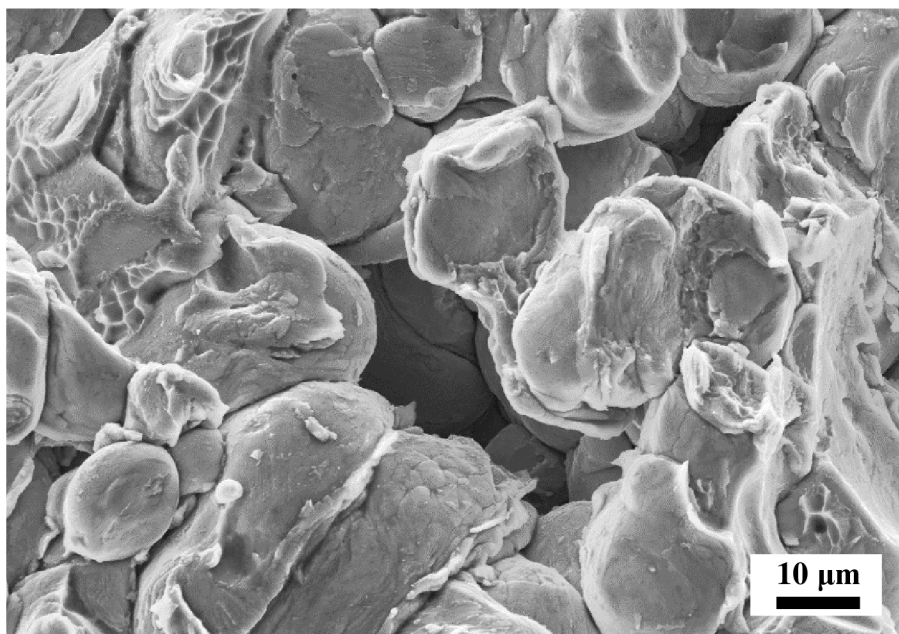
Celkem bylo testováno šest vzorků, dva pro podélný směr a čtyři pro směr příčný (vztaženo k trajektorii tvorby nástřiku). Naměřené hodnoty se pro jednotlivé orientace výrazně neliší a lze definovat, že orientace vzorku nemá na dosažené mechanické charakteristiky vliv.

### 7.3 Fraktografická analýza

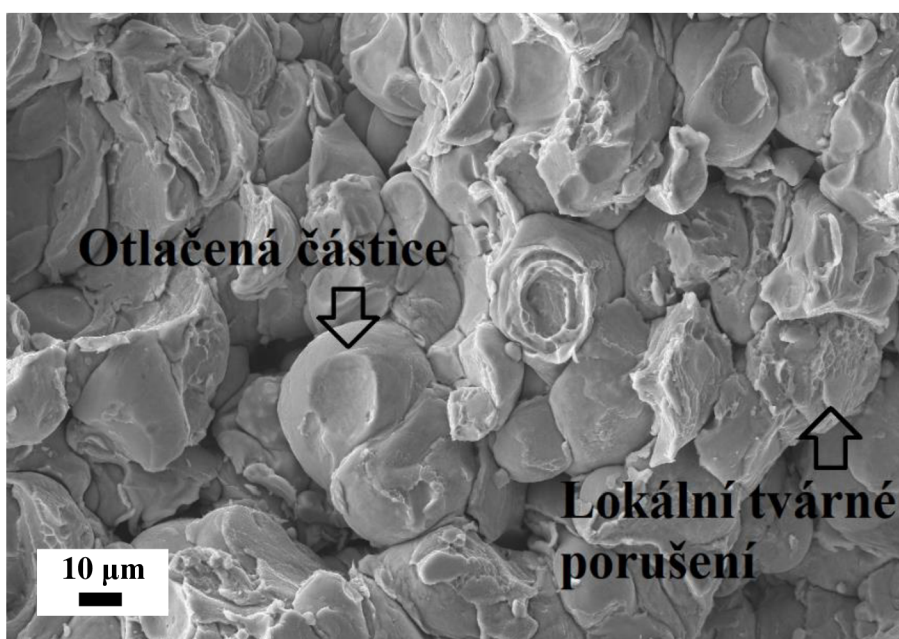
Na tělesech porušených při tahové zkoušce byla provedena fraktografická analýza. Na obr. 43 až 45 jsou uvedeny typické lomové plochy vybraných vzorků, kdy lomové plochy vykazují převážně dekohezi podél jednotlivých splatů, respektive podél hranic částic nanášeného materiálu. Na lomové ploše je patrný také výskyt pórů, dále je možno lokálně pozorovat původní tvar nanášených částic, což značí nízkou úroveň plastické deformace při tvorbě povlaku (obr. 44). Na vzorcích bylo také pozorováno špatné spojení mezi částicemi, kde po jejich odtržení vlivem působící vnější tahové síly zůstalo jen otláčení částice. Dva různé případy separace částic jsou patrné na obr. 45, kdy v jedné oblasti byl materiál porušen tvárným mechanismem, zatímco v jiné oblasti došlo pouze k dekohezi mezi částicemi viz otláčení na obr. 45.



*Obr. 43 Lomová plocha tahového tělesa ze vzorku L3*



Obr. 44 Patrný pór na lomové ploše vzorku L3

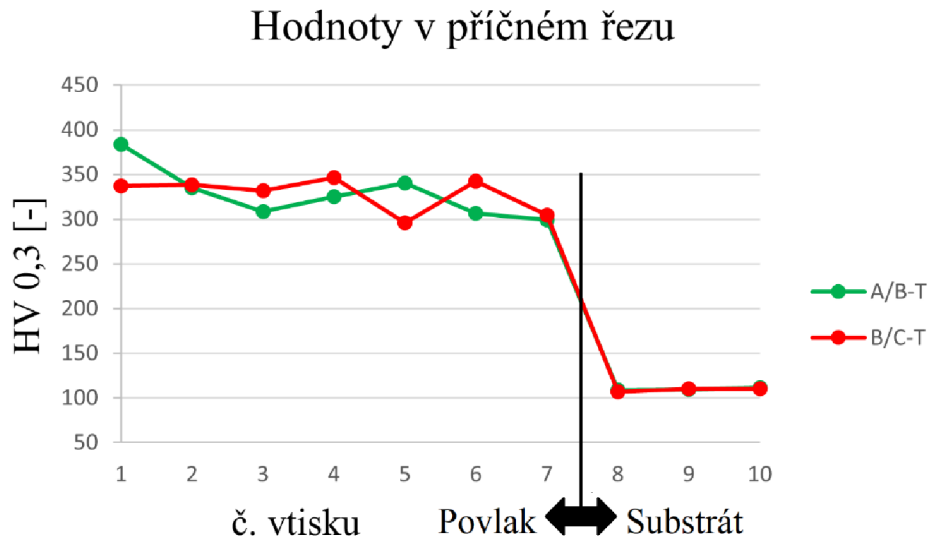


Obr. 45 Pozorovatelné odtržení částic na lomové ploše vzorku T3

#### 7.4 Měření tvrdosti při nízkém zatížení

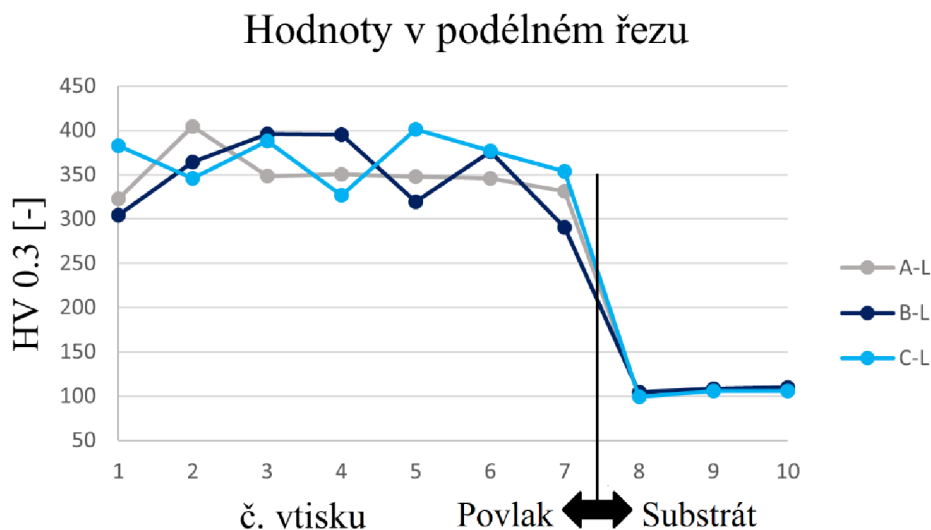
Měření tvrdosti při nízkém zatížení dle Vickerse bylo prováděno zejména na rozhraní mezi substrátem a povlakem, vzdálenost mezi jednotlivými vtisky byla přibližně 0,14 mm a průměrná velikost úhlopříčky vtisku byla 0,045 mm. Vtisky číslo 1 až 7 jsou měřeny na povlaku ve směru do substrátu, dále pak vtisky číslo 8, 9 a 10 jsou hodnoty naměřené přímo na vlastním substrátu. Měření bylo prováděno na každém vzorek a ve výsledcích je tedy zahrnuto celkem osmdesát vtisků pro příčné řezy s tím, že na každý bod v grafu na obr. 46 byl vykreslen jako průměrná hodnota ze čtyř měření. Pro podélné řezy bylo vyhotoveno celkem šedesát vtisků a každý bod v grafu (obr. 47) odpovídá střední hodnotě vypočtené ze dvou

naměřených hodnot tvrdosti. Tvrdost substrátu byla naměřena na všech analyzovaných vzorcích, přičemž střední hodnota tvrdosti byla  $107 \pm 4$  HV 0,3. Pro oba příčné řezy se střední hodnota tvrdosti povlaku téměř shoduje. Pro příčný řez „A/B“ byla stanovena tvrdost  $328 \pm 68$  HV 0,3 a pro řez „B/C“  $328 \pm 54$  HV 0,3.



Obr. 46 Naměřená tvrdost povlaku a substrátu v příčném řezu

Tvrdost povlaku (nezávisle na orientaci vzorku L vs. T) se pohybovala v rozmezí cca od 300 HV 0,3 do 400 HV 0,3. Nejvyšší střední hodnoty tvrdosti  $355 \pm 38$  HV 0,3 byly naměřeny pro povlak v podélném řezu oblasti „C“. Druhá celkově nejvyšší střední hodnota tvrdosti povlaku  $350 \pm 43$  HV 0,3 byla zjištěna v podélném řezu oblasti „A“, a následně pro podélný řez oblasti „B“ byla zjištěna tvrdost  $349 \pm 50$  HV 0,3.



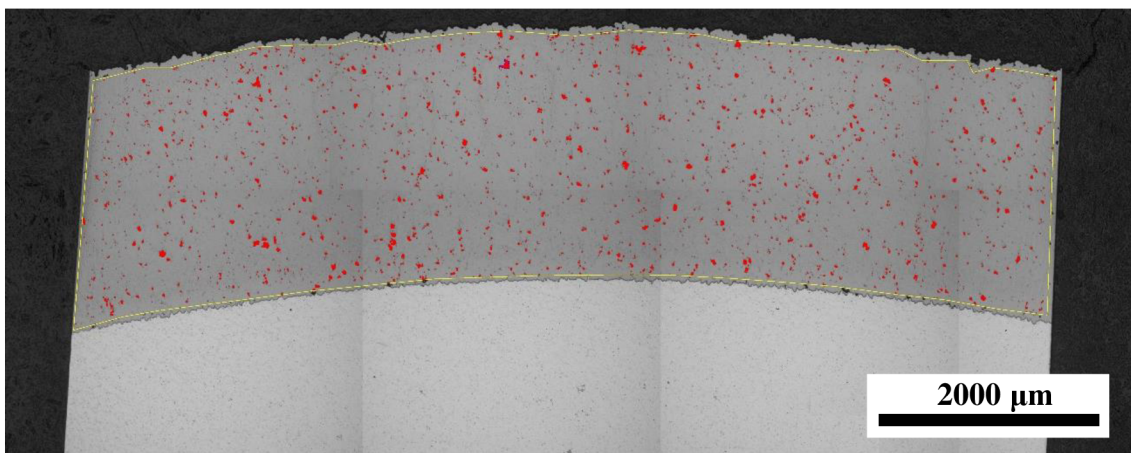
Obr. 47 Naměřená tvrdost povlaku a substrátu v podélném řezu



## 7.5 Pórovitost nástřiku na zkušebním válci

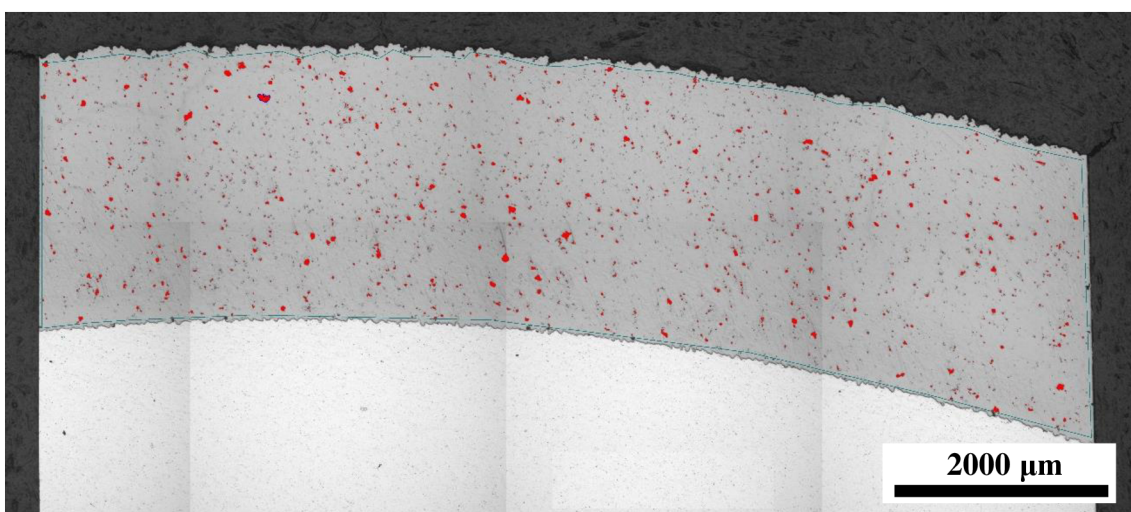
Vyhodnocování pórovitosti nástřiku bylo prováděno pomocí obrazové analýzy z přehledových snímků zhotovených z jednotlivých vzorků. Na obr. 48 je zobrazen prahovaný a vyhodnocený vzorek B/C-T9 s výslednou pórovitostí 2,1 %. Obdobným způsobem byly vyhodnocovány i ostatní vzorky. Výsledky s nejnižší průměrnou hodnotou pórovitosti byly naměřeny na vzorcích z oblasti „A“.

Pro vzorky příčného řezu A/B-T proběhlo vyhodnocení pórovitosti na ploše 106 mm<sup>2</sup> a pro B/C-T na celkové ploše 110 mm<sup>2</sup>. U podélných řezů byla analyzovaná plocha pro vzorky A-L celkem 77 mm<sup>2</sup>, u vzorků B-L celkem 116 mm<sup>2</sup> a u vzorků C-L byla zkoumaná plocha 74 mm<sup>2</sup>. Naměřené hodnoty pórovitosti jsou uvedeny pro příčné řezy na obr. 51 a pro podélné řezy na obr. 55.

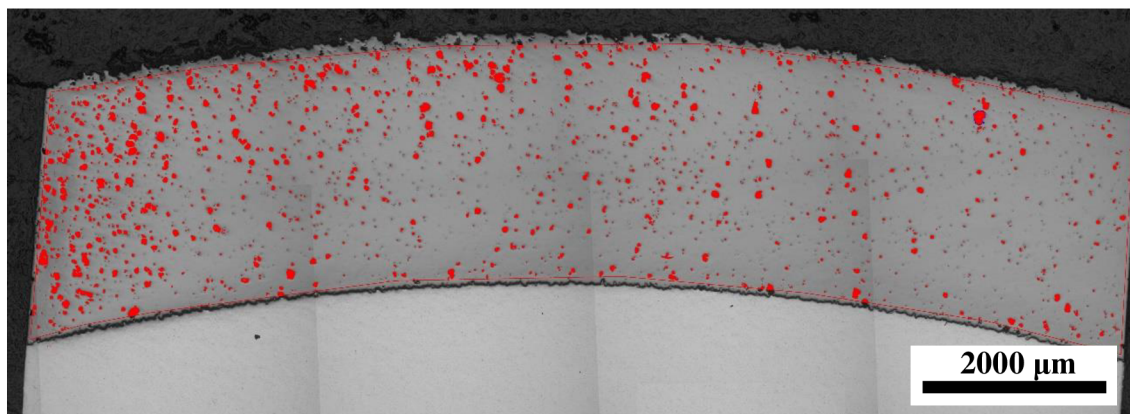


Obr. 48 Prahovaný vzorek B/C-T9 pro zjištění pórovitosti s využitím obrazové analýzy

Bylo zjištěno, že vzorek A/B-T9 vykazoval nejnižší hodnotou pórovitosti 1,2 % je zachycen na obr. 49. U vzorku A/B-T6, který je ze stejného řezu byla naopak stanovena nejvyšší hodnota pórovitosti 4,8 % – obr. 50.



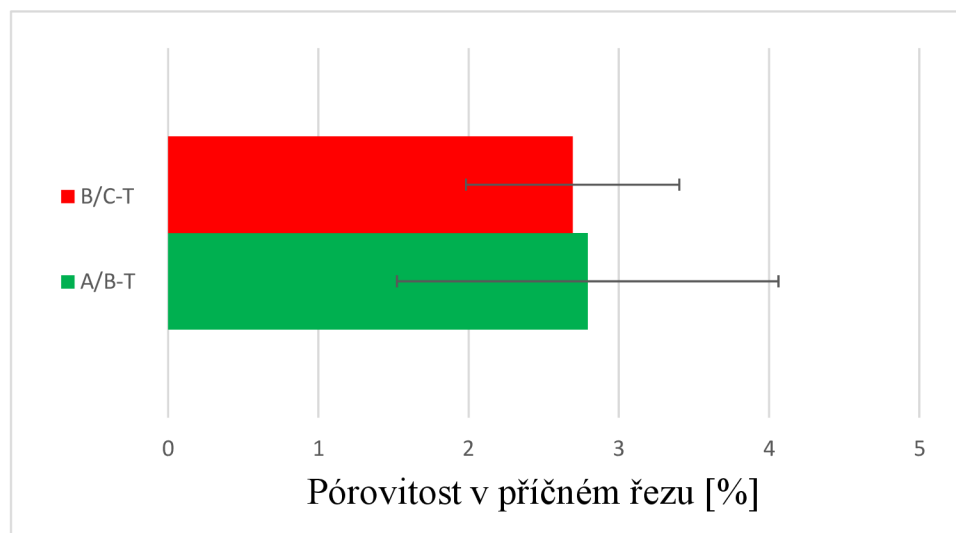
Obr. 49 Vyhodnocený vzorek A/B-T9 s naměřenou pórovitostí 1,2 %



Obr. 50 Vyhodnocený vzorek A/B-T6 s naměřenou pórovitostí 4,8 %

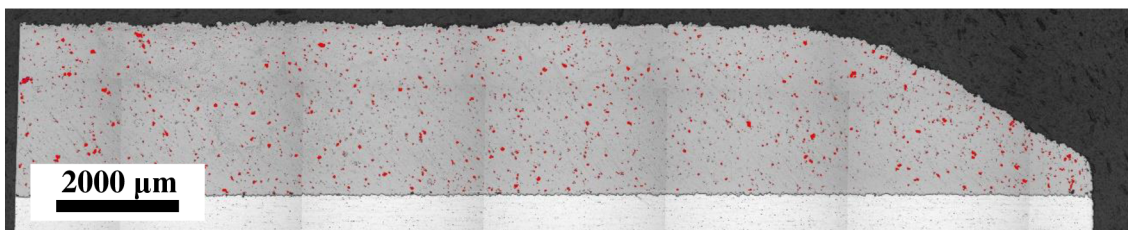
Na obr. 51 je uvedeno grafické vyjádření naměřených hodnot pórovitosti v příčných řezech. Průměrné hodnoty z měření pórovitosti v příčných řezech se pohybovaly v relativně úzkém rozmezí, pro řez A/B-T to bylo  $2,8 \pm 1,3$  % a pro řez B/C-T  $2,7 \pm 0,7$  %. Přehledové snímky podélných řezů s měřenou pórovitostí jsou zaznamenány na obr. 52 až obr. 54. Na obr. 55 je opět uvedeno grafické vyjádření naměřených hodnot pórovitosti tentokrát pro podélné řezy.

Nejvyšší úroveň pórovitosti  $3,9 \pm 0,4$  % vykazuje oblast „C“ zobrazená ve formě červeně vyznačených oblastí – obr. 54. Obrazovou analýzou bylo zjištěno, že se v této oblasti vyskytuje více než dvojnásobné množství měřitelných pórů oproti oblastem „A“ a „B“. Podstatně nižší hodnota byla zjištěna pro oblast „B“, kde průměrná hodnota pórovitosti byla  $1,8 \pm 0,2$  %. Nejnižší hodnoty pórovitosti byly naměřeny na vzorcích v podélném řezu v oblasti „A“, kdy tato oblast vykazovala pórovitost  $1,5 \pm 0,2$  %.

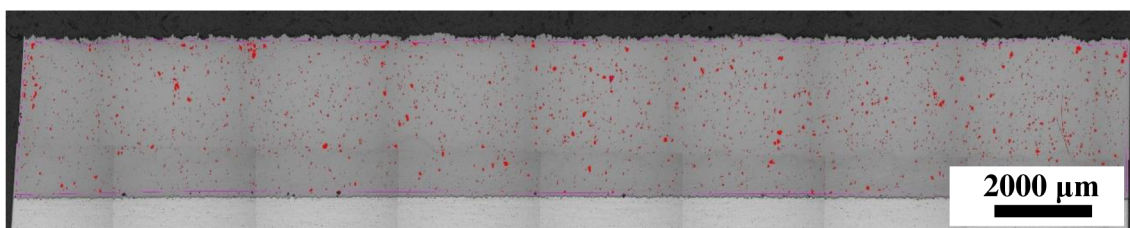


Obr. 51 Naměřené průměrné hodnoty pórovitosti z příčných řezů A/B a B/C

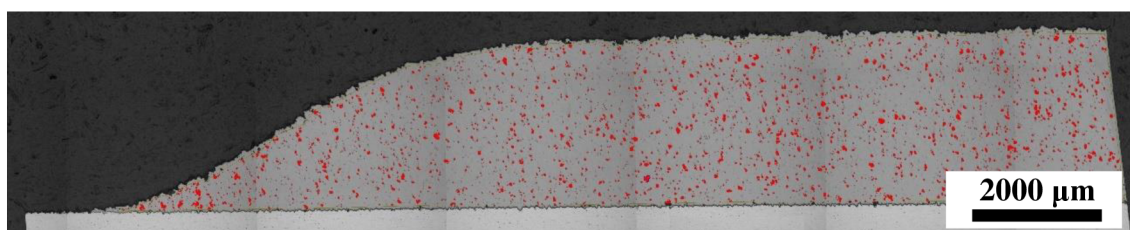




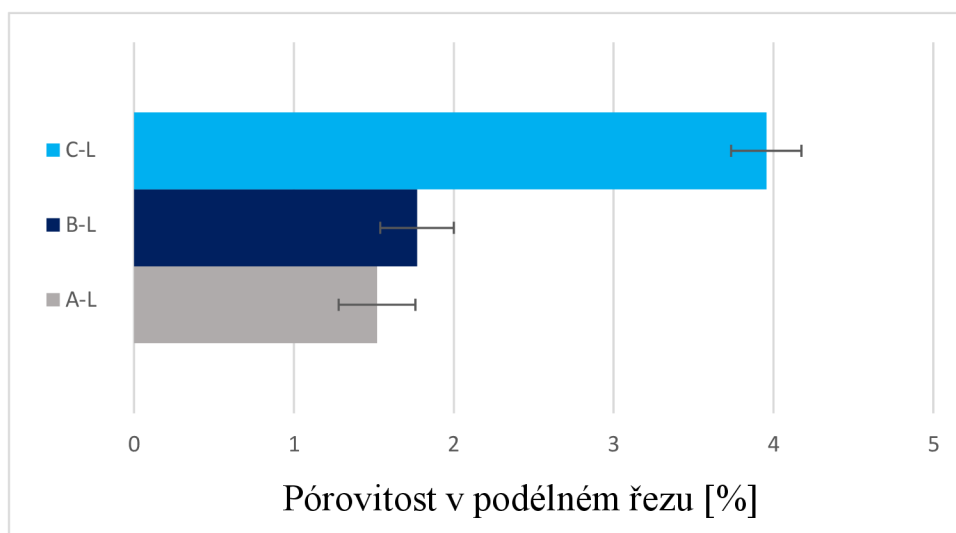
Obr. 52 Pohled na podélný řez vzorku z oblasti „A“ s vyznačenými póry



Obr. 53 Pohled na podélný řez vzorku z oblasti „B“ s vyznačenými póry



Obr. 54 Pohled na podélný řez vzorku z oblasti „C“ s vyznačenými póry

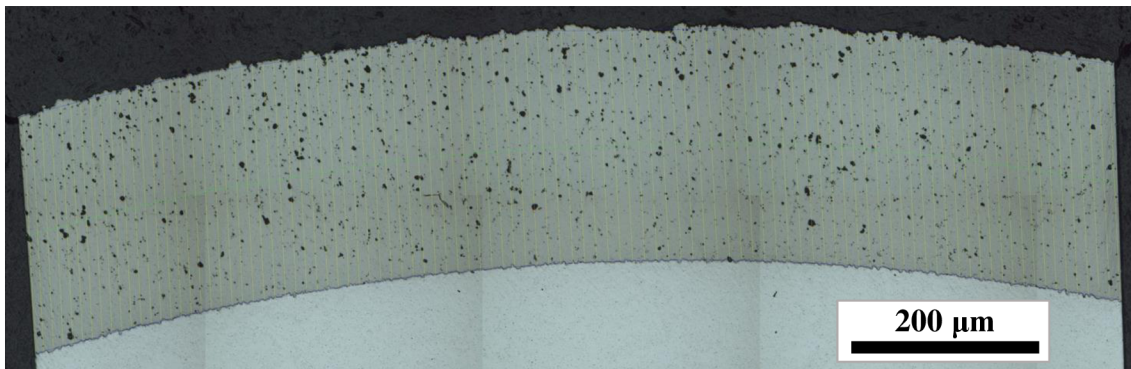


Obr. 55 Průměrné hodnoty pórovitosti v podélných řezech z oblasti „A“, „B“ a „C“

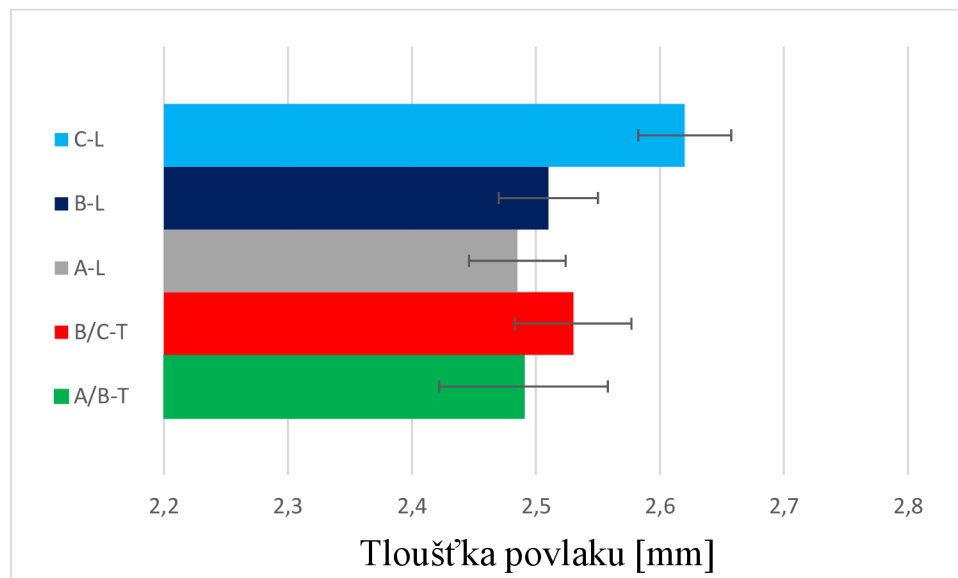
## 7.6 Měření tloušťka povlaku

Tloušťka povlaku byla měřena pomocí obrazové analýzy, jak znázorňuje obr. 56. Měření tloušťky vrstvy proběhlo ve směru od rozhraní substrát/povlak po rozhraní povlak/pryskyřice. Nerovnosti na povrchu povlaku a zakřivení v příčných řezech vyžadovalo měření na velkém množství úseků, viz linie na obr. 56. Rozteč mezi měřenými úsečkami byla přibližně 250  $\mu\text{m}$ .

Měření proběhlo celkem na dvanácti vzorcích, pro každý příčný řez byly vyhodnocovány čtyři vzorky a pro každý podélný řez byly vyhodnocovány vzorky dva. V součtu se měřená délka linií lišila v závislosti na orientaci řezu a zkoumané oblasti. Pro příčný řez „A/B“ i „B/C“ byla v součtu celková analyzovaná délka 48 mm. V případě podélných řezů byla průměrná analyzovaná délka pro oblast „A“ 24 mm, pro oblast „B“ 48 mm a pro oblast „C“ 22 mm. Výsledky z měření na jednotlivých řezech ze všech oblastí jsou uvedeny ve formě grafu na obr. 57.



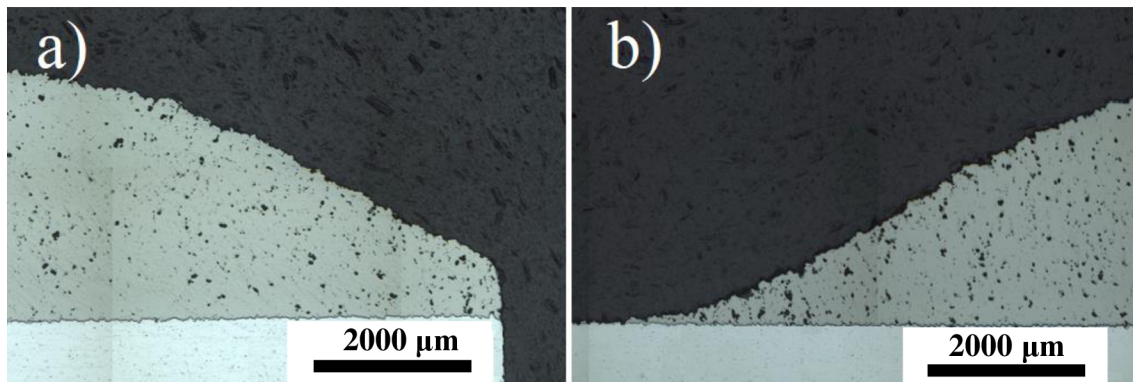
Obr. 56 Prahovaný vzorek A-L3 pro zjištění tloušťky povlaku s využitím obrazové analýzy



Obr. 57 Průměrné hodnoty tloušťky povlaku z oblastí „A“, „B“ a „C“

Na obr. 58 jsou znázorněny okraje povlaku v koncových oblastech nástřiku (pozice viz obr. 35). Jelikož tryska nedoběhla až po okraj válcového substrátu je zde výška povlaku nerovnoměrná. Nižší tloušťka povlaku může být důsledkem rozptylu proudu plynu s částicemi, který nastává po opuštění trysky. Oblasti s takto výrazným poklesem tloušťky povlaku na okrajích byly vynechány z měření, aby neovlivnily výsledky.

Na obr. 58a) pozorujeme pokles tloušťky povlaku zakončený strmým zarovnáním s čelem válce, kde docházelo k přestřihu materiálu. Na obr. 58b) přestřik nebyl možný, jelikož se zde v návaznosti na oblast „C“ vyskytovalo upnutí do univerzálního sklíčidla (válcová část o menším průměru – obr. 35). Aby se předešlo znečištění či poškození sklíčidla, byla vzdálenost od okraje ponechána větší, což umožnilo vytvoření pozvolného poklesu tloušťky povlaku.

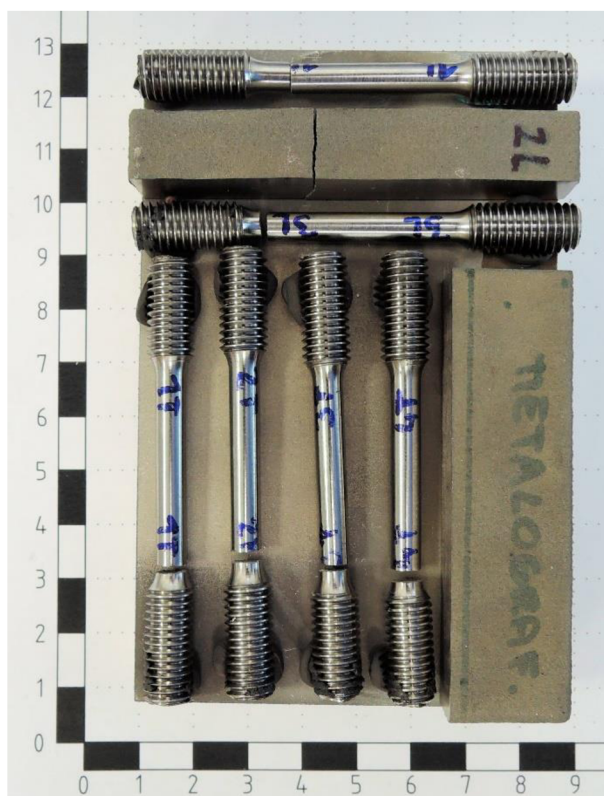


*Obr. 58 Okraj povlaku podélného řezu v a) oblasti „A“ b) oblasti „C“*

## 8 Diskuse

V experimentální části práce byla studována titanová slitina Ti-6Al-4V (Grade 23), byť komerčně nejdostupnější slitinou je Grade 5. Obě tyto slitiny se však dají označit jako Ti-6Al-4V, rozdíl je pouze v množství intersticiálních prvků. Přesnější označení slitiny Grade 23 by tedy mělo být Ti-6Al-4V ELI („Extra Low Intersticial“). Snížení obsahu intersticiálních prvků jako je dusík a kyslík zvyšuje tažnost a lomovou houževnatost. Z výše zmíněných důvodů byla pro tuto práci upřednostněna tato slitina, před častěji využívanou slitinou Grade 5.

Na základě výsledků získaných z tahové zkoušky bylo zjištěno, že pevnostní charakteristiky povlaku jsou nižší, než se udává v materiálovém listu pro konvenčně vyráběný tvářený materiál. Zkušební tělesa po provedené tahové zkoušce v oblasti jejich odběru z objemné desky jsou uvedena na obr. 59. Pevnost v tahu nástřiku vytvořeného technologií CS je přibližně poloviční ve srovnání se stejnou slitinou připravené konvenčními metodami. Pevnost povlaku je s největší pravděpodobností ovlivněna zvýšenou pórovitostí, která je po procesu CS běžná. Dále se na nižších pevnostních vlastnostech podílí neúplné spojení částic, jak bylo zjištěno při fraktografické analýze (SEM), kde byla pozorována výrazná dekoheze podél hranic nanesených částic prášku.



Obr. 59 Tahová tělesa po tahové zkoušce, přiložena do míst, z kterých byla odebrána

Naměřená hodnota pevnosti v tahu byla  $345 \pm 12$  MPa při tažnosti 0,1 %, kdy rozptyl výsledků pro podélný a příčný směr je zanedbatelný a lze definovat, že pozice zkušebního tělesa ve vztahu k pevnosti nemá na výsledné hodnoty významný vliv. Konkrétně, střední hodnota pevnosti tahu určená ze vzorků 1L a 3L byla  $345 \pm 5$  MPa (jak bylo uvedeno v popisu experimentu výše vzorek 2L se porušil při hrubovací operaci a nebyl pro další experimenty



uvažován – obr. 59), a střední hodnota pevnosti v tahu určena na vzorcích 1T až 4T byla  $344 \pm 15$  MPa.

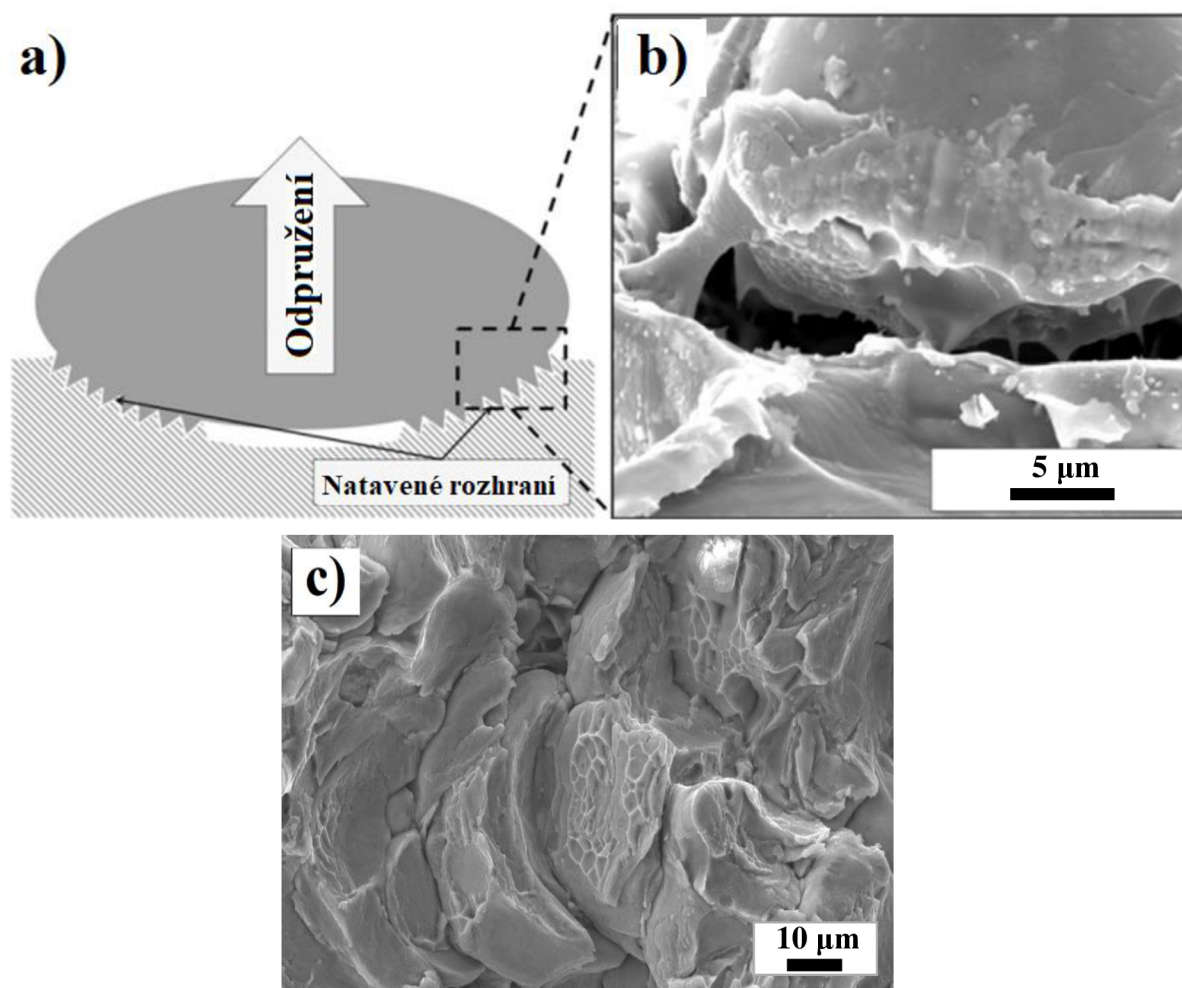
V porovnání s prací [40], kde byla zkoumána obdobná slitina Ti-6Al-4V byla mez pevnosti v tahu povlaku stanovena pouze na 20 MPa s téměř nulovým prodloužením. Použité procesní parametry plynu odpovídaly tlaku 4 MPa při teplotě 800 °C, a naměřená pórovitost byla 6,5 %. Parametry použité v této práci byly 1010 °C a 5 MPa s dosaženou pórovitostí pouze  $2,6 \pm 0,6$  %. Výrazný nárůst pevnosti v článku [40] zaznamenali až po zpracování pomocí technologie HIP („Hot Isostatic Pressing“), to probíhalo při tlaku 150 MPa a teplotě 910 °C po dobu dvou hodin. Po tomto tepelném zpracování byly hodnoty meze pevnosti několikanásobně vyšší ( $R_m = 540$  MPa), nicméně vliv na tažnost byl zanedbatelný. Vzorky po nastříkání metodou cold-spray vykazovaly i v případě této diplomové práce nízkoenergetický charakter porušení bez výrazné plastické deformace, což je typické chování studených nástřiků při tahové zkoušce [40].

Práce [33], která se zabývala změnou mechanických vlastností nástřiku ze slitiny Ti-6Al-4V po tepelném zpracování uvádí také pevnostní charakteristiky zjišťované před tepelným zpracováním, kdy tyto jsou srovnatelné s hodnotami získanými v rámci této práce. V experimentu [33] byl použit jako nosný plyn dusík a následující procesní parametry – tlak 4 MPa při teplotě 800 °C. Naměřená pórovitost byla 7 %. Autoři zmiňují široké rozpětí pevností v tahu vzorků bez tepelného zpracování, a to 10 až 80 MPa. Tyto hodnoty meze pevnosti jsou podstatně nižší než námi naměřených  $345 \pm 12$  MPa. Vyšší hodnoty autoři v [33] reportují až po tepelném zpracování, které spočívalo v žihání při 1000 °C po dobu čtyř hodin. Po tepelném zpracování dosahovala pevnost v tahu hodnoty 460 MPa. Takovéto tepelné zpracování ovšem nelze uvažovat pro povlaky u aplikací s požadavkem na minimální tepelné ovlivnění substrátu. Námi vyhodnocovaný materiál ve stavu as-sprayed vykazoval několikanásobně vyšší pevnost ve srovnání s [33] i [40], kdežto v rámci posouzení tažnosti materiálu byly hodnoty téměř srovnatelné. Tento fakt může souviset se zhruba poloviční pórovitostí zjištěnou v této diplomové práci oproti pracím [33] a [40]. V uvedených pracích byly použity procesy tepelného zpracování, které vedly k výraznému zvýšení pevnosti s téměř neměnnou pórovitostí. Z těchto poznatků lze usuzovat, že póry, jakožto defekty se budou jistě podílet i na pevnostních vlastnostech, ale zásadnějším kritériem bude působení adhezních sil mezi jednotlivými částicemi. Dalším důvodem, proč mez pevnosti byla v případě této práce podstatně vyšší, může být i odlišnost v konkrétním chemickém složení analyzovaných slitin. Je třeba opět uvést, že slitina Ti-6Al-4V ELI použitá v této práci, má snížené množství intersticiálních atomů, kdy je třeba také vzít úvahu, že intersticiální atomy se shlukují u dislokací a brání jim v pohybu, což do jisté míry může omezit míru plastické deformace za zvýšení pevnostních vlastností. Této skutečnosti se často využívá, ovšem v případě metody CS by mohly být zmíněné pochody kontraproduktivní, kdy deponované částice budou mít menší sklon k plastické deformaci během dopadu, omezí se tak tvorba kvalitně přilnavého spoje mezi částicemi a došlo by k poklesu pevnostních vlastností povlaku.

Příliš nízký tlak a teplota nemusí dostačovat z energetického hlediska (ve smyslu tvorby soudržné vrstvy) k tomu, aby došlo k vytvoření pevného spojení mezi substrátem a částicemi, ale také mezi jednotlivými částicemi ve vrstvě. Na druhou stranu, příliš vysoký tlak a teplota procesu vedou k odtržení v důsledku odrazu částic. Příklad částečného oddělení částice je znázorněn na obr. 60a). K oddělení dochází, když teplota na rozhraní přesáhne mezní teplotu.

Vznikající natavené rozhraní neodolá odpružení částice a může nastat úplné odloučení od substrátu, nebo jen k částečné dekohezi. Úspěšná kvalitní depozice nastane v případě, že na rozhraní dojde k dostatečně rychlému ochlazení, čímž se viskozita zvýší na dostatečně vysoké hodnoty a tvoří se metalurgické spojení rozhraní, jak se například uvádí v práci [22].

Na obr. 60c) lze pozorovat oblast kde došlo k dekohezi práškových částic během tahové zkoušky, při bližší analýze lze pozorovat lokálně velmi jemnou jamkovou morfologii, která naznačuje lokální tvárné porušení a je v souladu se studií [22]. Na lomových plochách se kromě lokálního tvárného porušení, objevovaly převážně oblasti nízkoenergetického lomu. Z výše zmíněných vlivů teploty a tlaku procesního plynu na kvalitu spojení částic, po prozkoumání lomové plochy vzorků lze předpokládat, že by bylo vhodné zvýšit teplotu při zachování úrovně tlaku. V rámci této práce byl práškový materiál (Ti – slitina Grade 23) úspěšně deponován na hliníkový substrát, a analýza změn mechanických vlastností povlaku v souvislosti s optimalizací procesních parametrů, je již nad rámec této práce a nebyla prováděna.



Obr. 60 Zobrazení odtržení částice v důsledku vysoké teploty nebo tlaku plynu  
a) schematické b) experimentální [22] c) vzorek 3L (tato práce)

Pórovitost je jedním z nejčastěji hodnocených parametrů u nástřiků metodou CS. Póry v povlaku znamenají necelistvé rozhraní mezi částicemi, což ovlivní řadu mechanických a dalších fyzikálních vlastností. V řadě studií bylo prokázáno, že póry a dutiny mohou nepříznivě

ovlivňovat míru koroze, zejména míru koroze za zvýšené teploty. Nižší porozita tedy znamená také zvýšenou odolnost v korozním prostředí. Mezi další úskalí spojená se zvýšenou pórovitostí se řadí nižší pevnost, únavové vlastnosti, tepelná vodivost a tvrdost. U poréznych povlaků je obvykle pozorována menší deformace částic. Z toho plyne, že částice v povlaku s nízkou porozitou prošly významnou plastickou deformací, která je spojená se sníženým vznikem pórů. Plastická deformace navíc umožní zvýšení množství dislokací, kdy dochází k deformačnímu zpevnění částic. Pro titanové slitiny nanášené metodou CS obecně platí, že je u nich výrazné zhuštění spodních vrstev, a naopak častý výskyt otevřených pórů na povrchu. Tento jev lze omezit použitím helia místo dusíku, coby procesního plynu, kdy helium umožní větší urychlení částic v trysce a zvýší se tak i dopadová rychlost.

V rámci experimentální části této práce byla procentuální hodnota pórovitosti lokálně velice proměnlivá, nicméně v průměru byla pórovitost na úrovni  $2,6 \pm 0,6 \%$ . V práci [41] kde proběhlo zkoumání obdobné slitiny (Grade 5), byla zjištěna porozita  $7,5 \pm 1,5 \%$ , což může souviset s rozdílnými procesními parametry užitými při tvorbě nástřiku (tlak nosného plynu 4 MPa a teplota 800 °C). Zvýšením teploty na 1100 °C, při tlaku 4 MPa došlo k poklesu pórovitosti v povlaku na hodnotu  $3,8 \pm 0,4 \%$ . Zvýšení teploty o celých 300 °C pravděpodobně umožnilo větší deformaci částic, které tak vyplnily místa potenciálních pórů. V této diplomové práci byla sice použita nižší teplota 1010 °C, ale byl použit vyšší tlak plynu (5 MPa), kdy na základě dosažené průměrné pórovitosti  $2,6 \pm 0,6 \%$  lze předpokládat, že zvýšení tlaku plynu, a tedy větší urychlení částic mělo kladný vliv na pórovitost povlaku. Je tedy nutné zmínit, že právě vhodná kombinace procesních parametrů, bude mít vliv na výslednou kvalitu povlaku.

Podobného tlaku plynu jako v našem experimentu, bylo použito i v práci [42], kde konkrétní hodnota tlak plynu byla 4,8 MPa, při teplotě 1100 °C. Materiálem nanášeného povlaku byla Ti-slitina (Grade 5), nanášená na substrát ze stejné slitiny. Autoři se věnovali vlivu tloušťky povlaku na výslednou pórovitost povlaku. Předpokládá se totiž, že pórovitost v blízkém okolí rozhraní je nižší v důsledku větší deformace způsobené nově dopadajícími částicemi. Z výsledků uvedených v [42] vyplývá, že v povlaku o tloušťce 3 mm byl rozdíl v naměřené pórovitosti oblasti u rozhraní o 0,3 % nižší než ve svrchní oblasti povlaku. Zjištěná průměrná hodnota pórovitosti byla  $2,8 \pm 0,2 \%$ , jde tedy o úroveň pórovitosti srovnatelnou s touto prací ( $2,6 \pm 0,6 \%$ ). To dokazuje, že nanášení povlaků metodou CS je opakovaně proveditelné s udržitelnou kvalitou a přesností, i přes skutečnost, že částice dopadají na povrch nahodile.

Z měření tvrdosti povlaku při nízkém zatížení je patrný výrazný rozptyl hodnot, kdy tyto se pohybovaly v rozmezí 300 až 400 HV 0,3, přičemž průměrná hodnota tvrdosti byla  $347 \pm 51$  HV 0,3. Takto velké změny v hodnotách tvrdosti mohou být způsobeny podpovrchovými póry, kdy přítomné dutiny mohly ovlivnit výsledky konkrétních měření. S ohledem na skutečnost, že měření tvrdosti bylo provedeno v početném množství, lze získané výsledky, zejména střední hodnotu tvrdosti považovat za relevantní. Vyhodnocení zkoušky tvrdosti dle Vickerse při nízkém zatížení HV 0,3 na podélných a příčných řezech neprokázal výraznou změnu tvrdosti v závislosti na orientaci řezu. Práce [38], kde byla zkoumán také povlak připravený z Ti-slitiny (Grade 23) s tlakem plynu 4,5 MPa a teplotou plynu 1100 °C, reportuje srovnatelné výsledky tvrdosti, a potvrzuje tak naše zjištění. Obdobných hodnot tvrdosti (370 HV 0,3) pak bylo dosaženo pro povlak z Ti-slitiny (Grade 5) také v práci [42].

V práci [37] bylo poukázáno na to, že pískování substrátu z hliníkové slitiny (při nanášení tvrdšího materiálu metodou CS) nemá výrazný vliv na zvýšení přilnavosti povlaku. Tomu odpovídají i zjištění této práce, kde bylo zjištěno, že pískování substrátu (Al-slitina) nezpůsobilo výrazné změny měřených mechanických vlastností povlaku (HV 0,3).

Průměrná tloušťka naneseného v rámci této diplomové práce byla  $2,52 \pm 0,06$  mm. Rozdíly mezi maximem a minimem se pohybovaly v desetinách milimetru, což lze vysvětlit tím, že v průběhu nanášení dochází k nahodilému dopadu částic prášku na povrch, kdy dojde buď k depozici, nebo odrazu částic. Pro získání rovinného povrchu lze pak nanést přídavky, které budou obrobena a dosáhne se tak žádaného funkčního povrchu.



## 9 Závěr

V rámci diplomové práce byly zkoumány lokální mechanické a mikrostrukturní charakteristiky titanové slitiny Grade 23. Zkušební vzorky byly vyrobeny technologií CS (Cold-Spray). Substrátem byla hliníková slitina EN AW-2618 s pískovaným a soustruženým povrchem. Pozornost byla zaměřena zejména na kvalitu a vlastnosti materiálového rozhraní. Z výsledků získaných během experimentu lze vyvodit tyto závěry:

- U naneseného povlaku byla zjištěna pórovitost  $2,6 \pm 0,6 \%$ .
- Hodnota tvrdosti povlaku naneseného na substrátu o tvrdosti  $107 \pm 4 \text{ HV } 0,3$ , byla  $347 \pm 51 \text{ HV } 0,3$ .
- Výsledky mechanických testů neprokázaly výrazný rozdíl mezi hodnotami určenými pro příčný a podélný řez.
- Pevnost v tahu povlaku vytvořeného z Ti-slitiny Grade 23 pomocí metody CS byla  $345 \pm 12 \text{ MPa}$ .
- Tloušťka naneseného povlaku není rovnoměrná a v jednotlivých oblastech se liší. Průměrně hodnota tloušťky povlaku byla  $2,52 \pm 0,06 \text{ mm}$ .
- Měřené hodnoty tvrdosti a tloušťky vrstvy na povlaku a jeho rozhraní se substrátem, nebyly výrazně ovlivněny povrchovou úpravou substrátu pískováním.

## Použitá literatura

- [1] BRENNER, O. *Engineering* [online]. Praha: MEDIA/ST, 2015 [cit. 2022-04-20]. Dostupné z: <https://www.engineering.sk/clanky2/povrchove-upravy>
- [2] CAVALIERE, P. *Cold-Spray Coatings: Recent Trends and Future Perspectives* [online]. Lecce, Italy: Springer International Publishing, 2018 [cit. 2021-11-16]. ISBN 978-3-319-67183-3.
- [3] RAOELISON, R.N., Ch. VERDY a H. LIAO. Cold gas dynamic spray additive manufacturing today: Deposit possibilities, technological solutions and viable applications. *Materials & Design* [online]. 2017, 266-287 [cit. 2022-05-13]. ISSN 0264-1275. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.07.067](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.07.067)
- [4] HOMOLA, J. Aditivní výroba. <https://www.3d-tisk.cz> [online]. 2013, [cit. 2021-02-21]. Dostupné z: <https://www.3d-tisk.cz/aditivni-vyroba/>
- [5] All about 3D printing [online], 2019 [cit. 2021-02-21]. Dostupné z: <http://allabout3dprinting.com/types-of-3d-printing/>
- [6] PETCH, M. 3D Printing Industry. *3D Printing Industry* [online]. 2017 [cit. 2021-02-22]. Dostupné z: <https://3dprintingindustry.com/>
- [8] CHAMPAGNE, V. K. The Cold Spray Materials Deposition Process: Fundamentals and Applications. Cambridge (Massachusetts): *Woodhead Publishing*, 2007. ISBN 978-1-84569-181-3.
- [7] BANDYOPADHYAY, A. and B. HEER. Additive manufacturing of multi-material structures [online]. 2018, 2018, 1-16 [cit. 2021-02-23]. ISSN 0927-796X. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.mser.2018.04.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2018.04.001)
- [9] WONG, KAUFUI V. a A. HERNANDEZ. A Review of Additive Manufacturing. DOI: 10.5402/2012/208760. ISBN 2090-5130. Dostupné také z: <https://www.hindawi.com/archive/2012/208760/>
- [10] NELLI, F. Rapid Prototyping. [online]. [cit. 2021-02-23]. Dostupné z: <http://www.meccanismocomplesso.org/en/rapid-prototyping/>
- [11] OLAKANMI, R. F. COCHRANE and K. W. DALGARNO. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. *Progress in Materials Science* [online]. 2015, 74, 401–477 [cit. 2021-02-23]. Dostupné z: [doi: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002). ISSN 00796425.
- [12] ASTM. ASTM International [online]. West Conshohocken, PA 19428-2959, USA: ASTM, 1996–2021 [cit. 2021-02-24]. Dostupné z: <https://sn.astm.org/?q=features/5-most-important-standards-additive-manufacturing-.html>
- [13] ASTM F2792 – 12A. *Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies*. West Conshohocken, USA: ASTM International, 2012.
- [14] POPESCU, D., A. ZAPCIU, C. AMZA, F. BACIU a R. MARINESCU. FDM process parameters influence over the mechanical properties of polymer specimens. *Polymer Testing* [online]. 2018, (69), Pages 157-166 [cit. 2021-02-24]. ISSN 0142-9418. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.05.020](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.05.020)

- [15] 3DEO [online]. 24225 Garnier St. Torrance, CA 90505, 2020 [cit. 2021-02-24]. Dostupné z: <https://www.3deo.co/>
- [16] AMBROSI, A. and M. PUMERA. 3D-printing technologies for electrochemical applications. *Chemical Society Reviews* [online]. 2016, **10**(45), 8-16 [cit. 2021-03-01]. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1039/C5CS00714C>
- [17] *Rapid prototyping services canada* [online]. Vaughan, Ontario L4H 4G3, Canada [cit. 2021-03-01]. Dostupné z: <http://rapidprototypingservicescanada.com/selective-laser-sintering-sls.php>
- [18] XIA, M. and J. SANJAYAN. Method of formulating geopolymer for 3D printing for construction applications. *Materials & Design* [online]. 2016, 382-390 [cit. 2021-03-02]. ISSN 0264-1275. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.136>
- [19] VILLAFUERTE, J. SUPERSONIC SPRAY. *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications* [online]. Switzerland: Springer International Publishing, 2015 [cit. 2021-11-19]. ISBN 978-3-319-16772-5. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-16772-5
- [20] SCHMIDT T., H. ASSADI, F. GÄRTNER, H. RICHTER, T. STOLTENHOFF, H. KREYE a T. KLASSEN. From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. Boston: Springer US, 2009, 18(5), 794-808 [cit. 2021-9-28]. DOI: 10.1007/s11666-009-9357-7. ISSN 1059-9630.
- [21] WERNER K. [online]. D [cit. 2021-9-28]. Dostupné z: <https://werner.dfki.de/>
- [22] ASSADI, H., F. STOLTENHOFF a H. KREYE. Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia* [online]. 2003, **51**(15), 4379-4394 [cit. 2022-04-20]. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-6454(03)00274-X
- [23] MAEV, R. G., and V. LESHCHYNSKY. *Cold Gas Dynamic Spray*. CRC Press, Boca Raton, 2016, 334 s. ISBN 978-1-138-41143-2
- [24] BINDER, K., GOTTSCHALK, J., KOLLEND, M. *et al.* Influence of Impact Angle and Gas Temperature on Mechanical Properties of Titanium Cold Spray Deposits. *J Therm Spray Tech* **20**, 234–242 (2011). <https://doi.org/10.1007/s11666-010-9557-1>
- [25] SOER, W.A., K.E. AIFANTIS a J.Th.M DE HOSSON. Incipient plasticity during nanoindentation at grain boundaries in body-centered cubic metals. *Acta Materialia* [online]. 2005, **53**(17), 4665-4676 [cit. 2022-03-01]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.07.001>
- [26] SINGH, H., SIDHU, T.S., KALSI, S.B.S. *et al.* Development of cold spray from innovation to emerging future coating technology. *J Braz. Soc. Mech. Sci. Eng.* **35**, 231–245 (2013). <https://doi.org/10.1007/s40430-013-0030-1>
- [27] ZIYU, W., C. SHUN, J. KAI, W. XINGXING a Ch. WENLIANG. In-flight aggregation and deposition behaviour of particles in low pressure cold spray. *Surface and Coatings Technology*. **2021**(Volume 409). ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126875>
- [28] KAY, C. M and J. KARTHIYAN. *High Pressure Cold Spray*. ASM International, *Materials Park*, 2016. S. ISBN 978-1-62708-096-5

- [29] ZAHIRI, S. H., Ch. I. ANTONIO a M. JAHEDI. Elimination of porosity in directly fabricated titanium via cold gas dynamic spraying. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2009, **209**(2), 922-929 [cit. 2022-03-01]. ISSN 0924-0136. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.03.005>
- [30] MARROCCO, T., McCARTNEY, D.G. SHIPWAY, P.H. et al. Production of titanium deposits by cold-gas dynamic spray: Numerical modeling and experimental characterization. *J Therm Spray Tech* **15**, 263–272 (2006). <https://doi.org/10.1361/105996306X108219>
- [31] CINCA, N., M. BARBOSA. S. DOSTA, J.M. GUILMANY (2010). Study of Ti deposition onto Al alloy by cold gas spraying. *Surface and Coatings Technology – SURF COAT TECH.* **205**. 1096-1102. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.03.061>.
- [32] GOLDBAUM, D., J. AJAJA, R. R. WONG a S. YUE. Mechanical behavior of Ti cold spray coatings determined by a multi-scale indentation method. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2011(530), 253–265 [cit. 2022-04-13]. Dostupné z: doi: [10.1016/j.msea.2011.09.083](https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.09.083)
- [33] VO, P. a E. IRISSOU. Mechanical and Microstructural Characterization of Cold-Sprayed Ti-6Al-4V After Heat Treatment. *J Therm Spray Tech* [online]. 2013, **22**, 954–964 [cit. 2022-04-27]. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1007/s11666-013-9945-4>
- [34] ARABGOL Z., M. VILLA VIDALLER, H. ASSADI, F. GARTNER a T. KLASSEN, Influence of thermal properties and temperature of substrate on the quality of cold-sprayed deposits. *Acta Materialia* [online]. 2017, **127**, 287-301 [cit. 2021-9-28]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.01.040>
- [35] YIN, S., X. YAN, Ch. CHEN, R. JENKINS, M. LIU and R. LUPOI. Hybrid additive manufacturing of Al-Ti6Al4V functionally graded materials with selective laser melting and cold spraying. *Journal of Material Processing Technology*, **255** (2018), 650-655
- [36] MELENTIEV, R., N. YU a G. LUBINEAU. Polymer metallization via cold spray additive manufacturing: A review of process control, coating qualities, and prospective applications, *Additive Manufacturing* [online]. 2021, 2021, (Volume 48 Part B) [cit. 2022-01-06]. ISSN 2214-8604. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102459>
- [37] MAESTRACCI, R., A. SOVA, M. JEANDIN, J-M. MALHAIRE, I. MOVCHAN, Ph. BERTRAND a I. SMUROV. Deposition of composite coatings by cold spray using stainless steel 316L, copper and Tribaloy T-700 powder mixtures, *Surface and Coatings Technology* [online]. 2016, Pages 1-8 [cit. 2022-01-06]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.12.065>
- [38] WEN, S., I. MARINESCU, N-W. KHUN, Z. DONG, E. LIU a A. W.-Y. TAN. Potential of cold spray as additive manufacturing for Ti6Al4V. *Proceedings of the 2nd International Conference on Progress in Additive Manufacturing* [online]. Singapore, 2016, 403-408 [cit. 2022-01-07]. ISSN 2424-8967. Dostupné z: doi: [10.3850/2424-8967\\_V02-155](https://doi.org/10.3850/2424-8967_V02-155)
- [39] *Smithmetal* [online]. London: SMITHS, 2020 [cit. 2022-05-21]. Dostupné z: <https://www.smithmetal.com/pdf/aluminium/2xxx/2618a.pdf>

- [40] PETROVSKIY, P., M. KHOMUTOV a V. CHEVERIKIN. Influence of hot isostatic pressing on the properties of 316L stainless steel, Al-Mg-Sc-Zr alloy, titanium and Ti6Al4V cold spray deposits. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, [cit. 2022-04-27]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.12673>
- [41] TORTUERO, S., M.A. GARRIDO, P. POZA a J. RODRIGUEZ. Evaluating the erosion resistance of Ti6Al4V coatings deposited by cold spray. *Wear* [online]. 2020, 454–455 [cit. 2022-04-17]. ISSN 0043-1648. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203337>
- [42] TAN, A.W-Y., W. SUN, A. BHOWMIK, J.Y. LEK, I. MARINESCU a F. LI. Effect of coating thickness on microstructure, mechanical properties and fracture behaviour of cold sprayed Ti6Al4V coatings on Ti6Al4V substrates. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018(349), 303-317 [cit. 2022-04-21]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.05.060>

# Přílohy

Příloha 1:

