



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

CYKlická PLASTICITA A NÍZKOCYKLOVÁ ÚNAVOVÁ ODOLNOST MATERIÁLŮ PŘIPRAVENÝCH METODOU COLD SPRAY

CYCLIC PLASTICITY AND LOW-CYCLE FATIGUE RESISTANCE OF MATERIALS PREPARED BY THE
COLDSPRAY METHOD

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Jaromír Brůža

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Josef Zapletal, Ph.D.

BRNO 2023

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	Bc. Jaromír Brůža
Studijní program:	Materiálové inženýrství
Studijní obor:	bez specializace
Vedoucí práce:	Ing. Josef Zapletal, Ph.D.
Akademický rok:	2022/23

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:

Cyklická plasticita a nízkocyklová únavová odolnost materiálů připravených metodou Cold Spray

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Práce se bude v rešerši zabývat stručným popisem metody přípravy homogenních materiálů, následně bude systematicky popsán proces únavy materiálů s přihlédnutím k nízkocyklové únavové oblasti. Rešerši bude uzavírat studium aktuálních literárních pramenů s definováním současných poznatků v daném tématu se zaměřením na konstrukční slitiny kovů. Experimentální část bude zaměřena na studium materiálů neželezných kovů připravených v rámci projektu ARMADIT.

Cíle diplomové práce:

1. Úvod do historie a rozdělení a popis metod Additive Manufacturing (AM).
2. Rešerše technologie Cold Spray z hlediska přípravy objemových materiálů a povrchových vrstev.
3. Popis principů únavy kovových materiálů se zacílením na rešerši cyklické odezvy konstrukčních materiálů připravených metodami AM.
4. Statické a cyklické testování materiálů vyrobených metodami AM. Metalografická a fraktografická analýza pomocí SEM.

Seznam doporučené literatury:

LI, W., K. YANG, S. YIN, X. YANG, Y. XU and R. LUPOLI. Solid-state additive manufacturing and repairing by cold spraying: A review. Journal of Materials Science & Technology [online]. 2018, 34(3), 440-457 [cit. 2021-10-29]. ISSN 10050302. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmst.2017.09.015

RAOELISON, R. N., Y. XIE, T. SAPANATHAN, M. P. PLANCHE, R. KROMER, S. COSTIL and C. LANGLADE. Cold gas dynamic spray technology: A comprehensive review of processing conditions for various technological developments till to date. Additive Manufacturing [online]. 2018, 19, 134-159 [cit. 2021-10-29]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2017.07.001

WHITE, B. C., W. A. STORY, L. N. BREWER and J. B. JORDON. Fatigue behavior of freestanding AA2024 and AA7075 cold spray deposits. International Journal of Fatigue [online]. 2018, 112, 355-360 [cit. 2021-10-29]. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.03.007

ZIEMIAN, C. W., M. M. SHARMA, B. D. BOUFFARD, T. NISSLEY and T. J. EDEN. Effect of substrate surface roughening and cold spray coating on the fatigue life of AA2024 specimens. Materials & Design (1980-2015) [online]. 2014, 54, 212-221 [cit. 2021-10-29]. ISSN 02613069. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2013.08.061

GHELICHI, R., D. MACDONALD, S. BAGHERIFARD, H. JAHED, M. GUAGLIANO and B. JODOIN. Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052. Acta Materialia [online]. 2012, 60(19), 6555-6561 [cit. 2021-10-29]. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2012.08.020

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2022/23

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Diplomová práce se v teoretické části zaměřuje na technologii Cold spray a parametry ovlivňující účinnost a kvalitu depozice. Dále je zde úvod do procesu únavy materiálů. Teorie je zakončena shrnutím současných poznatků týkajících se materiálů vytvořených Cold spray technologií v oblasti únavy.

V praktické části byla vytvořena objemová tělesa z materiálu EN AW7075. Z těles byly elektrojiskrově vyřezány vzorky pro tahové a únavové zkoušky. Z materiálu a prášku byly vytvořeny metalografické výbrusy pro určení porozity pomocí Archimedova zákona, tvrdosti dle Vickerse a vyhodnocení EDS a EBSD analýzy. Z tahových zkoušek byly zjištěny základní mechanické vlastnosti a z únavových zkoušek byly stanoveny Wöhler-Basquinovy parametry spolu s křivkou životnosti. Následně došlo k fraktografické analýze lomových ploch pomocí SEM.

Klíčová slova

Aditivní výroba, aditivní technologie, AM, Cold Spray, CS, Únava, Nízkocyklová únava, Hliníkové slitiny, EN AW7075, EDS, EBSD, Porozita, Mechanické vlastnosti, Tvrdost, Mez pevnosti, Wöhler-Basquinovy parametry, únavová životnost, fraktografie

Abstract

In the theoretical part, the diploma thesis focuses on Cold spray technology and parameters affecting the efficiency and quality of deposition. Next, there is an introduction to the fatigue process of materials. The theory is concluded with a summary of the current knowledge regarding materials created by Cold spray technology in the field of fatigue.

In the practical part, volumetric bodies were created from the material EN AW7075. Specimens for tensile and fatigue tests were cut from the bodies by electrosparking. From the material and powder, metallographic cuttings were created for the determination of porosity using Archimedes' principle, hardness according to Vickers and evaluation of EDS and EBSD analysis. The basic mechanical properties were determined from the tensile tests and the Wöhler-Basquin parameters were determined from the fatigue tests along with the life curve. Subsequently, a fractographic analysis of fracture surfaces using SEM took place.

Key words

Additive manufacturing, additive technology, AM, Cold Spray, CS, Fatigue, Low cycle fatigue, Aluminum alloys, EN AW7075, EDS, EBSD, Porosity, Mechanical properties, Hardness, Ultimate strength, Wöhler-Basquin parameters, fatigue life, fractography

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE PRÁCE

Citace elektronického zdroje:

BRŮŽA, Jaromír. Cyklická plasticita a nízkocyklová únavová odolnost materiálů připravených metodou ColdSpray [online]. Brno, 2023 [cit. 2022-12-08]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/145599>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Josef Zapletal.

Prohlášení autora o původnosti

Prohlašuji, že diplomovou práci jsem vypracoval samostatně, pod odborným vedením Ing. Josefa Zapletala, Ph.D. Současně prohlašuji, že všechny zdroje obrazových a textových informací, ze kterých jsem čerpal, jsou řádně citovány a v seznamu použitých zdrojů.

.....
podpis autora
Jaromír Brůža

Poděkování: Nejprve bych chtěl poděkovat svým rodičům a přátelům za důvěru a podporu po dobu mého studia. Dále bych chtěl poděkovat svému vedoucímu práce Josefu Zapletalovi za neuvěřitelnou trpělivost, ochotě a cenným radám při tvorbě diplomové práce. Také bych chtěl poděkovat Ing. Jakubovi Judasovi za poskytnuté materiály a ochotu prodiskutovat výsledky. Také bych chtěl poděkovat pracovníkům AV ČR za pomoc především Ing. Jiřímu Manovi Ph.D a Ing. Jakubovi Poloprudskému za zaškolení na mnoha strojích včetně SEM, které byli nedílnou součástí této práce. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat Ing. Lukáši Řehořkovi, Ph.D. a Ing. Marku Doubravovi za ovládání stroje Cold Spray a tvorbu vzorků.

Obsah

1	Úvod	6
2	Literární rešerše	7
2.1	Cold Spray.....	7
2.1.1	Mechanismus	7
2.1.2	Parametry ovlivňující CS.....	7
2.1.3	Rozdělení	21
2.1.4	Struktura.....	23
2.1.5	Materiály	24
2.2	Únava materiálu	29
2.2.1	Rozdělení stádií.....	29
2.2.2	Únavová životnost	37
2.2.3	Hlavní faktory ovlivňující životnost	42
2.3	Únavové chování materiálů připravených metodou CS.....	44
2.3.1	Vliv výběru materiálu	44
2.3.2	Vliv úpravy povrchu	45
2.3.3	Vliv tepelného zpracování	48
2.3.4	Křivky životnosti	52
2.3.5	Fraktografie.....	53
3	Praktická část	57
3.1	Materiál	57
3.2	Příprava experimentu	61
4	Výsledky	65
4.1	Metalografie	65
4.2	Tahová zkouška.....	68
4.3	Tvrdost	68
4.4	Únavové vlastnosti	69
4.5	Fraktografie	74
5	Diskuze výsledků	80
6	Závěry	83
	Použitá literatura	84

1 Úvod

Na rozdíl od konvenčních výrobních metod aditivní technologie jsou založené na inkrementálních přídavcích materiálu. Jedná se o nanášení jednotlivých vrstev prášku či drátu do tvarů blížících se finálnímu výrobku, běžně pomocí natavení laserem, plazmatem, elektronovým paprskem nebo elektrickým obloukem. Pomocí natavení materiálu je možné vytvářet komplexní komponenty z titanových, železných a niklových slitin. Avšak problematická byla tvorba neferitických slitin (vysokopevných hliníkových, měděných, hořčíkových atd.). [1.2]

Jedna z podskupin aditivních metod jsou metody SSW (solid-state welding). Jedná se o způsob, kde dochází ke spojení ploch pouze pomocí tlaku popř. tlakem za zvýšených teplot, které nepřevyšují teplotu tavení. Patří mezi ně třecí, ultrazvukové, difuzní svařování a Cold spray. Z těchto metod je nejrozšířenější právě Cold spray vzhledem k možnosti vytvářet komplexní součásti o tloušťce stěn v rámci desítek milimetrů nebo opravit poškozené součásti bez narušení jejich krystalické struktury. [1.2]

V posledních letech je upřednostňovaný trend v Cold Spray procesu, zvyšovat rychlost pevných částic, a co nejvíce snížit jejich teplotu. Zvyšování rychlostí je za účelem zvýšení kinetické energie částic a tím i zlepšení vlastností povlaku. Avšak snížení jejich teploty je preferované vzhledem k finálním tepelným pnutím a množství kyslíku přítomném v povlaku. Je však velmi obtížné vytvářet povlaky z vysokopevných materiálů s velmi nízkou plasticitou. [1.2]

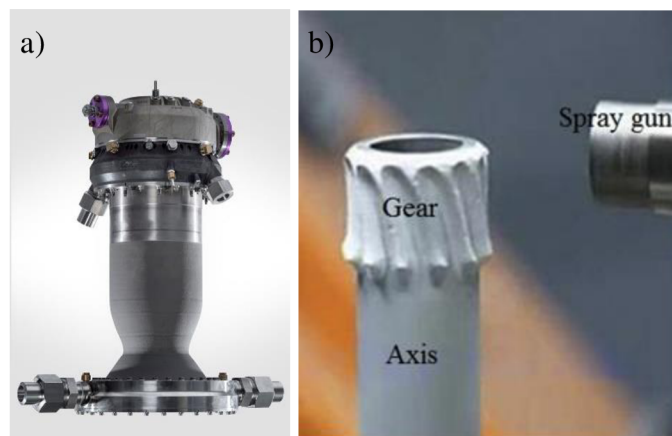
Výzkum Cold Spray metody, v posledních letech, se dá rozdělit do 3 kategorií:

Povlaky: tvořené jedním (obr. 1a) nebo kombinací dvou a více prášků (kompozity)

Objemové materiály: tvorba celých součástí (obr. 1b)

Opravování součástí: poškozená část součásti je odstraněna a nahrazena CS deposicí

V dnešní době se výzkum ubírá směrem tvorby slitinových povlaků, polymerních povlaků, keramických povlaků, kompozitních povlaků, jejich možné úpravy jako tepelné (např. žíhání) nebo mechanické (např. kuličkování) a jejich vliv na vlastnosti nástřiku.



Obr. 1 Raketový motor vytvořený pomocí AM, povlak na povrchu byl vytvořen pomocí CS (a) [54], ozubené kolo vytvořené metodou Cold spray (b) [58]

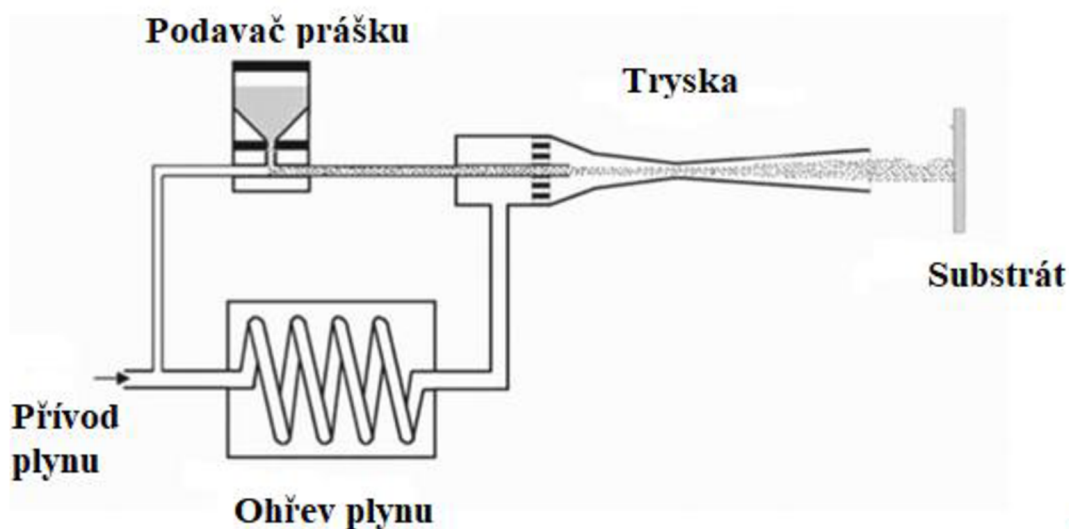
2 Literární rešerše

2.1 Cold Spray

V této kapitole bude probrán princip metody Cold spray, parametry ovlivňující finální jakost depozice, rozdělení a materiály deponované touto metodou.

2.1.1 Mechanismus

Díky využívání vysoce stlačeného lehce nahřátého plynu se kovové částice nemohou roztavit teplotou a tedy využijí valné množství své energie (zde pochopitelně převážně kinetické) k deformaci sebe a substrátu, na který jsou nanášeny. Plyn samotný se při svém ohřevu dostane na teploty 400 až 1100 °C, avšak při kontaktu ohřátého plynu s plynem, který vede prášek a putováním tryskou se jeho teplota vyrovná na zhruba polovinu teploty ohřevu. Tlak plynu je obvykle 10 až 60 bar. Nezbývá zde již tedy mnoho energie na ohřátí prášku na podstatné teploty, aby mohlo dojít například k objemové překrytalizaci složité mikrostruktury substrátu, vlivem čehož by mohlo dojít ke zkřehnutí materiálu tvorbou nežádoucích fází či struktury samotné, jako je tomu například u sváření, či ostatních typů termálních sprejování.

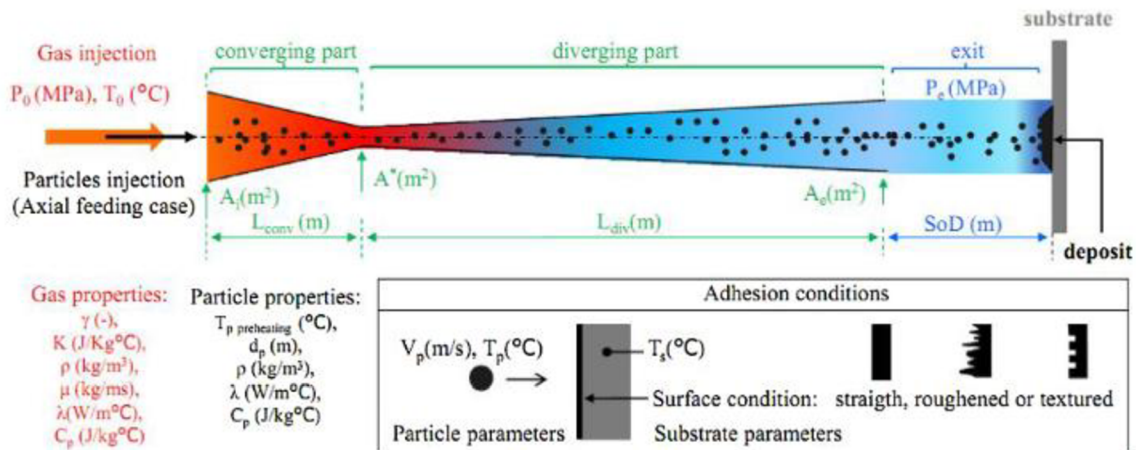


Obr. 2 Typické schéma sestavení Cold Spray [1]

Sestavení na Obr.2 se nazývá také High pressure Cold Spray (HPCS). Existují ale i sestavy typu Low pressure Cold Spray (LPCS). Zde lze poznamenat, že jsou mezi nimi pouze dva rozdíly a to velikost tlaku stlačeného plynu a poté kudy je vpouštěn kovový prášek. V případě HPCS se prášek vháněn již před vstupem do trysky. U LPCS je prášek přidáván až v rozšiřující části trysky, kde plyn již ztrácí tlak rozpínáním.

2.1.2 Parametry ovlivňující CS

V obou případech však musí dojít překonání minimální rychlosti prášku. Tato hodnota záleží na materiálu, ze kterého se prášek skládá. Typicky se jedná o 300 až 1200 m/s. Dosažení těchto rychlostí a následná adheze záleží na následujících faktorech (obr.3).



Obr.3 Hlavní parametry ovlivňující metodu Cold Spray [3]

Parametry trysky

Aby bylo možné dosáhnout nadzvukové rychlosti částic, je tryska uzpůsobená ve tvaru Lavalovy dýzy (obr. 4). Jedná se o velmi jednoduchý a elegantní způsob jak dostat proudící plyn do nadkritických rychlostí.



Obr.4 Schématický tvar Lavalovy dýzy (upraveno) [3]

V první polovině (konvergentní) Lavalovy dýzy dochází k urychlování média a to zvyšováním tlaku, tedy jeho stlačováním. Při získání rychlosti zvuku, ale již nejde zvedat rychlost zvyšováním tlaku. V tento moment jsou k sobě částice plynu stlačeny na nejmenší možnou vzdálenost. Způsob jak můžeme tok urychlit po dosažení rychlosti zvuku je právě naopak začít trysku rozevírat a tím tlak snižovat. Tím dojde k roztáhnutí média ve směru toku. Nejobtížnější část při tvorbě Lavalovy dýzy je tedy především vhodné umístění krčku. Pokud by v něm nebylo dosaženo rychlosti zvuku, tak nebude druhá polovina fungovat a v případě, že bude umístěn později, tak máme zbytečně dlouhou trysku, jejíž část navíc bude ještě zbytečně zatěžována vysokým tlakem.

Funkce Lavalovy dýzy se dá zapsat následovnou rovnicí:

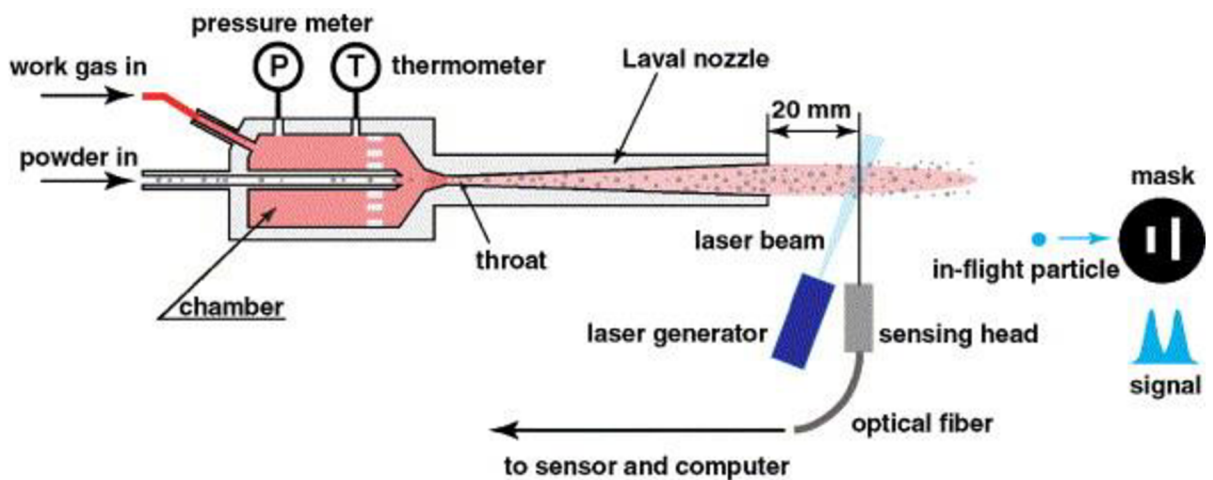
$$v_e = \sqrt{\frac{TR}{M} \cdot \frac{2\gamma}{\gamma-1} \cdot \left[1 - \left(\frac{p_e}{p} \right)^{\frac{\gamma-1}{\gamma}} \right]} \quad (1)$$

Kde v_e je rychlost odchozího plynu [m/s], T je teplota vstupního plynu [K], R je univerzální plynová konstanta, M je molekulární hmotnost plynu, γ je adiabatický index, p_e je tlak plynu na konci Lavalovy dýzy a p je tlak plynu na vstupu do trysky.

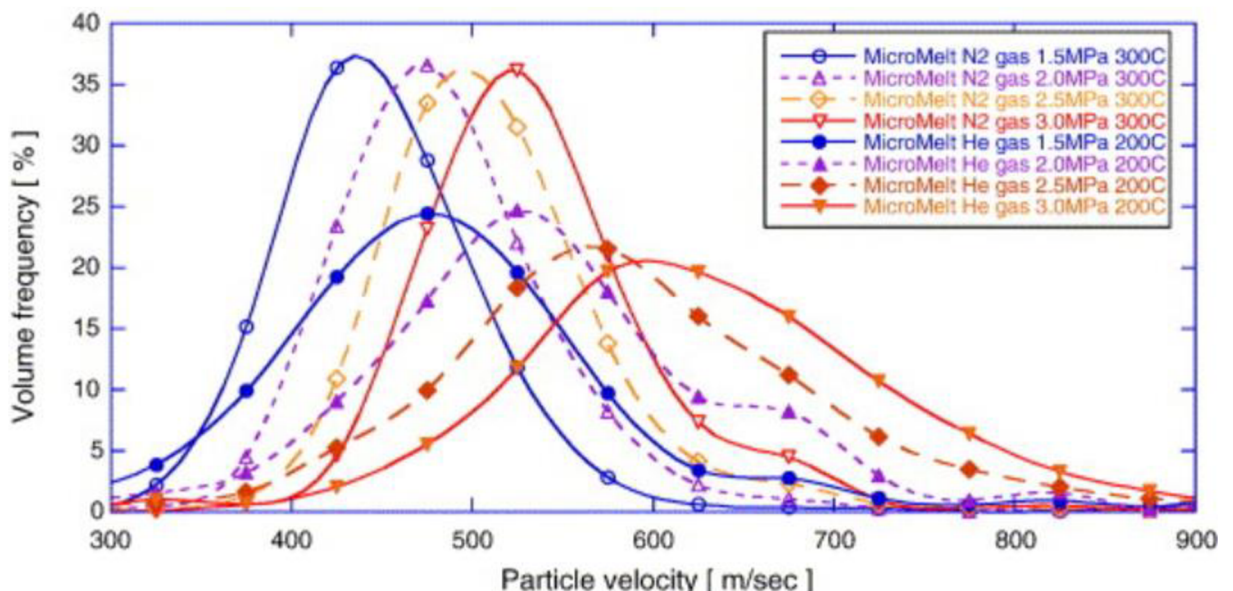
Charakteristiky letících částic

Chování a charakteristiky letících částí před dopadem na substrát jsou důležité faktory ovlivňující způsob tvorby povlaku, jeho růst a kvalita. Stav, ve kterém se nacházejí naše částice se klasicky popisuje jejich rychlostí a teplotou. Jejich určování nelze považovat za přesnou hodnotu, ale spíše hodnotu přibližnou, popřípadě aproximaci.

Jednu z těchto charakteristik už jsme zmínili a tou je rychlost. Již bylo doposud vytvořeno velké množství experimentálních prací, které se pokoušely o určení jejich rychlosti a získané hodnoty jsou důvěryhodné. Mnoho z nich používali DPV2000 laserový systém (obr. 5) pro určení kinematiky letícího prášku (obr. 6), ale také Laser-2 – Focus (L2F), popřípadě Particle Image Velocimetry (PIV). [4]



Obr.5 Schéma měření rychlosti částic pomocí DPV2000 laserový systém [4]



Obr.6 Křivky distribuce rychlosti částic v závislosti na tlaku a druhu plynu [4]

Vzhledem k rychlosti, velikosti (méně než 100 μm) a relativně malé teplotě částic obklopených plynem avšak pro získání jistého povědomí o jejím vlivu je to dostačující.

Použití laserových systému je v případě určení teploty částic (T_p) před srážkou obtížně charakterizovatelné. Část výzkumu se zaměřila na tvorbu numerických simulací na bázi interakcí mezi plynem a částicemi a vedením tepla skrze povrch částic spolu s Newtonovým zákonem k předpovědi T_p . Za předpokladu rovnoměrného tepelného toku lze k předpovědi teploty využít i Nusseltovu rovnici pro kouli vystavenou dopadajícímu proudu. Vzhledem k velmi malé velikosti částic není třeba velké množství tepla, na jejich ohřátí a proto je tento předpoklad přijatelný. Rovnice energetické rovnováhy na odvození tepla částice pomocí Nusseltova čísla vypadá následovně:

$$\rho_p c_{pp} v_p \frac{dT_p}{dz} = \frac{6\lambda_g}{d_p^2} \frac{Nu}{(T-T_p)} \quad (2)$$

Kde ρ je hustota, c_p je tepelná kapacita za konstantního tlaku, v je rychlost, z je vzdálenost podél trysky, λ je tepelná vodivost, d je průměrná velikost, Nu je Nusseltovo číslo a T je teplota. Proměnné, které se týkají částic, má v indexu písmeno p, zatímco pro plyn mají písmeno g.

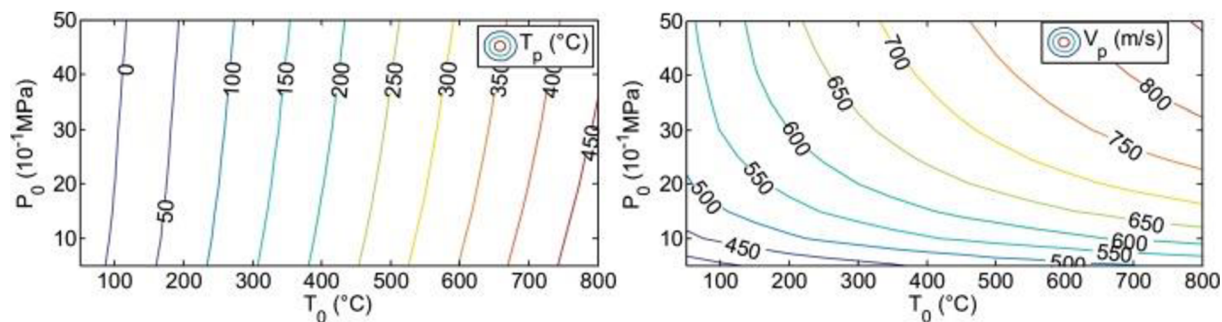
Vyjádření Nusseltova čísla používané v ColdSpray metodě vychází z Ranz-Marshalovo korelace (3). Nedávná studie [5] však poukazuje na to, že nepočítá s některými jevy, jenž se v této situaci vyskytují. Jedná se například o vysoké Reynoldsovo číslo, vysoké Machovo číslo a vrstva (např. oxidická) pokrývající povrch částice. Avšak přesnost ostatních možných určení Nusseltova čísla nebyla plně prozkoumána. V každém případě je však Nusseltovo číslo závislé na čísle Reynoldsově a tím pádem na rychlosti částice, která je zjištěná na základě Newtonova zákona spojení toku plynu a pohybu částice (4).

$$Nu = \frac{hd_p}{\lambda} = 2 + 0,6Pr^{0,33}Re_p^{0,5} \quad (3)$$

Kde h je koeficient tepelné vodivosti, d_p je průměr částice, Re_p je Reynoldsovo číslo získané pomocí v_p a Pr je Prandtlovo číslo plynu.

Pomocí Reynoldsovo čísla lze určit o jaký typ proudění je jedná. Od $\sim 0 - 2320$ v uzavřeném profilu se jedná o laminární tok. Při $Re > 4000$ se jedná o proudění turbulentní. V intervalu $2320 < Re < 4000$ je tzv. Přechodová oblast. Prandtlovo číslo vyjadřuje jaký přenos tepla (konvektivní/konduktivní) v kapalině převládá. Závisí pouze na dané látce a stavu, ve kterém se nachází. Pro plyny se pohybuje v rozmezích $0,7 - 1$.

Tok plynu můžeme zjistit přesně pomocí CFD simulací (computational fluid dynamics), popřípadě můžeme získat užitečné blízké hodnoty pomocí rovnice 1D stlačitelného toku. Na obrázku níže (obr.7) můžete vidět právě aproximaci procesních parametrů pomocí 1D výpočtů.



Obr.7 Mapy procesních parametrů a jejich odhad pracovních veličin [3]

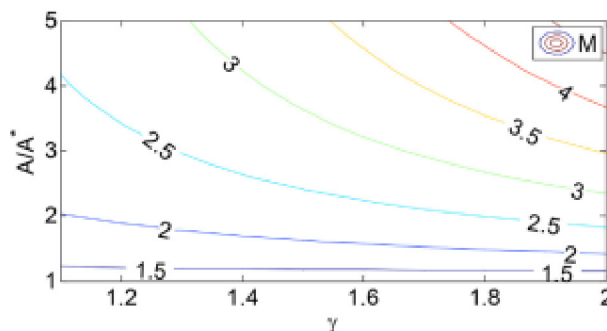
Použitý plyn

V technologii Cold spray se jakožto médium nesoucí kovové částice využívají 3 plyny: hélium (He), dusík (N₂) a vzduch. Vzhledem k vysoké ceně a omezenému přístupu k héliu se přednostně využívá dusík a vzduch, pokud se nejedná o drahý materiál, popřípadě materiál, který pro své spojení se substrátem potřebuje velmi vysoké rychlosti částic. Vzduch sice můžeme dostat velmi jednoduše pomocí kompresoru, ale oproti dusíku či héliu by částice i substrát byli vystaveny horkému plynu s vysokým podílem kyslíku, tudíž by docházelo k oxidaci a tím i snížení depoziční efektivity. Jak bylo vidět na předchozím obrázku (Obr. 6), zde je nejen vidět efekt rostoucí teploty a tlaku plynu, ale i rozdíl mezi jednotlivými plyny.

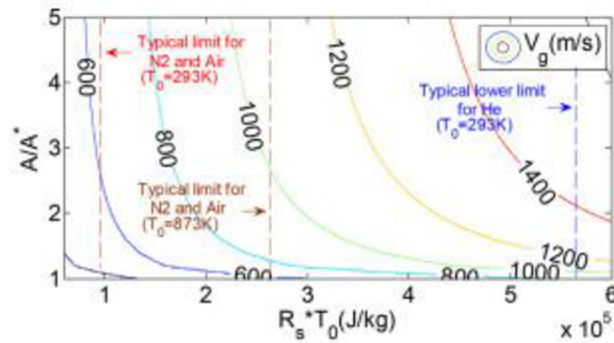
	Air	Nitrogen	Helium
γ (-)	1.4	1.4	1.66
R_s (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	287	297	2077

Tab.1 Poměr tepelných kapacit a měrná plynová konstanta plynů [3]

Vzhledem k značně větší tepelné vodivosti héliu je s rostoucí teplotou vyšší růst teploty částic, než v případě dusíku a má i slabý vliv na Machovo číslo (obr.8). Dále vzhledem ke značně vyšší měrné plynové konstantě (R_s) héliu je průměrné urychlení práškových částic větší (obr. 9). Na druhou stranu histogram rychlosti kovových částic je v případě héliu mnohem širší. To má využití právě u obtížně zachytávajících částic, jelikož můžeme vytvořit situaci, kde určitý podíl částic, dokážeme urychlit dostatečně pro jejich možné zachycení. Naopak v případě dusíku máme rozdělení relativně úzké a je-li dosažená rychlost dostatečná máme zaručené velké procento částic, které se přichytí.



Obr.8 Vliv poměru tepelných kapacit a poměru expanze trysky na velikost Machova čísla [3]



Obr.9 Vliv specifické plynové konstanty a poměru expanze trysky na rychlost plynu (za pokojové teploty a 500 °C) [3]

Parametry trysky

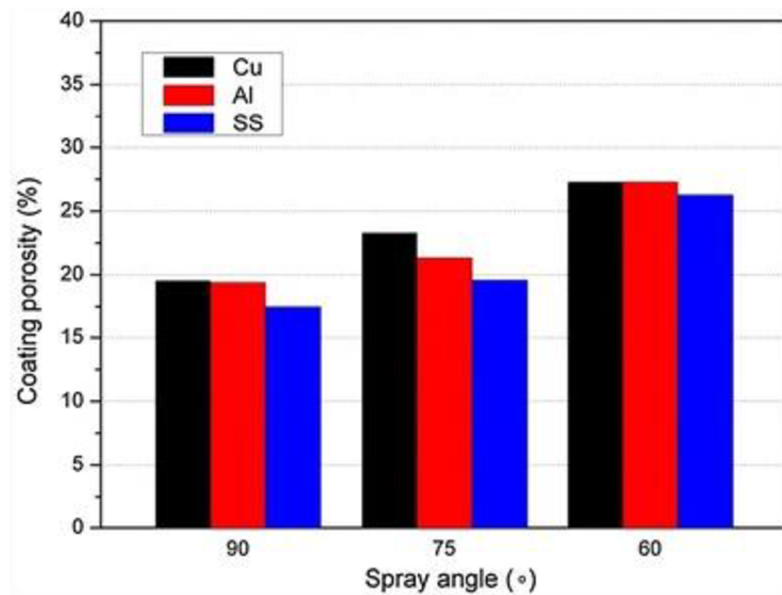
Co se týče ovlivnění schopnosti částic přichytit se na substrát, jsou zde 3 parametry, které jsou operátorem ovlivnitelné. Jedná se o vzdálenost konce trysky od substrátu, rychlost přeběhu trysky a úhel tryskání.

Rozhodnutí o vzdálenosti trysky od substrátu především závisí na 2 souvislostech. Musí být dostatečně daleko, aby proud částic nebyl ovlivněn tlakovým šokem (tzv. bow shock effect) a dostatečně blízko, aby rychlost plynu byla větší, než rychlost prášku (pozitivní odpor). Feng a spol. prováděli pokusy zaměřující na vliv vzdálenosti trysky od substrátu na kvalitu NiCoCrAlY povrchu. Dle jejich výsledků se v případě vzdálenosti 50 mm vytvářel nerovnoměrný povrch, zatímco při vzdálenosti 25 mm byl vytvořený povrch homogenní a rovnoměrně rozložený.

Dále v případě kratší vzdálenosti bylo zjištěno menší podílové procento kyslíku v nástřiku a to 1,3 % oproti více než 3 % při vyšších vzdálenostech. Nejlepší kombinace vlastností povlaku bylo dosaženo při vzdálenosti trysky od substrátu 20 mm.[6]

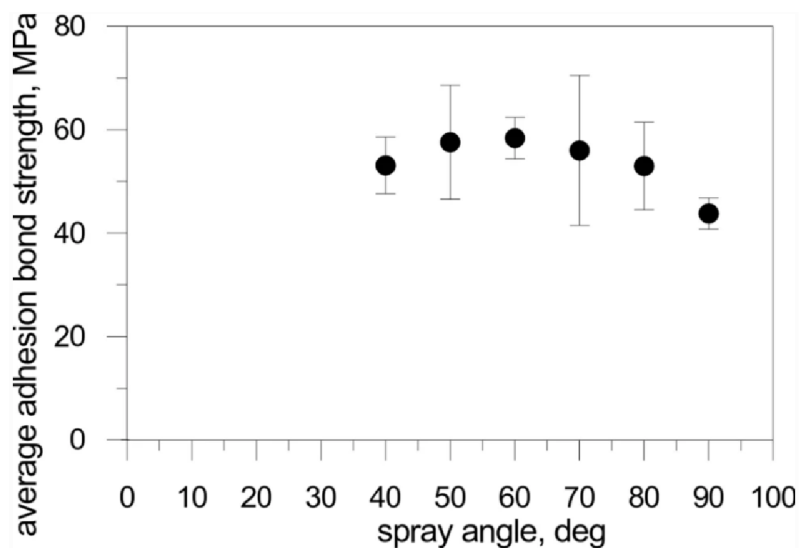
V případě rychlosti přeběhu proudu je velmi důležité najít ideální rychlost, jelikož ovlivňuje obě fáze vytváření povlaků, které jsou známé pro všechny termální nástřiky. První fází je vytvoření základního povlaku, kde částice a substrát určuje adhezní vlastnosti povlaku. Druhou fází je následné vrstvení dopadajících částic, což ovlivňuje kohezní vlastnosti povlaku. Tan a spol. [8] prozkoumávali spojitosti mezi vazebnými silami a rychlostí přeběhu trysky, kde testovali tentýž materiál s rychlostmi přeběhu od 100 mm/s do 500 mm/s. Byla zjištěna slabší adheze i koheze povlaku v případě nízkých rychlostí. Důvodem byl porušení substrátu vlivem soustředěného bombardování částicemi, zatímco při vyšších rychlostech se energie mohla rozprostřít po větší ploše substrátu. [6,8]

Úhel dopadu je jeden z parametrů, jehož ideální velikost není plně jednoznačná. Lze očekávat, že nejlepší vlastnosti budou dosaženy při nástřiku vytvářeného kolmo na substrát. Tuto skutečnost z velké části prokázal Yin a spol.[9], který prozkoumával vliv sklonu na kvalitu Ti povlaku a deformaci částic. Zjistil, že vlivem menšího úhlu docházelo k deformaci částic pouze z jedné strany, což mělo za následek zhoršení depozice částic, větší pórovitost povlaku a zhoršení mechanických vlastností (obr. 10).



Obr.10 Vliv úhlu nástřiku na porozitu Ti povlaku [9]

V případě vědeckého týmu Loke a spol. [10], kteří testovali adhezní pevnost povlaku (obr. 11) EN AW6061 na substrátu z téhož materiálu v rozmezí úhlů nástřiku od 40° do 90°, byla zjištěna maximální hodnota této vlastnosti při úhlu 60°. Nárůst této vlastnosti byl o téměř 30 %, ze 41 MPa (90°) na 58 MPa (60°).



Obr. 11 Vliv úhlu nástřiku na průměrnou adhezní sílu [10]

Částice

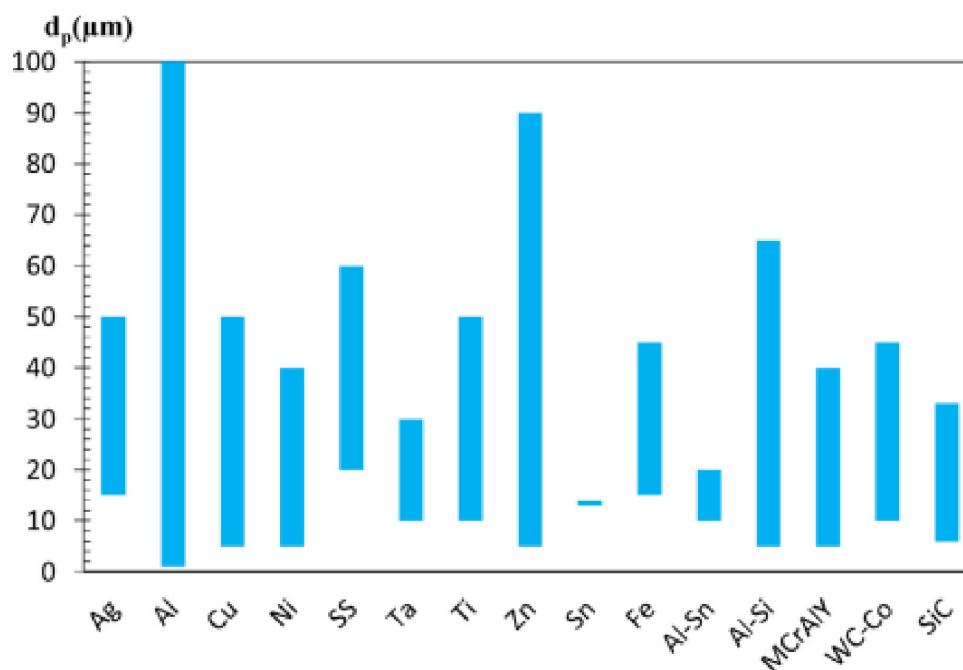
Dalším faktorem ve vytváření jak povlaků, tak bulk součástí, který můžeme ovlivnit, jsou samotné částice a stav ve kterém se nachází. Stav našich deponovaných částic můžeme rozdělit do 3 hlavních bodů, nad kterými máme kontrolu: morfologie, velikost a „druh“ materiálu ze kterých se částice skládá.

V případě morfologie se v procesu Coldspray částice rozdělují do 2 kategorií. Částice, které jsou sférické a částice, které mají nepravidelnou morfologii.

Sférické částice zasahují do větších hloubek substrátu a také zde probíhá tzv. jetting effect (zde samočisticí efekt), jenž má za následek větší promíchání částice se substrátem a tudíž i silnější vazebné síly. Nepravidelné částice tento efekt nemají, popřípadě je zde velmi slabý. Vlivem této skutečnosti se vytvářejí povlaky s převážně nehomogenním rozhraním a nevznikají ani dostatečné deformace. Dochází zde především k deformaci částice v bodě dopadu namísto penetrace substrátu, takže adhezni síla povlaku k substrátu naopak klesá. [11]

Jelikož naším hlavním prostředkem pro přenos energie, a tím i vytvořením deformace dostatečné pro promíchání substrátu a povlaku je rychlost částic, jejich velikost pro nás hraje velkou roli. Zprvu by každého mohlo napadnout, že pokud budeme mít co nejnižší velikost částic, tím vyššího urychlení dosáhneme. Ačkoliv je tato logika pravdivá, máme zde i jistý limit na zmenšování velikosti částic (krom těch naprosto zřejmých jako například cena). Jedním z problémů, které ve zmenšování hrají roli, je udržování teploty částic. Teplota částice hraje důležitou roli pro zachycení na substrát a čím menší je částice, tím větší má $\frac{S}{V}$ a může se tedy ochladit dříve, než dorazí k substrátu. Dalším problémem týkající se teploty opět souvisí s rychlejším ovlivněním teploty a to náchylností k růstu teploty vlivem zužování trysky. To má za následek přichycování částic ke vnitřní straně trysky. Menší částice jsou také náchylnější na tlakový šok v blízkosti substrátu. Je tedy velmi podstatné zjistit optimální velikost částic.

Podle výzkumného týmu [12], který testoval depoziční efektivitu a korozní chování kompozitního povlaku SiC (částice) / Al 5056 (substrát). Byly zjištěny nejlepší výsledky jak korozní, tak i efektivita depozice při velikosti částic 20 μm . Feng a spol. [7] uvedl, že povlaky NiCoCrAlY měly nejlepší mechanické a fyzikální vlastnosti při velikosti 5-50 μm . Adachi a Ueda [13] došli k výsledkům, že v případě povlaků z korozivzdorné oceli SS 316L vytvářely částice o velikosti 5-20 μm kompaktnější povlaky než v případě velikostí 10-45 μm a 20-53 μm . Elsenberg a spol. [14] tvrdí, že velikost částice má jen limitovaný efekt, co se týče depozičního chování, ale je důležité zmínit, že větší částice se chovaly mnohem destruktivněji k předešlým vrstvám povlaku.

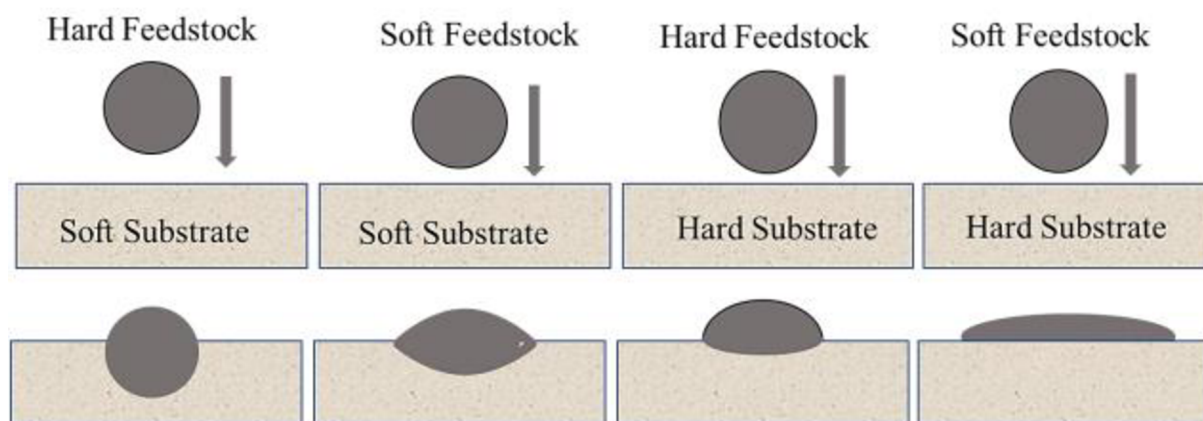


Obr. 12 Doporučované průměry částic používané CS metodou [3]

Všechny tyto výsledky tedy vypovídají o tom, že optimální velikosti částic používaných metodou ColdSpray jsou v rozmezí 5-50 μm (obr. 12). Pouze 2 materiály jsou výjimkou tohoto zjištění, a to hliník a zinek vzhledem k jejich deformovatelnosti a v případě hliníku i lehkosti, které mohou být využívány při velikosti částic do 90 μm bez jakýchkoliv problémů. Obecně tedy platí, že čím hůře deformovatelná částice, tím je menší velikost vhodnější.

Byly i relativně úspěšné studie zabývající se depozicí sub-mikronových částic, o velikosti 20 nm – 1 μm za sníženého tlaku a teploty plynu. Taktéž se testovala možnost nanášení povlaků pro nanočástice ve vakuu. V tomto případě plyn není nahříván vůbec. Výsledkem této metody je jemný ale porézní povlak a lze ji teda využít v případě tepelně citlivých materiálů.

Posledním faktorem jsou jejich vlastnosti a to především poměr tvrdosti částic a substrátu (obr. 13). Použití tvrdých částic má za následek erozi substrátu a slabou deformaci, zatímco měkké částice se zdeformují o substrát, ale nijak významně jej neovlivní. Toto platí v případě, že by proti měkkému substrátu byly tryskány tvrdé částice a naopak. Je tedy i velmi důležité vybírání vhodného deponovaného materiálu vzhledem k substrátu.



Obr.13 Schéma reprezentující chování kolize částice/substrát vzhledem ke kombinaci tvrdostí [6]

Problém vysoce tvrdých deponovaných materiálů (např. chromových či titanových slitin) je jejich obtížná deformace. Jediný možný způsob ovlivnění efektivity depozice je zvýšit teplotu plynu a tím tyto materiály tepelně změkčit.

Další obtíží mohou být i nástřiky kompozitní, tím je namysli pokus vytvořit slitinový povlak. Nikbakht a spol. [15] odhalili, že v případě použití vícero materiálů najednou jakožto prášek (v jejich případě mix Ni-Ti částic) dochází k větším deformacím a tím i lepším vlastnostem rozhraní povlak/substrát a vrstvami povlaku. Avšak jejich rozdílnost byla i nevýhodou. Při vytváření povlaku za teploty 500 °C byla celková efektivita depozice 30 %, ale individuální efektivita depozice byla značně odlišná. Zatímco 40 % částic Ti se úspěšně spojilo v případě Ni byla efektivita pouze 10 %. Musí se tedy vymyslet jiné nastavení parametrů pro které už by byla efektivita jednodušší.

Substrát

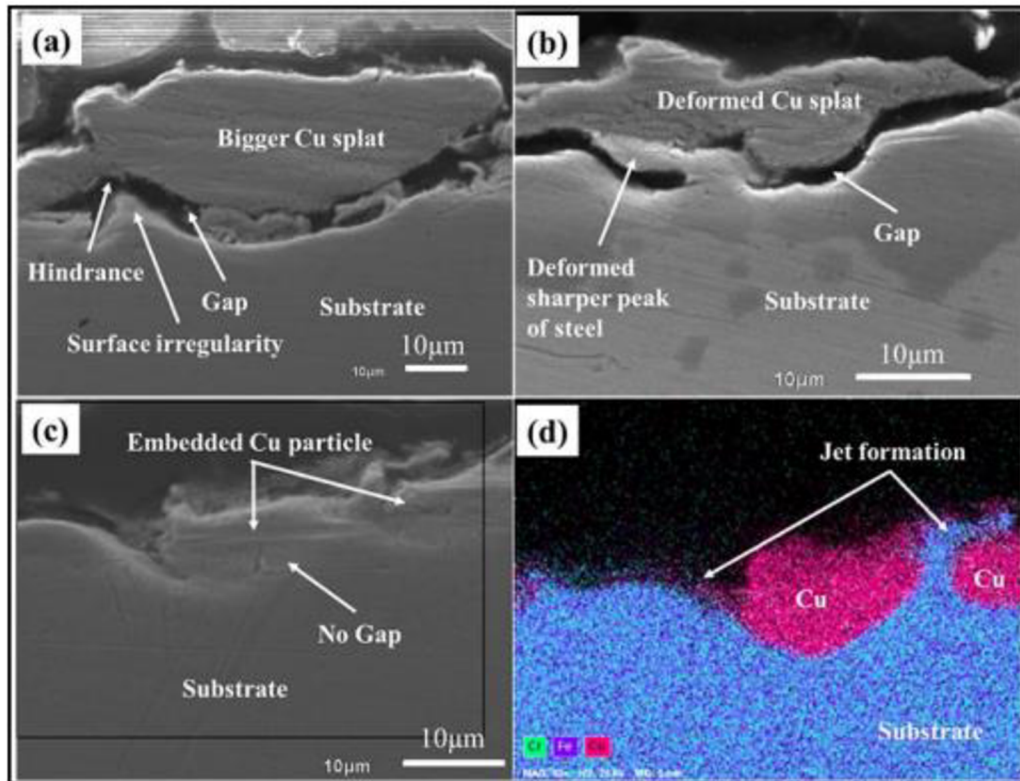
Jak už bylo v předchozí části nastíněno, vliv substrátu na adhezi povlaku k substrátu je dosti podstatný. Velikost adheze je totiž závislá nejen na mechanickém uzamykání, ale také na adiabatické smykové nestabilitě, plastické deformaci a statické rekrytalizaci. Ve všech těchto procesech má substrát značný vliv. Způsoby jak tedy podpořit adhezi povlaku k substrátu se nám rozrůstají o upravitelné parametry.

Drsnost povrchu

Jeden z prvních způsobů jak jednoduše upravit materiál je upravit drsnost povrchu. Jakým způsobem, ale povrch upravit. Jsou zde různé pokusy, jenž jdou ve svých výsledcích proti sobě v případě rozhraní měkký/měkký. Hussain [16] došel k výsledkům, že hladký povrch substrátu dosahuje nejlepší adheze a efektivity depozice, zatímco Ghelichi a Guagliano [17] zjistili, že při zvětšování drsnosti povrchu od vyleštěného po kuličkováný se depoziční efektivita lehce zvětšila.

Kumar a spol. [18] zjistil, že v případě depozice měděných částic na ocelový substrát byl ideální stav povrchu substrátu leštěný. Singh a spol. [19] zjistili pro stejnou materiálovou kombinaci, že v případě neopracovaného povrchu ($R_a - 6 \mu\text{m}$) byla topografie zvlňená a docházelo k nedostatečné deformaci a penetraci substrátu (Obr. 14 a), což mělo za následek tvorbu pórů na rozmezí povlak/substrát. V případě broušeného

substrátu (R_a 0.5 μm) byl povrch rovný s občasnými výstupky. Místo potřebné deformace spolu se samočisticím efektem, docházelo k “plýtvání” energie částic na přednostní deformaci výstupků substrátů (Obr. 14 b). To má za následek nedostatečné spojení substrátu s povlakem a snížení adheze. V případě superfinišovaného substrátu (R_a 0.06 μm) povrch neměl žádné irregularity, tudíž docházelo k nejlepší penetraci substrátu a adhezi (Obr. 14c).



Obr. 14 SEM analýza HPCS měděných částic na substrát deponovaných na (a) nepracovaný povrch, (b) broušený povrch, (c) superfinišovaný povrch SS 316L ocelového substrátu, (d) EDS analýza (c). [19]

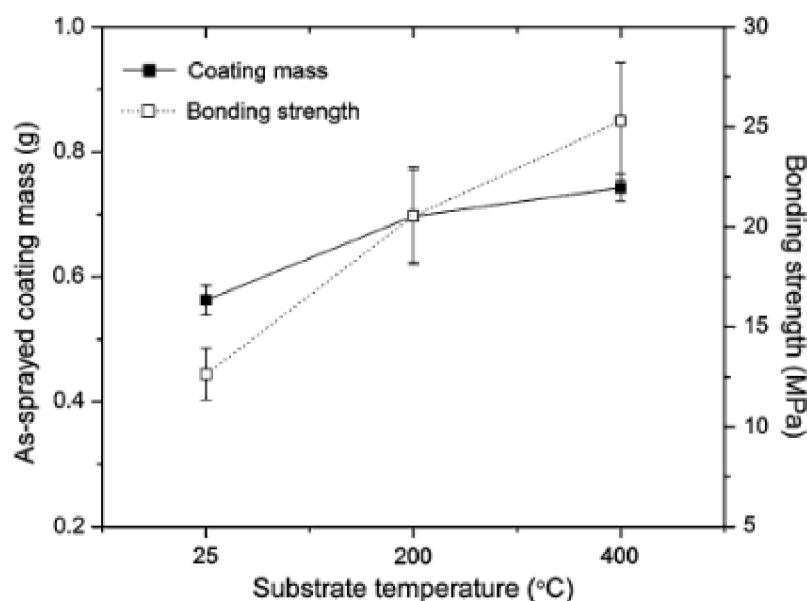
Zde ovšem přichází otázka, zdali změna depoziční účinnosti byla skutečně zlepšena vyhlazením povrchu a ne pouze zbavením povrchu substrátu oxidické vrstvy.

Přehřívání substrátu

V případě depozice typu měkké na měkké, popřípadě tvrdé na měkké má přehřívání substrátu zanedbatelný efekt, ale pokud budeme přehřívát tvrdý substrát, ať už na něj tryskají měkké nebo tvrdé částice, zde už je efekt podstatný. Jedná se o takzvané tepelné změkčování, jehož vlivem dovolíme substrátu se lépe deformovat, vytvořit jetting a následně i zlepšit adhezní vazbu.

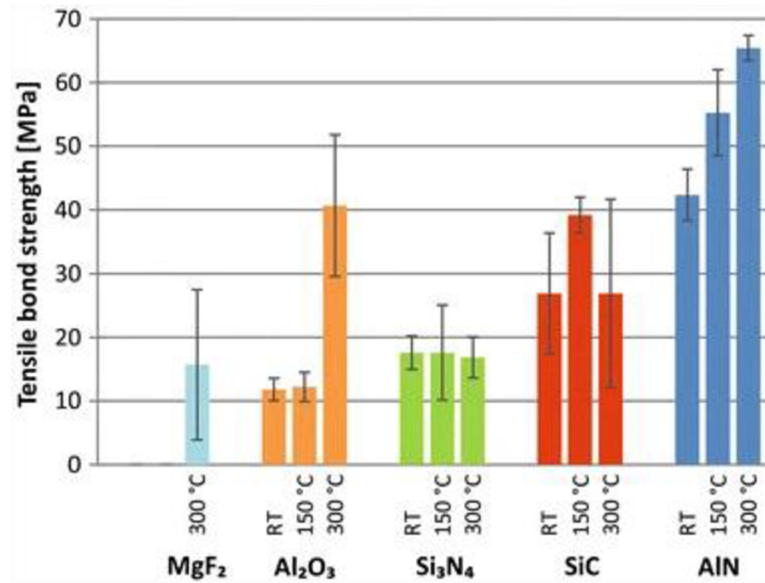
Perton a spol [21] testovali vystavení substrátu laserovému paprsku přímo před spuštěním Cold Spray zařízení. Tím zkombinovali nejen zahřátí substrátu, ale také vlivem natavení substrátu vyhladili povrch. Dle očekávání se tedy zlepšila adheze povlaku k substrátu. Goldbaum a spol. [22], v případě depozice částic titanu na $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ substrát, vyzorovali nárůst rekrystalizace na hranicích kontaktu mezi částicemi a mezi částicí a

substrátem vlivem přehřátí substrátu. To mělo za následek nárůst depoziční účinnosti a vazebných sil. Ke stejným výsledkům se dobrali Yin a spol.[23] při použití niklových částic na měděný substrát, jak lze vidět na obr.15.



Obr. 15 Depoziční efektivita a vazebná síla jako funkce teploty substrátu [23]

Drehmann a spol. [24] zkoumali vazebné vlastnosti hliníkových částic na přehřátých keramických substrátech z AlN, MgF₂, Al₂O₃, Si₃N₄ a SiC. (Obr.16) Testované teploty substrátu byly pokojová teplota (RT), 150 °C a 300 °C. V případě keramiky MgF₂ bylo možné vytvořit povlak pouze za zvýšené teploty, což dokazuje tepelné změkčení substrátu. V případě substrátů AlN a Al₂O₃ dochází k viditelnému zlepšení vazebných sil. To je příkládáno zvýšené mobilitě atomů blízko styku povlaku se substrátem. Naopak v případě substrátu Si₃N₄ a SiC nedochází ke zlepšení vlastností a v případě SiC docházelo dokonce k jejich zhoršení. Avšak autoři zhoršení vlastností v případě SiC substrátu přiřazují jeho způsobu výroby, jelikož k porušení nedošlo na přechodu ze substrátu na povlak, ale pouze v substrátu samotném. Zbylé substráty byly vytvořeny spékáním, zatímco SiC bylo vytvořeno křemíkovou infiltrací, která bývá méně homogenní a tím má větší množství defektů.



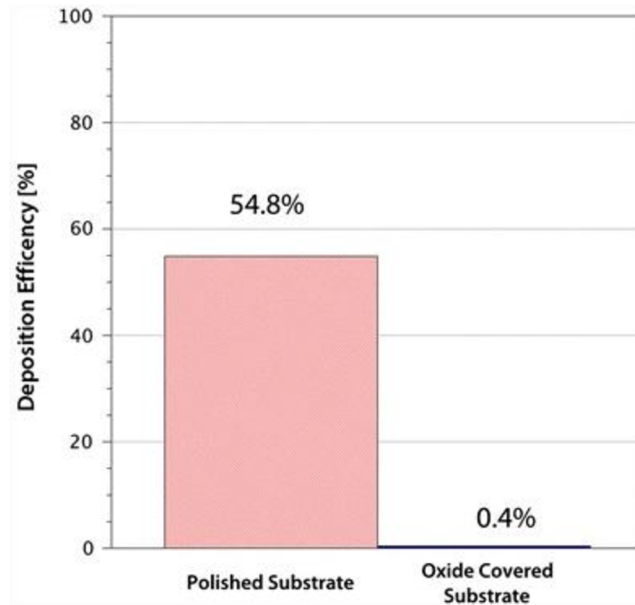
Obr. 16 Adhezní pevnost Al povlaků na různě nahřátých polykrystalických keramických substrátech [24]

Jediný problém, který se musí hlídat v případě nahřátí substrátu je míra nahřátí spolu se depozicí, jelikož se substrát může vlivem bombardování částicemi natavit a započít tečení.

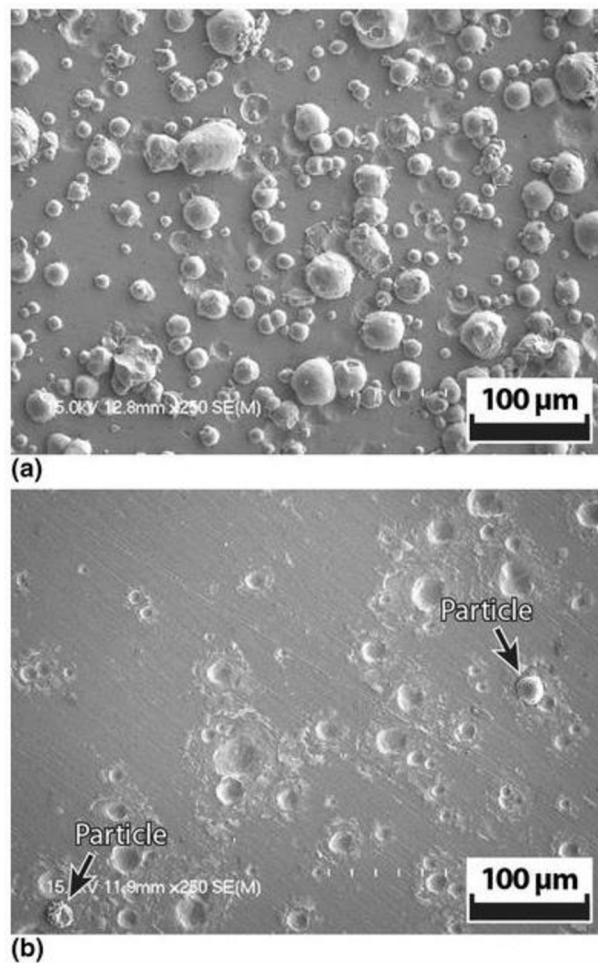
Oxidická vrstva

Vazby v ColdSpray technologii jsou řízeny mechanickým uzamykáním a metalurgickým vazbením. Extrémní plastická deformace, vlivem vysokoenergetických nárazů, rozbije oxidické vrstvy interagujících povrchů. Porušení těchto vrstev na povrchu dovolí částicím proniknout do substrátu a může dojít k jetting efektu a mechanickému uzamknutí. Metalurgické vazby vznikají vlivem chemické výměny mezi částicí a substrátem na jejich sdílené ploše. Vlivem samočisticího efektu by mělo dojít k očištění od převážného množství zbytků oxidické vrstvy z částic a substrátu.

Problémem ale může být samotná tloušťka oxidických vrstev. Z principu procesu vyplývá, že urychlované částice musí mít dostatečnou energii na proražení oxidické bariéry a ještě následnou deformaci, takže čím tlustší máme oxidickou vrstvu, tím větší je potřebná rychlost částic a tedy i velikost tlaku plynu. Ichikawa a Ogawa [20] prozkoumávali vliv oxidické vrstvy. V případě vrstvy od 0 do 0,35 μm účinnost depozice částic klesla z 55 % na 0,4 %. (obr. 17-18)



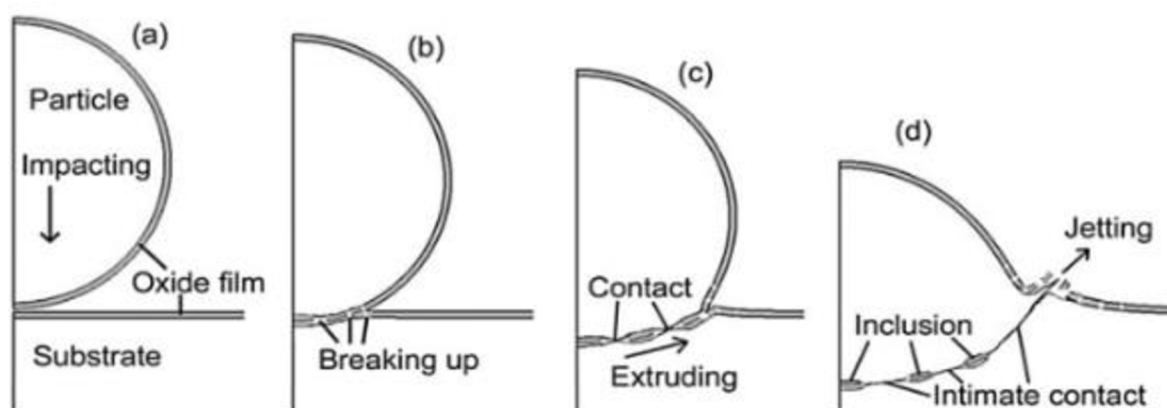
Obr.17 Porovnání depoziční účinnosti vyleštěného substrátu a substrátu potaženém oxidickou vrstvou [20]



Obr.18 Povrch substrátu v centru sprejovaného regionu, (a) částice zachycené na leštěném substrátu, (b) částice zachycené na oxidy potaženém substrátu [20]

Samočistící efekt

Vzhledem k možnosti používání nahřátého plynu (jak inertního jako helium, tak i vzduchu) a i z fyzikální podstaty toho, že nejen substrát, ale i částice samotné mají na svém povrchu tenký oxidický povlak, lze lehce nabýt dojmu, že využíváním této metody přivedeme do struktury značné množství oxidů. Proti tomu však působí samočistící efekt zde též známý jako jetting. Vlivem velké nárazové energie popraská oxidická vrstva v kontaktní zóně substrát/částice. Jak je ukázáno na obr.19 směrem plastického toku sprejované částice, což je důsledkem vysokých tlaků a deformací, je značná většina oxidů vytlačena na nově vytvořený povrch, zatímco se vlivem tření a tlaku vytvoří mikrosvary mezi obnaženými částmi povrchů částice a substrátu. Pro pochopení výraznosti tohoto jevu si vezměme například měděné nástříky. Touto metodou má správně vytvořený CS povlak méně než 200 ppm kyslíku(0,02 %).[2]



Obr.19 Tvorba vazby a jetting efekt mezi částicí a substrátem [2]

2.1.3 Rozdělení

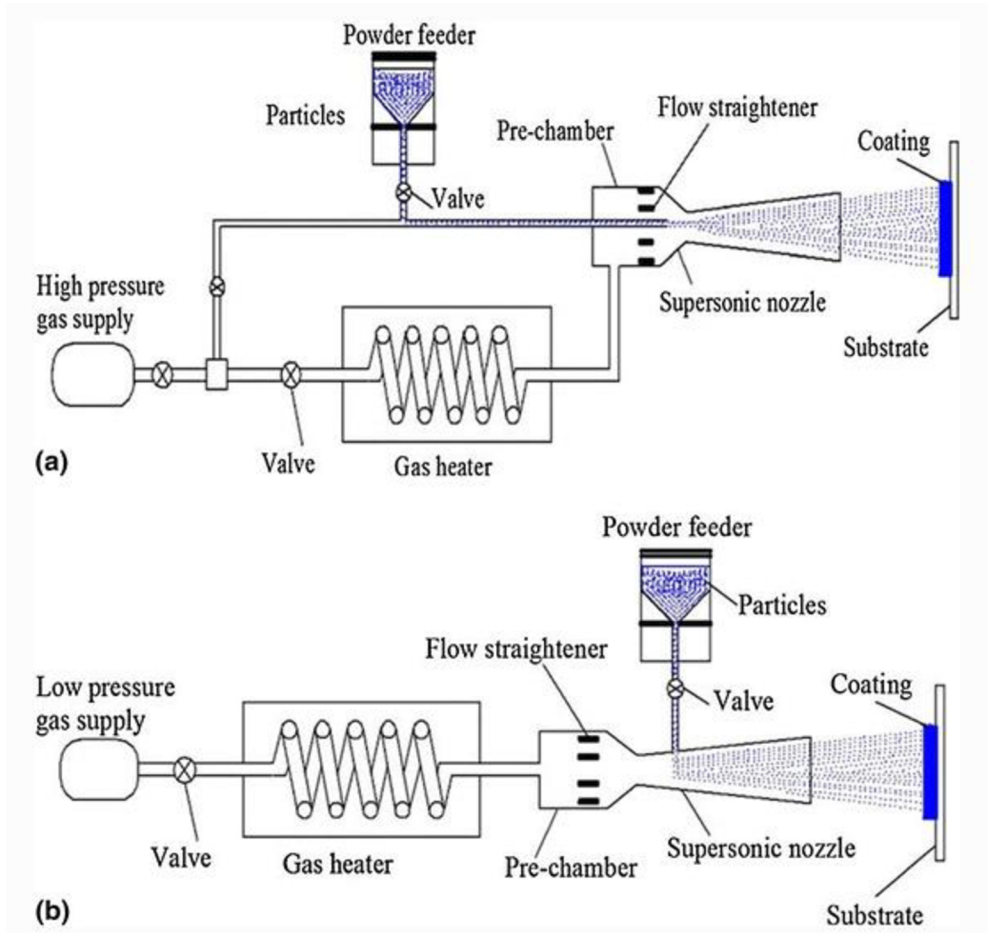
Metodu Cold Spray můžeme rozdělovat podle různých kritérií. Nejčastější z nich jsou dle sestavy, která určuje velikosti tlaku použitého tlaku a teploty plynu. Dále podle formy, jenž náš výrobek ponese, nebo zda se jedná o pouhý povlak vytvořený na substrátu, opravu vady v již hotovém díle nebo jestli se jedná o objemový materiál.

Dle sestavy Cold Spray

Obecně jsou tedy známy dva typy sestavy Cold Spray metody a to High Pressure Cold Spray (HPCS) a Low Pressure Cold Spray (LPCS). Schématický vzhled obou sestav lze vidět na Obr.20. Parametry, které jsou specifické pro tato uspořádání lze vidět v tab. 2. Rychlost částice v době nárazu v případě LPCS je mnohem nižší, než v případě HPCS, to má za následek odlišné podmínky pro vznik povlaku a tím i jinou strukturu a vlastnosti. V případě HPCS procesu je prášek smýcháván s plynem před vstupem do trysky a plyn je předehříván v trysce a také mimo ní. V LPCS je prášek vnášen až za divergentní částí trysky a plyn se nahřívá pouze v systému trysky.

Parameters	HPCS	LPCS
Process Gas	N ₂ , He, Air	N ₂ , Air
Gas Pressure (MPa)	2.5–6.0	0.5–2.0
Gas Temperature (°C)	20–1000	20–500
Gas Flow Rate (m ³ /h)	50–150	15–30

Tab.2 Procesní parametry specifické pro různé Cold Spray sestavy



Obr.20 Schématické sestavení metody Cold Spray (a) HPCS (b) LPCS [24]

Dle formy výrobku

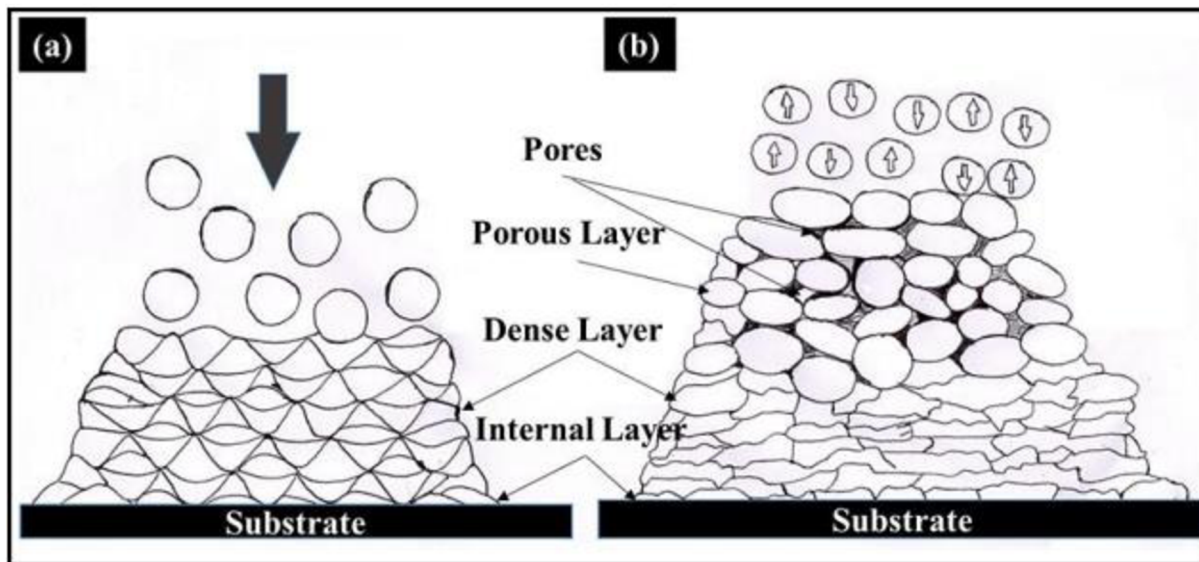
Tato metoda se rozděluje do 2 použití a to vytváření povlaků anebo objemových těles (bulků). V obou případech máme nějaký substrát, na který dané prášky deponujeme, avšak pouze v případě povlaků nás zajímá přednostně adheze povlaku k substrátu. Koheze bývá málokdy problém, jelikož povlaky metodou CS při adhezních zkouškách přednostně selžou na rozhraní povlak/substrát. Povlaky takto vytvářené nejsou velikostně omezené a podle použití HPCS nebo LPCS mohou být kompaktní či lehce porézní.

V případě nástřiků objemových těles pro nás volba substrátu není kritická. Po substrátu požadujeme dobrou depoziční účinnost. Omezení pro velikost CS těles přináší prášek. V případě použití materiálů s malou tvrdostí, které ještě dodatečně můžeme nahřát a tím více změkčit, mají tendenci se lepit na vnitřní stranu trysky. V případě povlaků se takové problémy většinou nevyskytují, jelikož nás spíše zajímají pouze

protikorozi krycí povlaky, které jsou relativně tenké. Způsob jak nalepování omezit je volbou trysky s co nejmenším koeficientem tření k danému materiálu nebo ve volbě prášku. Například je velmi obtížné bez speciální trysky deponovat čistý hliník, jelikož má velmi nízkou tvrdost a teplotu tání. Je však možné vytvořit směs hliníku a korundu, který kdybychom deponovali za nižších tlaků bude mít za následek nalepování pouze hliníku a pročišťování trysky korundem. Popřípadě při vysokých tlacích v poměru hliník/korund 7:3, lze vytvářet kompaktní kompozitní povlak nebo objemové těleso větších velikostí s hliníkovou maticí vyztuženou Al_2O_3 částicemi.

2.1.4 Struktura

Jedním z hlavních rozdílů mezi sestavami HPCS a LPCS je především obecná struktura, kterou tyto aplikace CS technologie vytvářejí. Jak lze vidět na Obr.21, systém HPCS pracuje s myšlenkou nadeponovat co největší počet částic na substrát a uchycené částice. Jak vyplývalo z předešlé tabulky (tab.2), zde se využívají podstatně větší tlaky, popřípadě i teploty. Vytváří se tedy kompaktní struktura tvořená pouze pomocí prvotní extrémní deformace a jetting efektu. Na druhou stranu, v případě LPCS se pohybujeme v nízkých tlacích. Mnoho vystřelených částic tedy nemá nadkritickou rychlost a tím pádem nebudou schopny prorazit oxidickou bariéru na povrchu částice a substrátu. Stane-li se tak, částice se od povrchu odrazí a dochází zde k jevu podobnému kuličkování. Pomocí tohoto efektu je spodní vrstva povlaku výrazně zdeformovaná, zatímco vrchní vrstvy se vlivem nedostatečné rychlosti a již před deformovaného povrchu nezachytávají dokonale a dochází k vytváření porézní vrstvy.



Obr.21 Schématické zobrazení vytvářející se struktury metody Cold Spray za použití sestavy (a) HPCS, (b) LPCS [6]

2.1.5 Materiály

Je samozřejmé, že tím nejpodstatnějším parametrem v případě metody Cold Spray jsou používané materiály. V případě používání nekompatibilního substrátu a částic může být jedno, jak zvolíme zbylé parametry, jelikož se částice prostě odrazí nebo dokonce hrubě poškodí substrát. Také můžeme zvolit správné nebo spíše “vyhovující“ materiály, ale pokusíme se je metodou Cold Spray zpracovat za nevhodných pracovních parametrů a výsledná depoziční účinnost (popřípadě i kvalita struktury, povrchu a dalších vlastností jak už povlaku tak i bulk součásti) bude na pohled vypadat jako velmi nevhodná. Je tedy velmi důležité k substrátu volit vhodné částice a testovat nové kombinace materiálů za různých pracovních parametrů. Následně si zde uvedeme momentálně nejvíce prozkoumávané a používané materiály metodou Cold Spray. [33]

Kovy

Kovy jsou nejčastější skupina materiálů používané v metodě Cold Spray. Hlavním důvodem jsou především vynikající deformační a pevnostní vlastnosti, bez kterých je použití této metody velmi omezené, a jednodušší přístup k práškové formě o malé velikosti. V případě použití kovů o velmi malých tvrdostech se dostáváme k problému přesně opačným keramikám. Místo téměř nulového zachytávání se tyto materiály zachytávají tak jednoduše, že dokážou v relativně krátkém časovém okně ucpat trysku. Tento jev je především známý v případě hliníku a zinku. Ve finále je tedy sice depoziční čistých kovů zdárnější a jde o kvalitnější povlaky, ale jsou za potřebí kvalitnější trysky anebo vyladěné procesní parametry. V opačném případě bude možné pouze vytvořit tenké povlaky, které by sloužily proti korozi nebo jako mezivrstva která bude výhodnější než substrát pro následující povlak. Obecně se použití kovů rozděluje do 2 skupin, a to použití čistých kovů a následně použití jejich slitin. [33]

Čisté kovy

Čisté kovy byly prvními materiály, které se používaly a to jak při testování prvních prototypů Cold Spray metody, tak i v jejím postupném zdokonalování a vědeckých výzkumech. Kovy se obecně charakterizují výbornou plasticitou i za pokojové teploty, která je pro ideální funkčnost této metody kritická.

Prvním materiálem, jenž byl touto metodou použit byl hliník, jelikož kromě dobré plasticity má i velmi nízkou hustotu a jeho urychlení na nadzvukové rychlosti je tedy mnohem snazší, než v případě mnoha jiných materiálů. Dalším velmi oblíbeným materiálem pro jeho relativně snadné použití touto metodou je zinek. Zinek je známý svou dobrou plasticitou, ale především svou vysoce ceněnou korozní odolností. Na základně výzkumu jsou hliník a zinek jediné materiály, u kterých nedochází k výraznému poklesu vazebných vlastností při hrubosti částic do 100 μm . [33]

Dále vzhledem k dostupnosti, plasticitě a vynikajícím tepelným vlastnostem jako jsou tepelná vodivost a korozní odolnost se jako jedním z prvních materiálů prozkoumávala i měď a vliv metody Cold Spray na její vlastnosti. Ukázalo se, že oproti ostatním termálním nástřikům vytváří Cold Spray méně porézní vrstvy s nižším obsahem kyslíku. To má za následek udržení dobrých tepelných vlastností, které lze zlepšit tepelným zpracováním [28].

Nikl je důležitým kovem především pro jeho korozní a tepelnou odolnost. V případě, že je povrch ošetřený niklovým povlakem porušen jeho účinnost značně klesá, jelikož na rozdíl od zinku je mnohdy ušlechtlejší, než materiál který chrání. Vzhledem k této skutečnosti se nám nabízí využití právě metody Cold Spray pro relativně rychlou opravu ochranné vrstvy. Další více specifickou aplikací niklu CS metodou je například příprava povrchových vrstev pro elektrody používané pro produkování vodíku elektrolyzou vody [31].

Titan, vzhledem ke svým mnoha využitím, vzhledem k vysoké měrné pevnosti a chemickou stálostí, je jedním z kandidátů na vesmírné účely a další použití, kde než na cenu se spíše hledí vlastnosti materiálu. V případě Cold Spray technologie má vlivem vysoké pevnosti, zvýšeným třecím koeficientem vzhledem k většině kovů a HCP mřížky za nízkých teplot tendenci se hůře vázat a vytváří pórovité struktury. Z těchto důvodů se především přechází na jeho využití ve slitinových povlacích. [33]

Ačkoli je stříbro také známe výbornými tepelnými a korozními vlastnostmi je i velmi drahé, a tím i v případě těchto vlastností i méně preferované. Jsou zde ale i vlastnosti více specifické pro stříbro, a tím jsou skvělá odrazivost infračerveného záření a antibakteriální účinek. Kvůli těmto účinkům byla například vytvořena práce sledující odrazivost infračerveného záření, a tím ušetření velkého množství energie, v CVD reaktorech [29].

Další skupinou kovů, které byly zkoumané pro tuto metodu jsou žáruvzdorné kovy: zirkonium a tantal. Tantal se zkoumá vzhledem k jeho výborným tepelným vlastnostem ve formě povlaků. Vzhledem k náročnosti výroby zirkonia se jeho chování vzhledem k CS procesu bere pouze jakožto substrát, a to ve formě slitin.

Slitiny

Slitiny jsou další skupina, stále prozkoumávána spolu s čistými kovy. Hlavním důvodem výzkumu této oblasti je samozřejmě v jejich značně větším využitím oproti čistým prvkům. Problém se deponováním slitin může být především ve zvýšené tvrdosti, kvůli které se automaticky zvyšuje odrazivost částic od substrátu, dále čím je materiál více heterogenní (myšleno nejen v případě částic již hotové slitin, ale také částic čistých kovů, které můžeme deponovat na substrát zároveň) můžeme riskovat, že používané prvky v prášku budou reagovat odlišně za daných parametrů jako tomu bylo v již zmíněných pokusech o NiTi povlak. [33]

Slitiny hliníku jsou spolu s austenitickými oceli jedny z nejvíce prozkoumávaných slitin metodou Cold Spray vzhledem k jejich využití v průmyslu. Použití slitin hliníku má za výhodu vyšší tvrdost, ale většinou nižší teplotu tavení. Na poli adheze byla většina hliníkových slitin již prozkoumána, a proto se výzkum posouvá dále a to směrem charakterizování a optimalizace dalších vlastností povlaků a objemových těles jako únava materiálu.

Důvodem využití austenitických ocelí oproti ostatním druhům je pro jejich nižší tvrdost a větší plasticitu. Nejvíce zkoumané oceli jsou především 304L a 316L. Jedná se o nízkouhlíkové austenitické oceli, které mají dobrou korozivzdornost. Feritické oceli jsou také použitelné, avšak zde již musíme pečlivě vybírat procesní parametry a dbát na

množství kyslíku v prášku. Momentálně nejvíce testované feritické oceli jsou s označením 430L neboli korozivzdorné oceli s nízkým obsahem uhlíku. Martenzitické oceli jsou pro svou extrémní tvrdost a nízkou plasticitu velmi obtížné pro zpracování. Momentální výzkum náleží deponování austenitických ocelí za takových podmínek, aby vznikl co nejvyšší podíl martenzitu pro možné tvorby funkčních povlaků. [33,36]

Nejpoužívanější titanovou slitinou je Ti-6Al-4V vzhledem k vysoké pevnosti a výbornou korozní odolností a podílem beta fáze, která má BCC krystalovou strukturu s dostatkem plastické deformace pro tvorbu jettingu. Vzhledem k velkému využití této slitiny ve vesmírném a leteckém průmyslu se jeví výzkum a použití metodou Cold Spray výhodně v případě, že bude možné součástky z této slitiny opravit. [33,36]

V případě niklových slitin se jedná přednostně o korozivzdorné tenké povlaky jako například monely, ale předmětem výzkumů jsou i funkční povlaky a opravy součástek. Nejvíce zkoumaný materiál je kombinace niklu a titanu. Zde se ukazují problémy rozdílných potřebných procesních parametrů. Příkladem jsou pokusy o tvorbu povlaku nitinolu (NiTi) kde nikl se podstatně lépe zachytával, a tím výsledný povlak byl v poměru 3:1. Dalšími niklovými slitinami testovanými jsou niklové superslitiny s vysokou tepelnou stabilitou jako například inconel. [33,36]

Keramika

Použití samotné keramiky metodou Cold Spray, ať už jako částice bez jakéhokoliv doprovodného materiálu, popřípadě jako substrát je velmi problémové, jelikož obecně známo keramiky mají velmi vysokou tvrdost, což má za následek vysokou deformaci přednostně svého okolí a nikoliv sebe, a téměř žádnou (jestli vůbec nějakou) schopnost se plasticky deformovat, jinak řečeno jsou křehké. V případě použití pouze keramiky jakožto prášku, docházelo by pouze k destrukci povrchu popřípadě občasnému implantování částice do povrchu. Tato částice však může být jinou opět odstraněna, ale již nebude možné, aby se na ní uchytila částice další. Toto bude mít za následek zvýšení otěruvzdornosti součásti, ale vzhledem k poškození povrchu i snížení únavové životnosti. Způsob jakým keramiku použít je deponovat spolu s ní i nějaký velmi jednoduše deformovatelný kov či polymer, a tímto způsobem vytvářet kompozit s měkkou a tvárnou maticí vyztuženou částicemi keramiky. [33, 34, 36]

Polymery

Polymery jsou používané touto metodou relativně zřídka. Vzhledem k velmi nízkým tvrdostem mnoha druhů polymerů mají velmi nízký potenciál prorazit oxidickou bariéru kovového substrátu. Z tohoto důvodu lze polymery deponovat pouze na další polymery. V případě použití tvrdších polymerů je jejich použití obtížné, jelikož pro jejich nadeponování by musely být nahřáty nad jejich pracovní teploty, což by mělo za následek zhoršení jejich vlastností. Polymer, který je nejvíce zkoumaný a používaný touto metodou je PEEK (Polyether-ether-keton). [33,35,36]

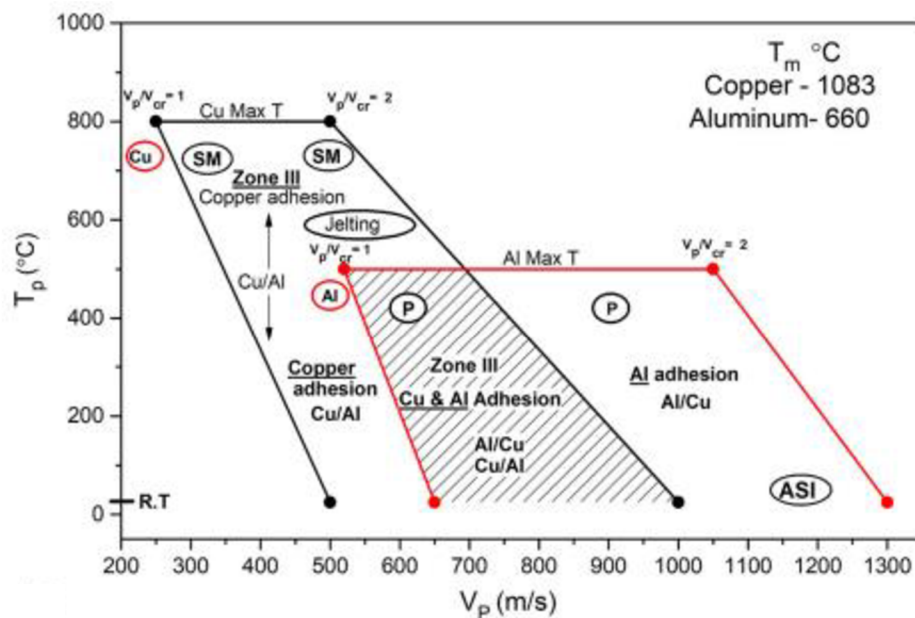
Procesní mapy

Materiály, které si k sobě zvolíme, mohou být vhodné, ale přichází otázka jakým způsobem charakterizovat nejideálnější parametry pro získání co nejlepších vlastností povlaku nebo bulku. Vzhledem k depoziční účinnosti jsou pak vytvořeny takzvané procesní nebo parametrové diagramy.

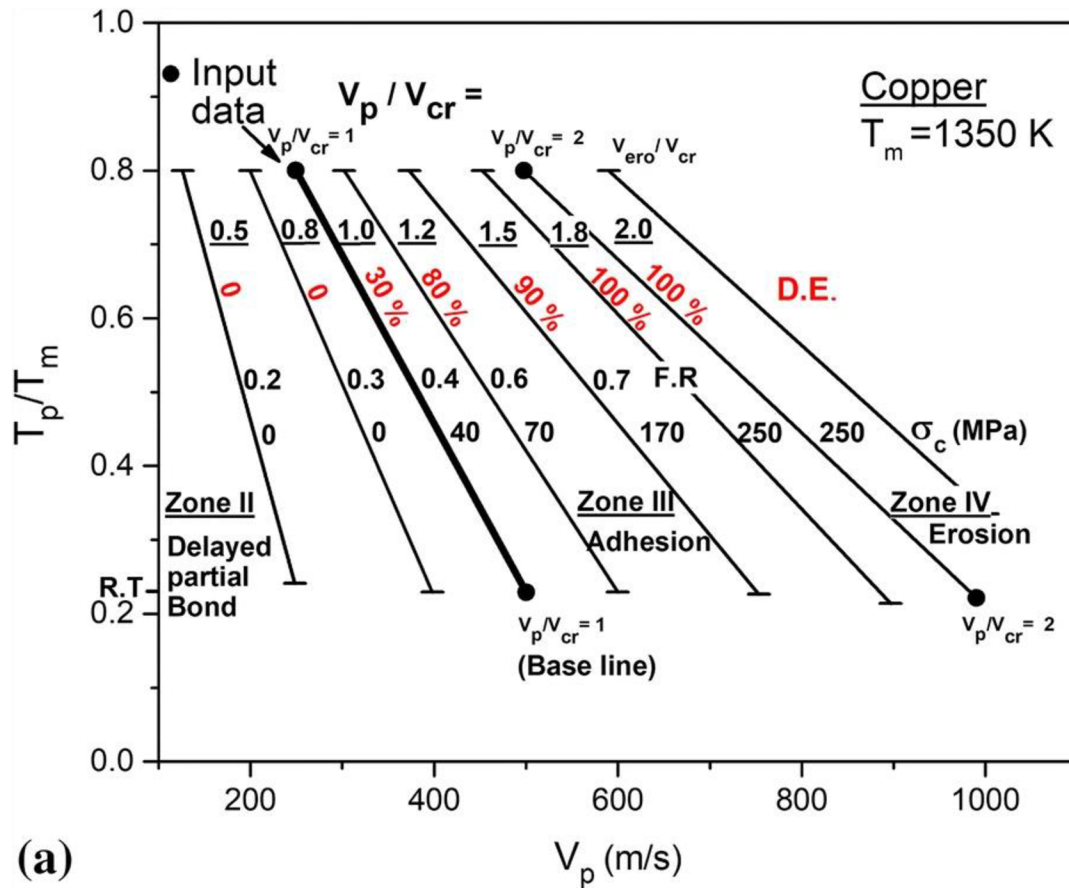
Jejím nejjednodušším ztvárněním je jednoduchý 2D graf znázorňující závislost depoziční účinnosti, kohezí pevnosti nebo rozmezí pro úspěšnou tvorbu kompozitu (obr. 22) na námi nejlépe ovladatelné parametry, a to rychlost částic a teplota plynu. Mnohdy se do grafu pokud možno přidávají zjištěné důležité vlastnosti, popřípadě souvislosti se získanými vlastnostmi jak lze vidět na obr. 23.

Obecně tyto diagramy mají na ose x rychlost částic v_p a na ose y buď teplotu plynu anebo ještě častěji poměr pracovní teploty částic k jejich teplotě tavení. Uvnitř diagramu již můžeme vidět úsečky násobků rychlosti částic ke kritické rychlosti v_{cr} . Dále $D.E.$ (deposition efficiency), σ_c , což je kohezí pevnost a $F.R$ (flattening ration – poměr zploštění). Poslední, čehož si lze všimnout, je rozdělení diagramu do zón. Jedná se o obecné rozdělení diagramu bez ohledu na přesnou účinnost procesu.

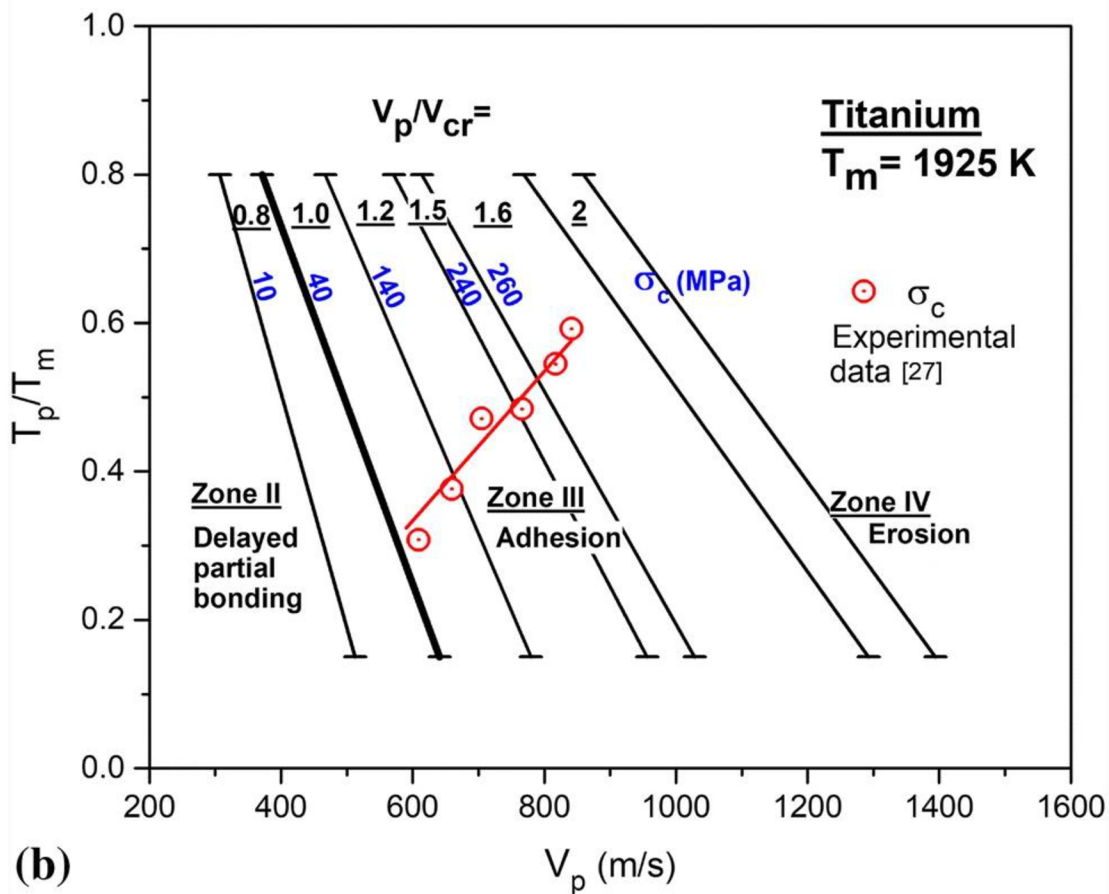
Dělení diagramu: zóna bez tvorby vazeb, zóna s opožděnou tvorbou vazeb, zóna adheze a poslední je zóna eroze, kde už opět dochází především k destrukci povlaku nikoliv jeho růstu. Zatímco HPCS se nachází především v zóně adheze, tak LPCS se nachází na pomezí zón 2 a 3.



Obr. 22 procesní mapa pro kombinaci 2 materiálů Al a Cu [27]



(a)



(b)

Obr. 23 Procesní mapa pro (a) měď (b) Titan [27]

2.2 Únava materiálu

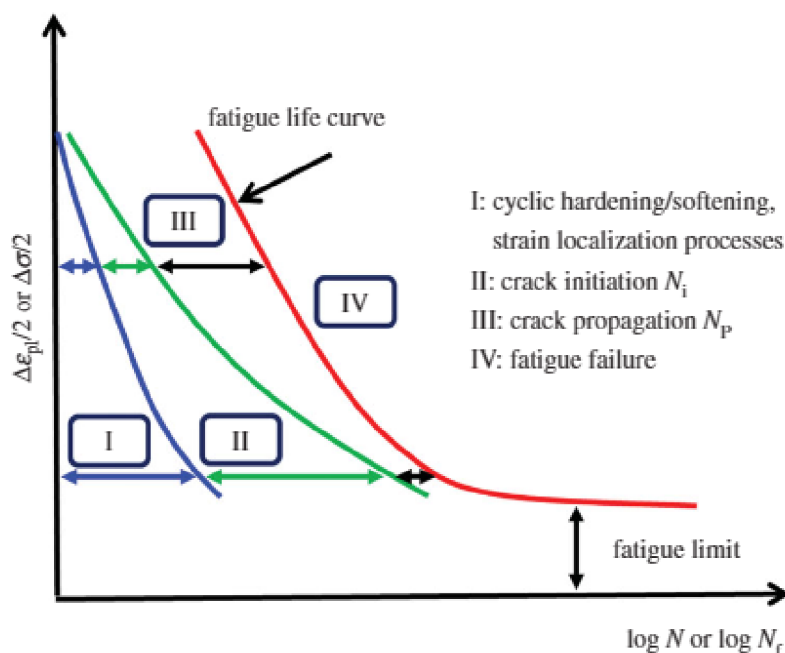
Únava materiálu je proces zahrnující změny materiálu a jeho vlastností vlivem cyklického zatěžování. Nejvyšší napětí je menší než mez pevnosti a mnohdy i menší než mez kluzu. Ačkoliv dané zatížení je relativně nízké, (takové, které by staticky samo o sobě nebylo schopné vzorek porušit) dochází zde k porušení materiálu, a to právě nejprve ovlivněním struktury materiálu, následně nukleací trhliny a finálně jejím růstem neboli nevratnou akumulací poškození za život. Jakmile trhlina postoupí dostatečně hluboko do materiálu a zbytek plochy již není schopen dané zatížení unést, dojde k dolomu součásti.

Na základě nevratných změn, způsobených cyklickou plastickou deformací lze proces únavy rozdělit do následujících stádií.

2.2.1 Rozdělení stádií

Únava materiálů je komplexní termín, který se ve skutečnosti skládá ze 4 stádií (obr. 24):

1. Změna mechanických vlastností
2. Nukleace únavových trhlin
3. Šíření únavových trhlin
4. Dolom



Obr. 24 schéma stádií únavy materiálů [56]

Změna mechanických vlastností

V prvním stádiu únavy dochází ke změnám vlastností v celém objemu. Jedná se o změny v mikrostrukturu, které dále vedou ke změnám mechanických, magnetických, elektrických a dalších vlastností. Tyto změny mají zpravidla saturující charakter, neboli zpočátku jsou nejvýraznější a s postupem cyklů jejich intenzita klesá dokud neustanou.

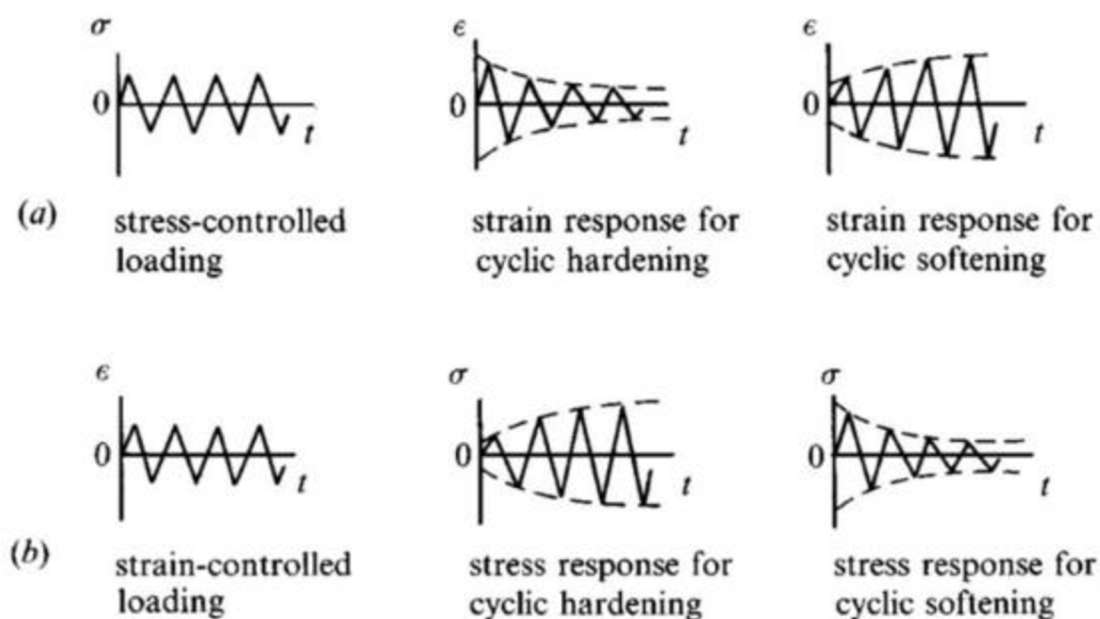
Existují však materiály které jsou tzv. nesaturující. To znamená, že jejich mechanické vlastnosti se mění po celou dobu únavy. V tomto případě se saturované hodnoty určují dle konvence a to hodnoty amplitud v polovině životnosti.

Cyklické zpevnění a změkčení

Dle typu materiálu, jeho zpracování a podmínkách zatěžování může odpor proti deformaci v průběhu procesu únavy růst, klesat anebo mít nemonotónní průběh.

Pro odhad reakce materiálu bylo vytvořeno empirické pravidlo vycházející z experimentálních dat nízkocyklové únavy, které tvrdí, že pokud poměr meze pevnosti R_m k mezi kluzu R_e (nebo $R_{p0,2}$) je $>1,4$, daný materiál bude cyklicky zpevňovat, avšak pokud bude $<1,2$ bude cyklicky změkčovat. V případě, že bude tento poměr mezi hodnotami 1,2 a 1,4 nelze jeho chování s jistotou odhadnout, ale nemělo by dojít jak ke značnému cyklickému zpevnění, tak ani změkčení. Vzhledem k tomu, že toto empirické pravidlo bylo vytvořeno pouze z dat nízkocyklové únavy, mělo by se používat opět jen v oblasti nízkocyklové únavy.[25]

Na obr. 25 jsou zakresleny křivky cyklického zpevnění a změkčení pro dva používané módy zatěžování. V praxi se používají dva módy zatěžování a to měkký mód (obr. 25a) a tvrdý mód (obr. 25b). Měkký mód znamená, že se udržuje konstantní amplituda napětí a měnit se může pouze amplituda deformace. Tvrdý mód naopak znamená, že je pevně dána amplituda deformace, zatímco amplituda napětí se může měnit. V případě, že amplituda deformace klesá, znamená to, že materiál při stejném zatížení klade větší odpor a tudíž materiál zpevňuje. V opačném případě by změkčoval. Pokud amplituda napětí začne klesat, materiál potřebuje menší zatížení pro dosažení stejné deformace a tudíž materiál změkčuje. Cyklické zpevnění se naopak projevuje zvětšením amplitudy napětí ve tvrdém módu zatěžování. [25, 31]

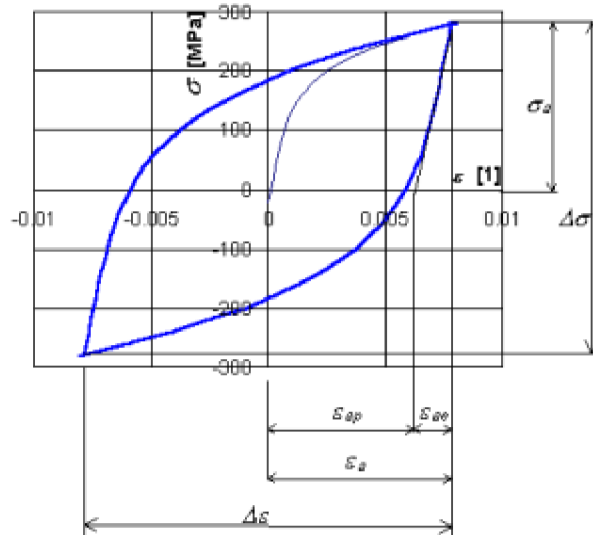


Obr.25 Schématické křivky cyklického změkčení / zpevnění (a) měkký mód, (b) tvrdý mód [31]

Cyklické zpevnění je typické pro materiály s malým množstvím dislokací, typicky po žíhání nebo odlévání. Cyklické změkčení je charakteristické pro materiály, které již zpevněné byly, a to např. deformačně, precipitačně, pomocí martenzitické transformace a další. V některých případech může dojít k superpozici zpevnění a změkčení.

Hysterezní smyčky

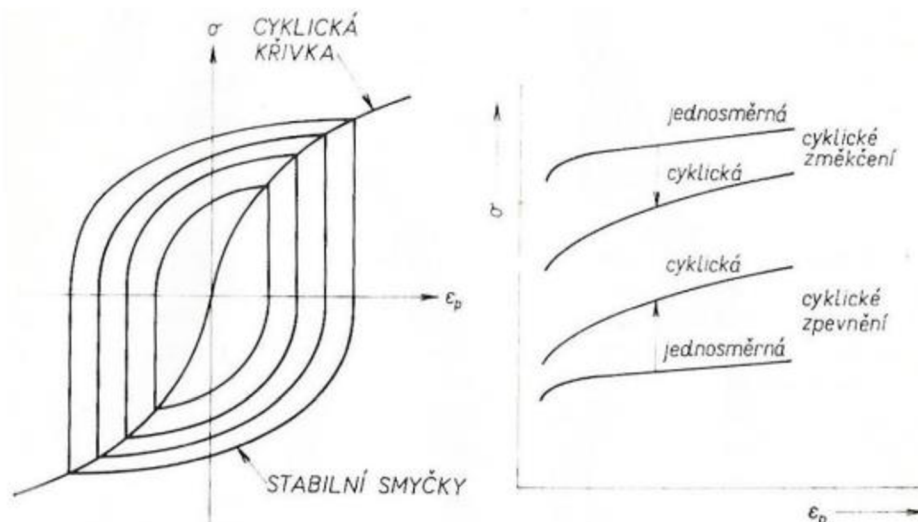
Nejvýhodnějším způsobem, jak odhalit změny mechanických vlastností je analyzování hysterezních smyček. Jedná se o časový záznam momentálního napětí a deformace. Spojením většího množství dostáváme křivku, která se nazývá hysterezní smyčka. Hysterezní smyčka je záznam jednoho celého cyklu. Příklad hysterezní smyčky se nachází na obr. 26, kde σ_a je amplituda napětí, ε_a je amplituda celkové deformace, ε_{ap} je amplituda plastické deformace a ε_{ae} je amplituda elastické deformace.



Obr. 26 Hysterezní smyčka [57]

Cyklická deformační křivka

Jakmile amplitudy napětí a deformace dosáhnou saturovaných hodnot, vytvoří se stabilní hysterezní smyčka. Různým amplitudám zatěžování přísluší různé stabilizované hysterezní smyčky. Pokud proložíme vrcholovými body stabilních hysterezních smyček (obr. 27 vlevo) křivku, dostaneme tzv. cyklickou deformační křivku. Na obr. 27 vpravo je zakreslené srovnání tahového diagramu s cyklicky deformační křivkou. Jelikož čtvrtinu prvního cyklu statická tahová a cyklická deformační křivka sdílejí a zbytek CDK je ovlivněn deformační zpevněním (či změkčením), lze ze vzájemné polohy těchto dvou křivek určit zda materiál změkčuje nebo zpevňuje.



Obr. 27 Hysterezní smyčky proložené cyklickou deformační křivkou [25]

Strukturní změny

Způsob, jakým se mění struktura materiálu při cyklickém zatěžování je ve tvorbě jistého řádu v dislokačních strukturách. Zatímco např. žíhaný materiál před zatížením nemá dostatečné množství dislokací, aby se velmi znatelně ovlivňovali, tak v případě cyklovaných součástí je vytvořeno velmi vysoké množství dislokací. Jelikož tyto dislokace jsou uvězněné v jednotlivých zrnech, při zvyšujícím počtu se začnou dostatečně ovlivňovat, aby vytvořili strukturu. Druh vytvářené dislokační struktury, která se vytvoří, závisí na amplitudě plastické deformace a stavu mikrostruktury zatěžovaného tělesa. Stavem mikrostruktury je ve finále myšlena snadnost příčného skluzu dislokace.

V případě nízkých amplitud plastické deformace ($\epsilon_{ap} < 0,006 \%$), neboli v rámci vysokocyklové únavy, se vytváří tzv. pásová struktura. Tato struktura se vyznačuje oddělenými střídajícími oblastmi pásů nebo shluků dislokací a matrice, která je od dislokací téměř očištěná. Tyto pásy však nejsou mezi sebou propojeny.

Persistentní skluzová pásma (PSP) je další druh dislokační struktury, který se vytváří při střední amplitudě plastické deformace ($0,006 \% < \epsilon_{ap} < 0,6 \%$). Persistentní skluzové pásmo má několik charakteristik. Oblast PSP nikdy nepokrývá celou plochu vzorku. Oblasti PSP jsou obklopeny buď buněčnou, nebo pásovou strukturou podle velikosti amplitudy deformace a končí na povrchu extruzemi a intruzemi

Při použití vysokých amplitud plastické deformace ($\epsilon_{ap} > 0,6 \%$) se tvoří tzv. buněčná struktura. Tato dislokační struktura je charakteristická tvorbou stěn dislokací tvořící uzavřené buňky. Zatímco je hustota dislokací ve stěnách těchto buněk velmi vysoká, uvnitř již hustota dislokací značně klesá. S rostoucí velikostí amplitudy klesá nepřímou úměrou velikost buněk a roste hustota dislokací.

Interní a efektivní napětí

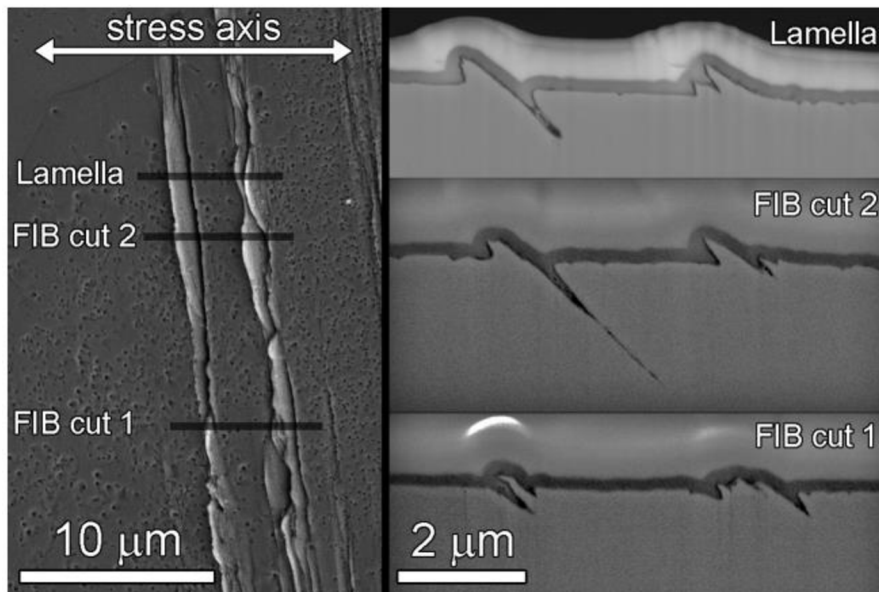
Podobně jako při statických zkouškách, lze i v případě cyklování rozdělit celkové aplikované napětí na vnitřní a efektivní. Vnitřní napětí je definována jako napětí, které je potřeba pro pohyb dislokací v materiálu. Postupem cyklování se vytváří více a více dislokací, čímž vnitřní napětí pochopitelně roste. Efektivní napětí je napětí potřebné pro překonání překážek na krátkou vzdálenost pomocí tepelné aktivace. [32]

Původním ověřeným způsobem, jak získat tato napětí odděleně, je pomocí KWL metody (Kuhlmann-Wilsdorf a Laird), která je založená na Cottrellově analýze pohybu dislokací. Pro použití této metody je třeba znát maximální napětí v tahu, v tlaku a napětí, při kterých započne plastická deformace v tahu a tlaku. Na konci 20. století přišel Polák a spol. s další možností jak získat tyto informace, a to statistickým přístupem k analýze (SAP method). Výhodou této metody je rychlá aplikovatelnost. Není zde za potřebí jiných informací krom samotné únavové zkoušky. Nevýhodou je ale velké množství dat, které je zapotřebí získat. Je potřeba značné množství dat, aby nebylo nutné doplňovat hysterezní smyčku aproximací dat, jelikož k těmto napětím se dostaneme pomocí druhé derivace napětí podle přemístění. [32]

Nukleace únavových trhlin

V případě otázky, kdy započiná nukleace únavové trhliny, záleží v jakém měřítku na daný problém chceme nebo můžeme pohlížet. Pro materiálovou vědu k započetí dochází při tvorbě vad podél persistentních skluzových pásů, stejně tak na to lze pohlížet způsobem, kde se asociuje hranice rozlišení pro detekci trhliny s počátkem nukleace trhliny. V tomto širokém pohledu leží mnoho mechanismů, které se spojují se vznikem mikroskopických vad na hranicích zrn, dvojčat, vměstků, mikrostrukturních nehomogenit a mikro a makroskopických koncentrátorů napětí.[31]

- I. V případě tvorby trhlin u kovů a slitin o vysoké čistotě je nejčastěji využíván mechanismus představený Woodem (1958). Jedná se o představu, kde opakované cyklické zatěžování vede k odlišným množstvím čistých skluzů na různých skluzových rovinách. Nevratnost smykových posuvů podél skluzových pásů má za následek tvorbu mikroskopických “výstupků”(extruzí) a “jamek”(intruzí) v místech kde skluzové pásy vystupují na povrch (obr. 28). Toto zdrsnění povrchu dále funguje jako koncentrátor napětí a tím podporují další skluz a nukleaci únavových trhlin.[31]



Obr.28 Persistentní skluzové pásy v polykrystalické mědi [55]

Dalším mechanismy jsou:

II. Nukleace křehkým prasknutím v kořeni intruze

Tento mechanismus se uplatňuje v případě, že napětí v okolí intruzí již nemůže odrelaxovat skluzovými procesy např. z důvodu zpevnění a napětí dosáhne takových hodnot, že přeroste velikost meziatomových vazebných sil. Tvorba mikrotrhlin je tedy v podstatě křehkého typu. [25,31]

III. Vznik trhlin kondenzací vakancí

Určitými dislokačními interakcemi dochází ke vzniku vakancí, které mohou vytvářet shluky a následně dutiny, které od určité velikosti lze považovat za trhliny. Tato představa je závislá na difuzivitě vakancí, jenž je silně závislá na teplotě. Tuto úvahu lze tedy uvažovat spíše v oblastech cyklického zatěžování za zvýšených teplot. [25,31]

IV. Dekoheze krystalu podél skluzové roviny akumulací dislokací

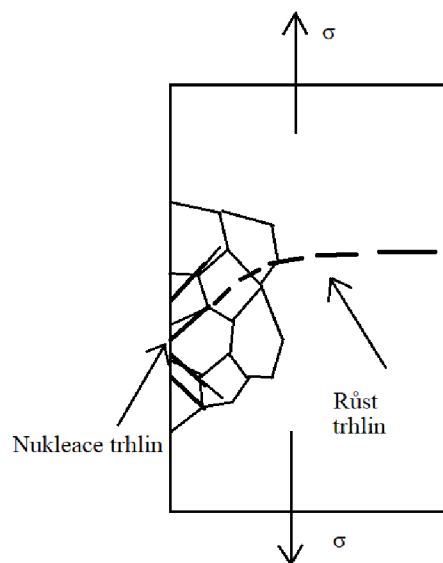
Zde je základní představa taková, že se v kritických místech vytváří určitá konfigurace dislokací, která vede k lokálnímu zvýšení napětí dostatečným ke ztrátě koheze a nukleaci mikrotrhliny. [25,31]

V. Nukleace na hranicích zrn

Trhlina může vzniknout v blízkosti hranice v únavovém smykovém pásu. Pro její tvorbu jsou aplikovatelné předešlé mechanismy. V případě velmi vysokých amplitud zatěžování (počet cyklů do lomu v rámci 10^3) byl experimentálně doložený mechanismus tvorby intruze přímo na hranici zrna. [25,31]

Šíření únavových trhlin

Fáze nukleace trhlin končí vytvořením mikrotrhlin na povrchu součásti. Mikrotrhliny jsou vytvořeny ve směru skluzových pásů, které mají maximální hodnoty napětí. Skluzové pásy, podél kterých se budou tvořit v kovech, při uniaxiálním zatěžování, jsou běžně pod úhlem $\sim 45^\circ$. Při pokračování zkoušky tyto trhliny rostou a spojují se mezi sebou. Tento počátek je také známý jako krystalografická propagace. V případě vzorků, které nejsou hladké, ale naopak již mají z jejich výroby vrub popřípadě nacyklované vzorky tuto první fázi nemají. Dále už v růstu pokračuje pouze jedna trhlina (magistrální). Ta se postupem růstu začne srovnávat kolmo k ose napětí (také známé jako nekystalografická propagace) (obr. 29). [25,31]



Obr. 29 Znárodnění nukleace a propagace trhlin [25,31]

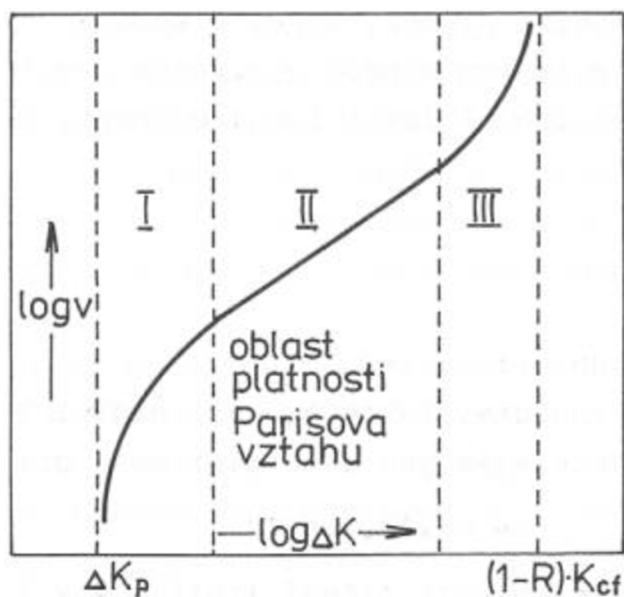
Krystalografická propagace je ovládaná smykovým napětím, zatímco nekystalografická propagace napětím normálovým. Trhliny, jež byly vytvořeny na hranicích zrn, mohou růst podél zrn (interkrystalicky - IK) anebo skrze zrna (transkrystalicky - TK). V praxi se mimo výjimky vždy jedná o kombinaci obou druhů, kde jeden z nich převládá. Bylo také (v případě ocelí) potvrzeno, že poměr mezi TK a IK závisí na rychlosti propagace trhliny. Je-li rychlost růstu vysoká, roste s ní i podíl IK lomu. V případě pomalého růstu trhliny je lom z pravidla transkrystalický. [25,31]

Šíření popisuje Parisova křivka (obr. 30). Skládá se ze 3 stádií a udává nám závislost rychlosti šíření trhliny na faktoru intenzity napětí. Obě osy jsou logaritmické.

První stádium – nízká rychlost, nekontinuální mechanismy, s vysokou závislostí na mikrostruktúře a velikosti napětí.

Druhé stádium – lineární závislost, růst striací, slabě ovlivněno mikrostrukturou, napětím a tloušťkou vzorku.

Třetí stádium – vysoká rychlost, počátek nestabilního šíření trhliny – faktor intenzity napětí rovný lomové houževnatosti materiálu.

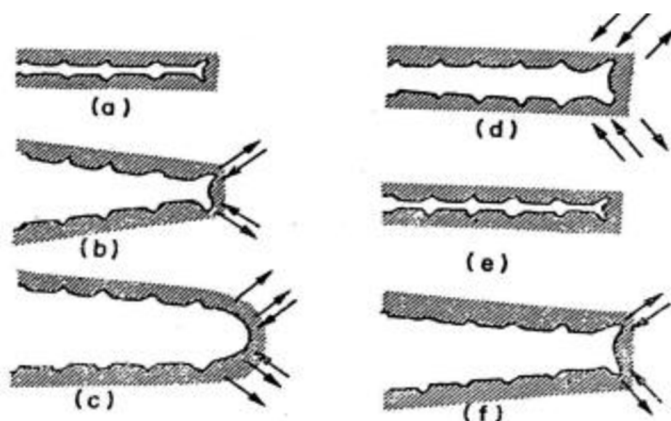


Obr. 30 Paris-Erdoganova křivka [25,31]

Druhé stádium je popsáno Paris – Erdoganovým zákonem (P-E zákon) popisující rychlost šíření únavové trhliny

$$AK_a^m = \frac{dl}{dN} \quad (8)$$

Kde l je délka trhliny, N je počet cyklů a A a m jsou materiálové konstanty. Pomocí Paris – Erdoganova zákona a typickým znakem únavového lomu známým jako striace jsme schopni zjistit rychlost šíření trhliny. Striace jsou zjizvení povrchu únavového lomu vytvořené kvůli střídání směru napětí (např. tah/tlak). Jejich vznik popisuje Lairdův model (obr. 31). Střídáním směru napětí se trhlina rozevírá a vytváří se nová plocha (trhlina roste) a následně se trhlina uzavírá a její čelo otupuje. [25,31]

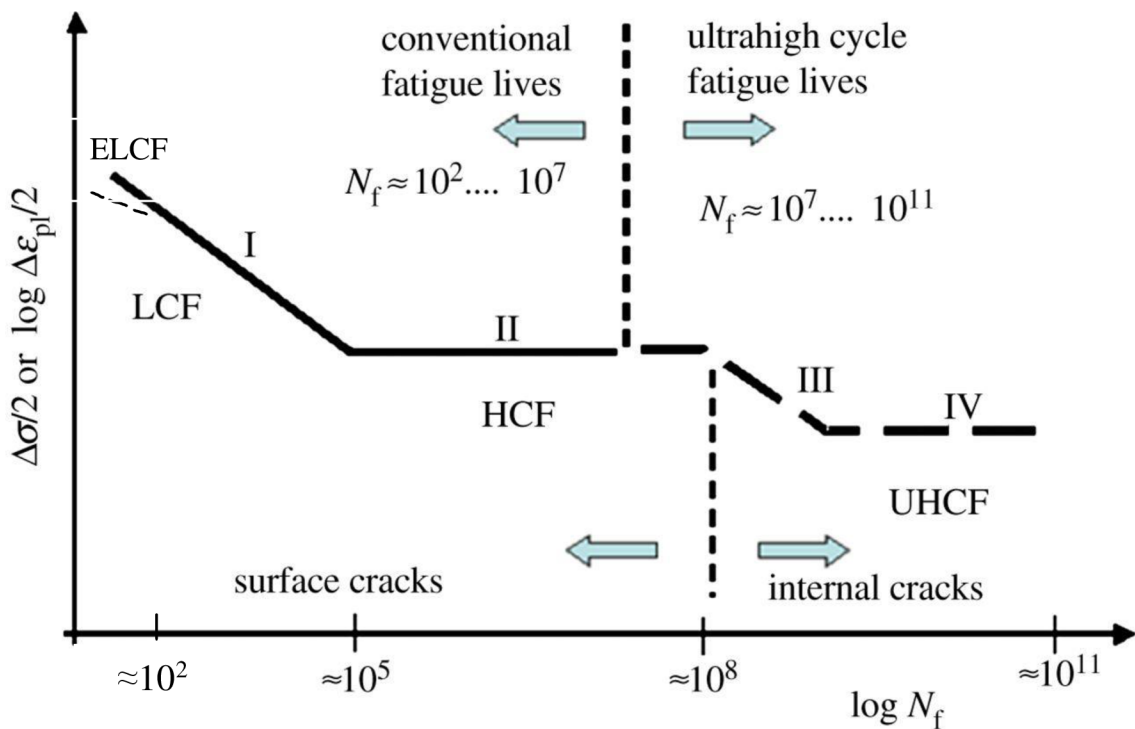


Obr. 31 Lairdův model růstu trhliny a tvorby striací [38]

Koukneme-li se na lomovou plochu s dostatečně velkým zvětšením a lomová plocha je dostatečně očištěna, jsme schopni využít P-E zákon, jelikož jednotlivé cykly jsou na povrchu vyznačeny striacemi a vzdálenost jednotlivých striací mezi sebou vyznačuje růst trhliny.

2.2.2 Únavová životnost

Dalším způsobem jak rozdělovat proces únavy, je dle počtu cyklů do lomu (obr. 32).



Obr. 32 Křivka životnosti (upraveno) [56]

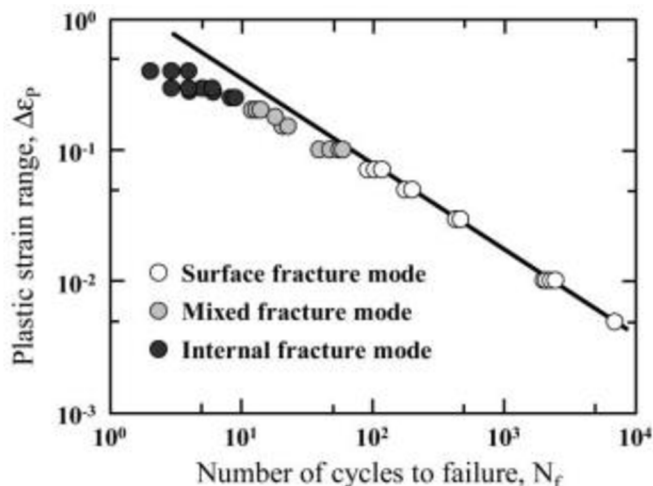
Oblast extrémně nízkocyklové únavy

V dnešní době jsou únavové vlastnosti materiálů běžně využívány pro predikci a prevenci selhání za cyklického zatěžování. Jednou ze specifických možností je cyklické namáhání s extrémní amplitudou deformace, jako je tomu například u zemětřesení nebo mnohonásobného přetížení konstrukcí. Za těchto podmínek materiály standardně selhávají za méně než 100 cyklů a vykazují chování odlišné od klasického nízkocyklového (LCF). Pro odlišení byl vytvořen pojem extrémně nízkocyklová únava (ELCF). [26,46] Jsou zde 3 aspekty, které odlišují ELCF of LCF:

1. Vývoj mikrostruktury: extrémní amplitudy deformace a naakumulovaná plastická deformace mohou vést ke speciálnímu chování plastické deformace následované vývojem mikrostruktury odlišným od mikrostruktury vytvořené za klasických LCF podmínek[46]

2. Cyklické změkčování a zpevňování: Jelikož míra cyklického zpevnění/změkčení je závislé na amplitudě napětí a životnost těchto součástí je velmi krátká, materiály v mnoha případech nedosáhnou stabilizace neboli satureování zpevnění/změkčení. Tímto jsou únavové modely závislé na cyklické stabilizaci neschopné přesné predikce životnosti, jak lze vidět na obr. 33, kde je viditelný odklon predikovaných a experimentálních hodnot. [46]

3. Módy porušení: Oproti LCF jsou módy zatížení těles značně odlišné, např. při tah-tlak únavových testech, lom bývá často iniciován uvnitř tělesa, zatímco při LCF režimu je trhlinka iniciována na povrchu. Dále vzhledem k nízké životnosti a extrémním amplitudám deformace jsou zastoupení stádií únavy velmi odlišné, což má za následek odlišnou fraktografii lomu.[46]



Obr. 33 Křivka životnosti konstrukční ocele S20C v oblasti extrémně nízkocyklové únavy [46]

Oblast nízkocyklové únavy

Oblast nízkocyklové únavy se rozpíná zhruba mezi $10^2 - 10^5$ cykly. Kromě počtu cyklů do porušení je dalším rozhodujícím parametrem velikost plastické amplitudy deformace. O nízkocyklovou únavu se jedná v případě, že amplituda plastické deformace se pohybuje v okruhu $10^{-4} - 10^{-2}$. Způsob zatěžování se při nízkocyklové únavě lze rozdělit na 2 možnosti: tvrdé a měkké zatěžování. V případě tvrdého zatěžování je kontrolní veličina, dle které se řídí zkouška plastická nebo celková deformace. Životnost součásti je poté popisována tzv. Manson-Coffinovou křivkou (obr. 23). Jedná se o korelaci amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} a příslušným počtem cyklů do lomu N_f . Tento vztah lze vyjádřit následovně:

$$\epsilon_{ap} = \epsilon'_f * (2N_f)^c \quad (4)$$

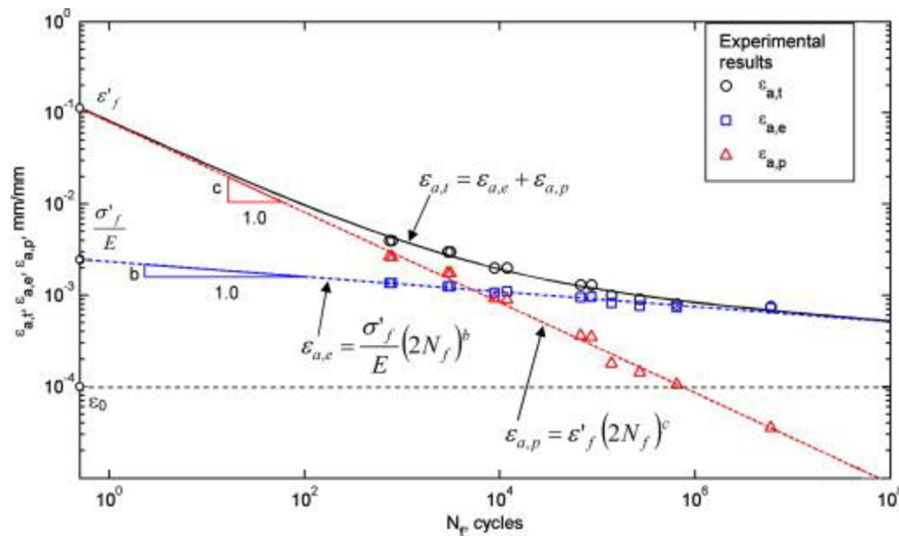
kde ϵ'_f se nazývá součinitelem únavové tažnosti a c je exponentem únavové tažnosti. Oba parametry jsou materiálovými konstantami týkajícími se únavových vlastností. V případě měkkého zatěžování je řídicím parametrem napětí. Při tomto zatěžování byl Manson-Coffinův vztah modifikován a je označován jakožto Wöhler-Basquinova křivka, která ukazuje korelaci amplitudy napětí σ_a na počet cyklů do porušení N_f . Tento vztah lze vyjádřit následovně:

$$\sigma_a = \sigma'_f * (2N_f)^b \quad (5)$$

kde σ'_f je součinitel únavové pevnosti, b je exponentem únavové pevnosti a obě konstanty jsou materiálovými konstantami. Tyto rovnice lze mezi sebou převádět, jelikož oběma amplitudami lze popsat saturovanou hysterezní křivku a tudíž nejsou nezávislé. Manson tedy navrhl vyjádření únavové životnosti pomocí lineární superpozice (viz. obr.34) následovně:

$$\varepsilon_{at} = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma'_f}{E} * (2N_f)^b + \varepsilon'_f * (2N_f)^c \quad (6)$$

kde E je modul pružnosti v tahu. V případě vysokých amplitud bude převládat plastická složka a tudíž bude životnost určena odolností materiálu vůči cyklické plasticitě, zatímco při nízkých amplitudách bude záležet především na tuhosti materiálu. [25]

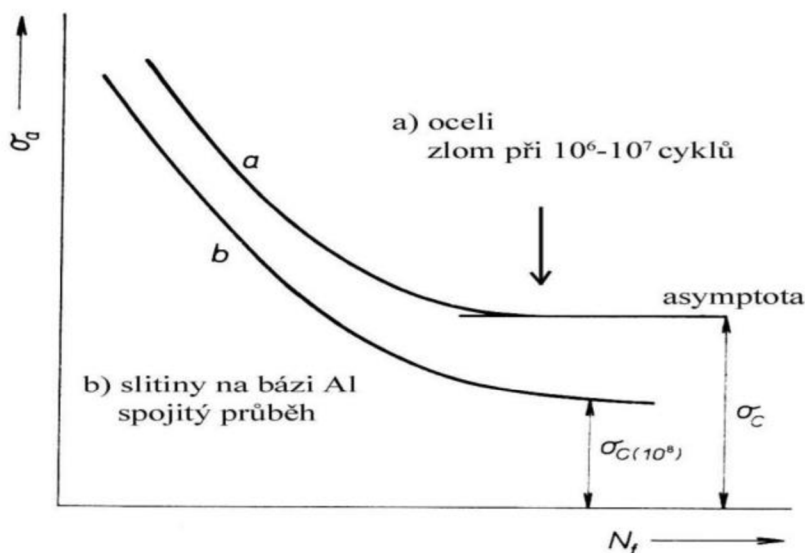


Obr.34 Závislost počtu cyklů do porušení na amplitudě deformace, Manson-Coffinova křivka – amplituda plastické deformace [25]

Oblast vysokocyklové únavy

Oblast vysokocyklové únavy se nachází v intervalu počtu cyklů do lomu (10^5 ; 10^7). Pro popsání vysokocyklové únavy se používá Wöhlerova křivka a hodnota meze únavy σ_c . Pro testování v této oblasti je používán pouze měkký mód zatěžování, jelikož amplituda plastické deformace je v této oblasti příliš malá. Velikost amplitudy plastické deformace v oblasti meze únavy dosahuje řádově 10^{-5} . Mez únavy se určuje z Wöhlerovy křivky, kde se sklon křivky vyrovná (obecně mezi 10^6 - 10^7). Ačkoliv při tomto napětí vznikají únavové mikrotrhliny, nemohou se dále šířit.

Existují materiály, u kterých nedochází k vyrovnání sklonu (obr. 35) (např. hliník a jeho slitiny). U těchto materiálů se zavádí únavová životnost jako hodnota amplitudy napětí, za kterého nedojde k lomu zkušebního tělesa do 10^8 cyklů. [25]



Obr. 35 Schématická Wöhlerova křivka pro materiály s oblastí trvalé životnosti (a) a bez ní (b) [25]

Únavová trhлина se ve vysokocyklové únavě zpravidla iniciuje na povrchu zkušebních vzorků, a to na defektech nebo vměstcích. Při nabití kritické velikosti se trhлина začne s každým cyklem šířit materiálem. Důkaz tohoto postupování se nazývá striace. Jedná se o „schodky“ na povrchu lomové plochy, které vycházejí z místa iniciace až do dolomu vzorku. Jelikož vzdálenost mezi jednotlivými striacemi je rovna jednoho cyklu, lze tak zjistit rychlost šíření trhliny pomocí Paris-Erdoganova zákona. [25]

Oblast gigacyklové únavy

Oblast gigacyklové únavy je v rozmezí $10^7 - 10^{12}$ cyklů. Zde dochází k únavovému porušení s amplitudou napětí nižší, než je mez únavy. Jedná se zpravidla o vysokofrekvenčně namáhané komponenty (ložiska, pružiny atd.). [47]

Podstatná odlišnost od vysokocyklové únavy je v místě iniciace trhliny. Pro gigacyklovou únavu se materiály rozdělují do 2 skupin:

1. Tažné homogenní materiály – FCC kovy a slitiny
2. Vysokopevné materiály obsahující vměstky

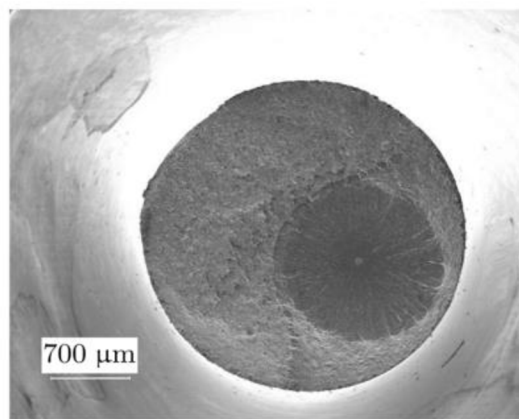
V případě 1. typu je teoretizováno určité zdrsnění povrchu vlivem persistentních skluzových pásů. Ačkoliv nevratná část cyklického skluzu se jevila zanedbatelná, celkový součet poškození byl srovnatelný s mnohem menším počtem cyklů v oblasti HCF. [56]

U 2. typu materiálů se trhлина téměř vždy iniciuje uvnitř. Vzhled lomové plochy je také unikátní. Trhлина se iniciuje na vměstkách a kolem nich se tvoří tzv. fish eye (rybí oko). Jedná se o jemnozrnnou morfologii kruhovitěho tvaru na lomové ploše o znatelně tmavším odstínu oproti zbytku lomové plochy. Nekomové vměstky jsou přítomné v komerčních materiálech již z výrobních procesů a právě jejich přítomnost, tvar a velikost je to, co předně řídí gigacyklovou životnost materiálu. [47]

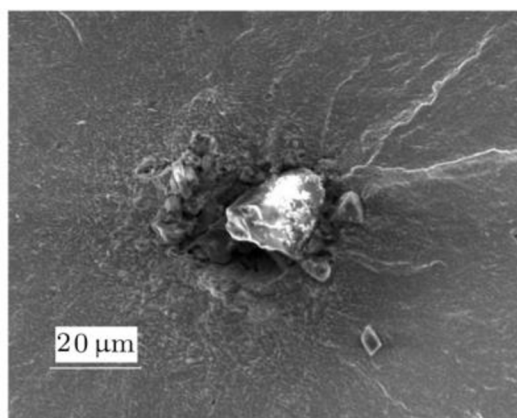
Velkou snahou byla a stále je snaha vytvořit model pro predikci životnosti. Jedním z nich byl model vytvořený Tanakou a Murou. Jedná se o dislokační model pro iniciaci únavové trhliny.

$$N_i = \frac{AW_s}{(\Delta\tau - 2\tau_f)^2} \quad (7)$$

Kde N_i je počet cyklů do iniciace trhliny, W_s je lomová energie, $\Delta\tau$ je rozmezí skluzového napětí, τ_f je skluzové napětí potřebné pro pohyb dislokací a A je závislé na typu iniciované trhliny. Zbytek životnosti od kritické velikosti trhliny až po dolom se řídí Paris-Erdoganovým zákonem.[47]



(a)



(b)

Obr. 36 Lomová plocha a detail místa iniciace trhliny v oceli 42CrMo4 po $5,8 \times 10^8$ cyklech

2.2.3 Hlavní faktory ovlivňující životnost

Nejdůležitějšími faktory, které ovlivňují životnost, jsou stav povrchu součásti, čistota materiálu a kvalita způsobu zpracování. Ve všech případech se totiž jedná o jakési koncentrátoři napětí, ze kterých se ve valné většině případů bude iniciovat trhlinka.

Vliv stavu povrchu

Je obecně známým faktem, že stav povrchu ať už s povrchovými úpravami nebo bez nich může značně ovlivnit celkovou životnost součásti. Kvalitu povrchu ovlivňuje především metoda výroby. Podle požití metody pro výrobu součásti získá náš povrch určitou drsnost. Obecně čím drsnější povrch, tím větší koncentrátoři napětí se vyskytují na povrchu. To bude mít za následek urychlení únavy materiálu. Drsnost povrchu lze ovlivnit buď klasicky opracováním povrchu jako je leštění, superfinišování, honování a další. Další možnosti jsou povrchové úpravy ve stylu nanášení vrstev. Ačkoliv je tento způsob validní a funkční jeho výsledný efekt není tak dobrý jako samotné leštění povrchu, jelikož se mohou vytvářet vady na rozhraní součást/povlak. Nejlepším případem je tedy kvalitně opracovaný (vyleštěný) povrch s následnou povrchovou úpravou, která by do oblasti povrchu přinesla tlaková pnutí. Důvod výhody tlakového pnutí je v mechanismu samotné únavy, jelikož se trhlinky vytvářejí a šíří pouze v tahové části napětí. Zanesením tlakového pnutí do povrchu tedy zlepšujeme únavové vlastnosti. Analogicky v případě zanesení tahového pnutí se únavové vlastnosti materiálu značně zhoršují.

Samozřejmě se nejedná pouze o drsnost a stav povrchu, ale i konstrukční a technologické vruby. Vrub působí jako koncentrátoři napětí, což může mít za následek značně větší napětí v kořeni vrubu, než je amplituda napětí. Může zde tudíž docházet k tvorbě plastických deformací a tvorbě prasklin.

Vliv asymetrie zátěžného cyklu

Velmi důležitý faktor v případě testování únavové životnosti zastává asymetrie zátěžného cyklu. Ačkoliv valná většina únavových zkoušek probíhá za symetrického cyklu, v případě reality tomu tak není, ať už u větších součásti, které jsou předepjaté svou vlastní vahou, tak i v případě nosných konstrukcí. Nejlepší výsledky únavové životnosti a meze únavy jsou v případě symetrického cyklu zatížení. Začneme-li na vzorek působit asymetrickým zátěžovým cyklem s větším podílem zatížení v tahu, dochází ke zřetelnému zhoršování únavové životnosti a meze únavy.

Vliv okolního prostředí

Korozní prostředí má významný vliv na únavovou životnost. V případě vystavení koroznímu prostředí dochází k vytváření korozních produktů na povrchu vzorku a tím i zjednodušení tvorbě plastických deformací. Pokud je okolní prostředí agresivní může docházet k naleptávání a vytváření jamek, které působí jako velmi silné koncentrátoři napětí.

Vliv teploty

V případě snižování teploty zkoušení stoupá mez únavy hladkých vzorků. Avšak pokud budeme pokračovat ve snižování pod tranzitní teploty, mez únavy značně klesá vlivem zkřehnutí materiálu. Pokud budeme teplotu naopak zvyšovat, bude docházet ke snižování meze únavy.

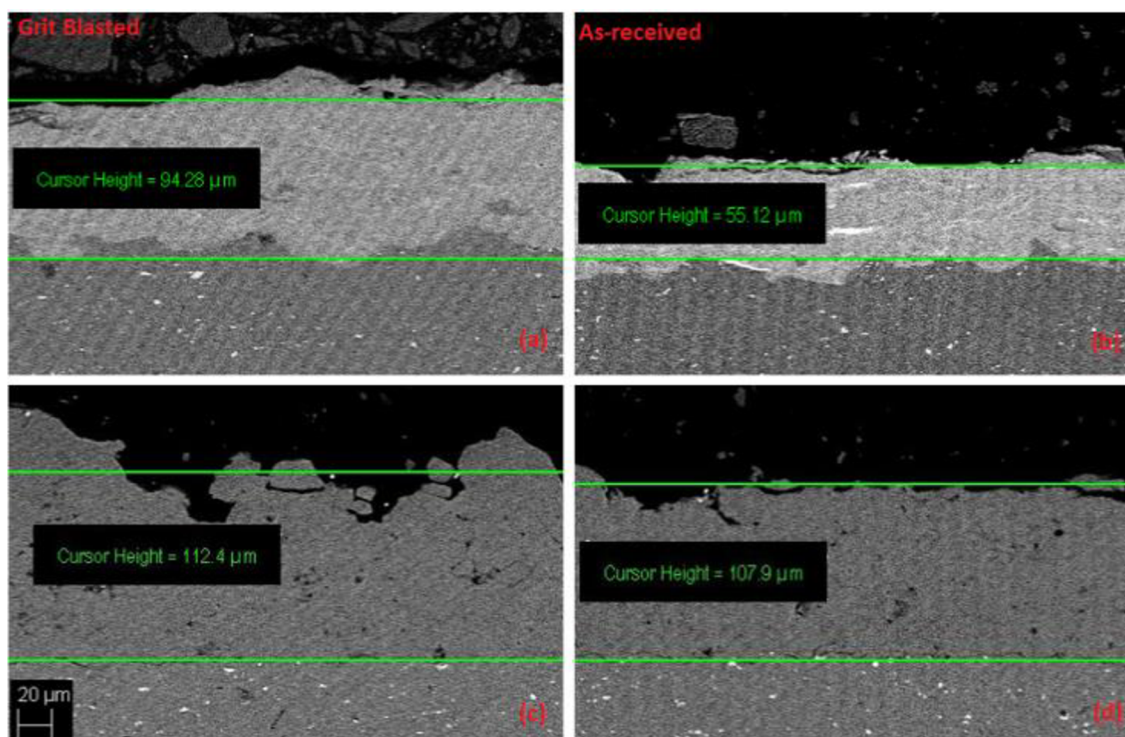
Vliv čistoty materiálu

V případě velmi nízkých amplitud napětí začíná znatelně hrát roli i čistota materiálu a to vměstky a precipitáty, které se mohou v matici vyskytovat. Lze tedy konstatovat, že čistota materiálu a způsob zpracování fungují obdobným způsobem jako drsnost povrchu. Pokud se v materiálu vyskytují nekoherentní nebo jehlicovité precipitáty, vměstky nebo póry budou v rámci únavy fungovat jako koncentrátoři napětí a jsou ideální slabinou systému, na jehož rozhraní mohou vznikat mikrotrhliny, které se dále mohou spojit a vytvořit magistrální trhlinu vedoucí ke zničení součásti. Proto je důležité si pečlivě hlídat správné složení materiálu a použít vhodná tepelná zpracování.

2.3 Únavové chování materiálů připravených metodou CS

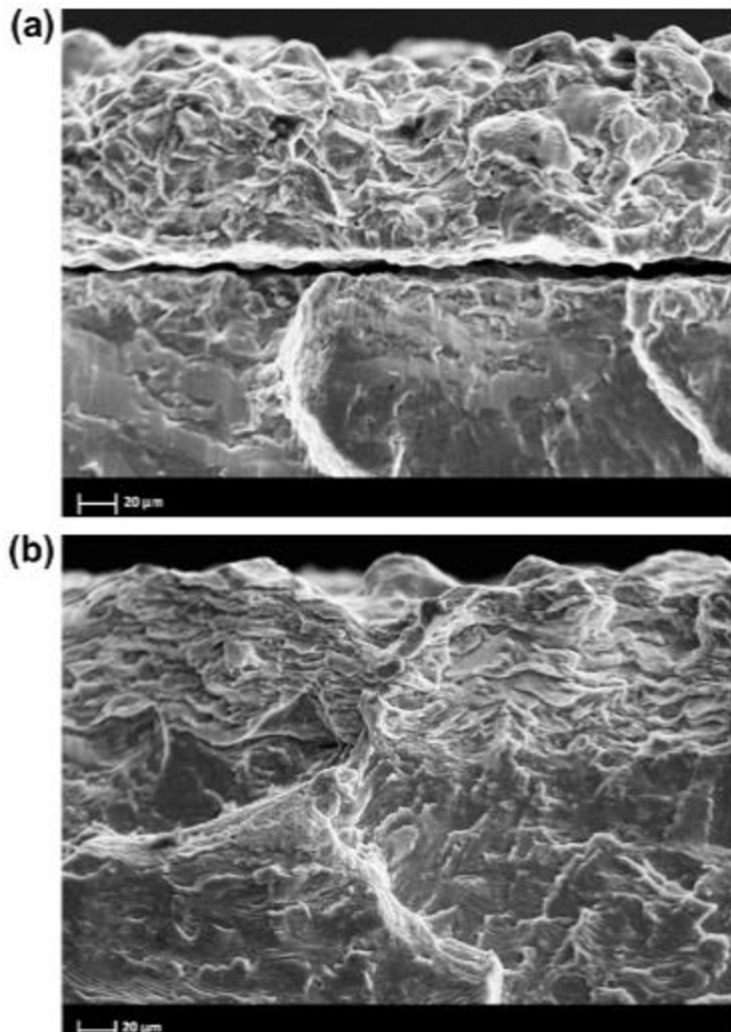
2.3.1 Vliv výběru materiálu

Je velmi důležité, jaké materiály budou zvoleny pro tuto metodu a také jakým způsobem se snažíme tento materiál použít. Tímto je myšlena samotná kompatibilita substrátu a deponovaného prášku. Článek podporující tuto myšlenku lze vidět na obr. 37 a 38, kde R. Ghelichi, M. Guagliano a spol. [17], vytvořili dva vzorky. V obou případech byl jako substrát použita hliníková slitina EN AW5052, na níž byl v prvním případě deponován čistý hliník a v druhém hliníková slitina EN AW7075. Na obr. 37 lze vidět v horní řadě (Al 7075 hliník) čistě rozeznatelný přechod mezi substrátem a deponovanou vrstvou. Je tedy možné, že nedošlo k řádnému promíchání prvků a tvorbě pevnějších vazeb mezi substrátem a povrchovou vrstvou. Na druhou stranu v případě povrchové vrstvy z čistého hliníku tuto domněnku mít nelze, jelikož odstín šedí vyvolaný zpětně odraženými elektrony (BSE) je velmi podobný a přechod mezi vrstvami rozeznatelný plně není. Jediné, co nám pomáhá rozeznat konec povlaku, jsou bílé precipitáty v EN AW5052. Naopak v případě EN AW7075 vytvořený povlak vypadá velmi kompaktně bez viditelně vysokého množství pórů, zatímco u čistého hliníku je vidět obrovské množství vad v samotném povlaku. [17]



Obr. 37 SEM fotky (a) pískovaného vzorku pokrytého vrstvou EN AW7075 (b) neupraveného vzorku s EN AW7075 vrstvou (c) pískovaného vzorku pokrytého čistým hliníkem (d) neupraveného vzorku pokrytým vrstvou čistého hliníku (zvětšení 500x) [17]

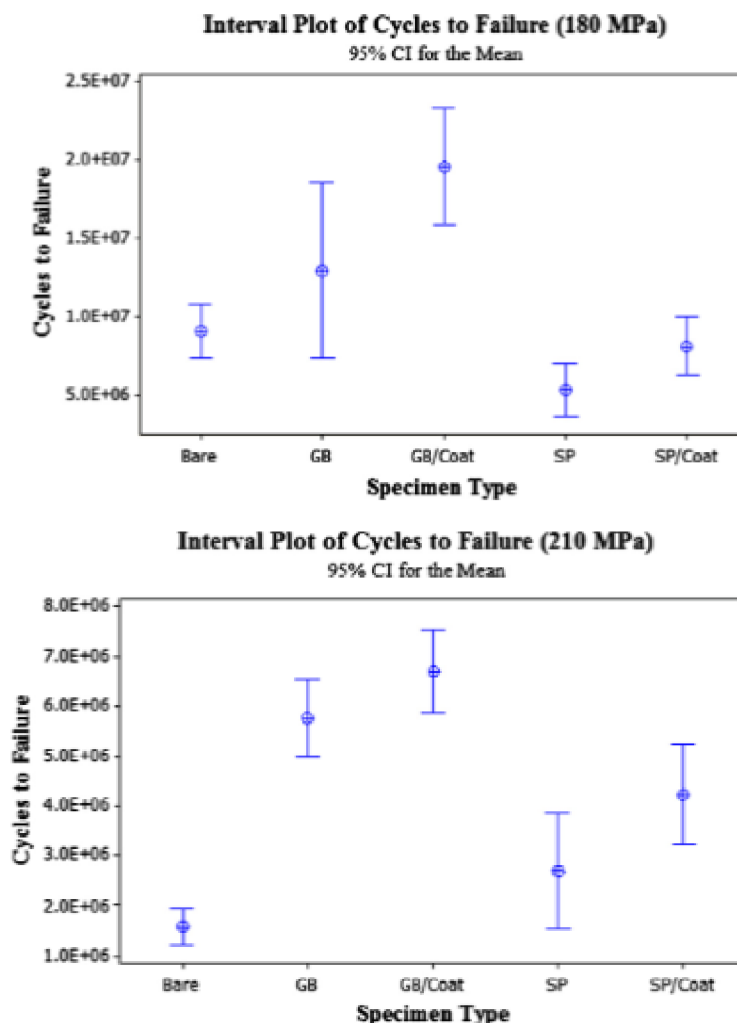
Na obr. 38a můžeme vidět delaminaci vrstvy čistého hliníku od substrátu EN AW5052, zatímco v případě obr. 38b je povlak EN AW7075 pevně přichycený k substrátu. Takto se ukázalo, že v případě EN AW5052 je čistý hliník nevhodný pro tvorby povlaků a oprav metodou ColdSpray. [17]



Obr.38 SEM fotky rozhraní mezi deponovaným materiálem a substrátem u po únavové zkoušce (zvětšení 1000x) (a) vzorek s povlakem z čistého hliníku (b) vzorek s povlakem z EN AW7075 [17]

2.3.2 Vliv úpravy povrchu

C.W Ziemian a spol. [45] studovali vliv drsnosti povrchu substrátu EN AW2024 později deponovaného čistým hliníkem na únavovou životnost. Vytvořili 5 řad vzorků. První byla kontrolní řada čistého EN AW2024 a na dalších byly následující povrchové úpravy, a to pískování, kuličkování, pískování a CS, kuličkování a CS. Cold Spray měl vždy pozitivní efekt na únavovou životnost vzorků, jak lze vidět na obr. 39.



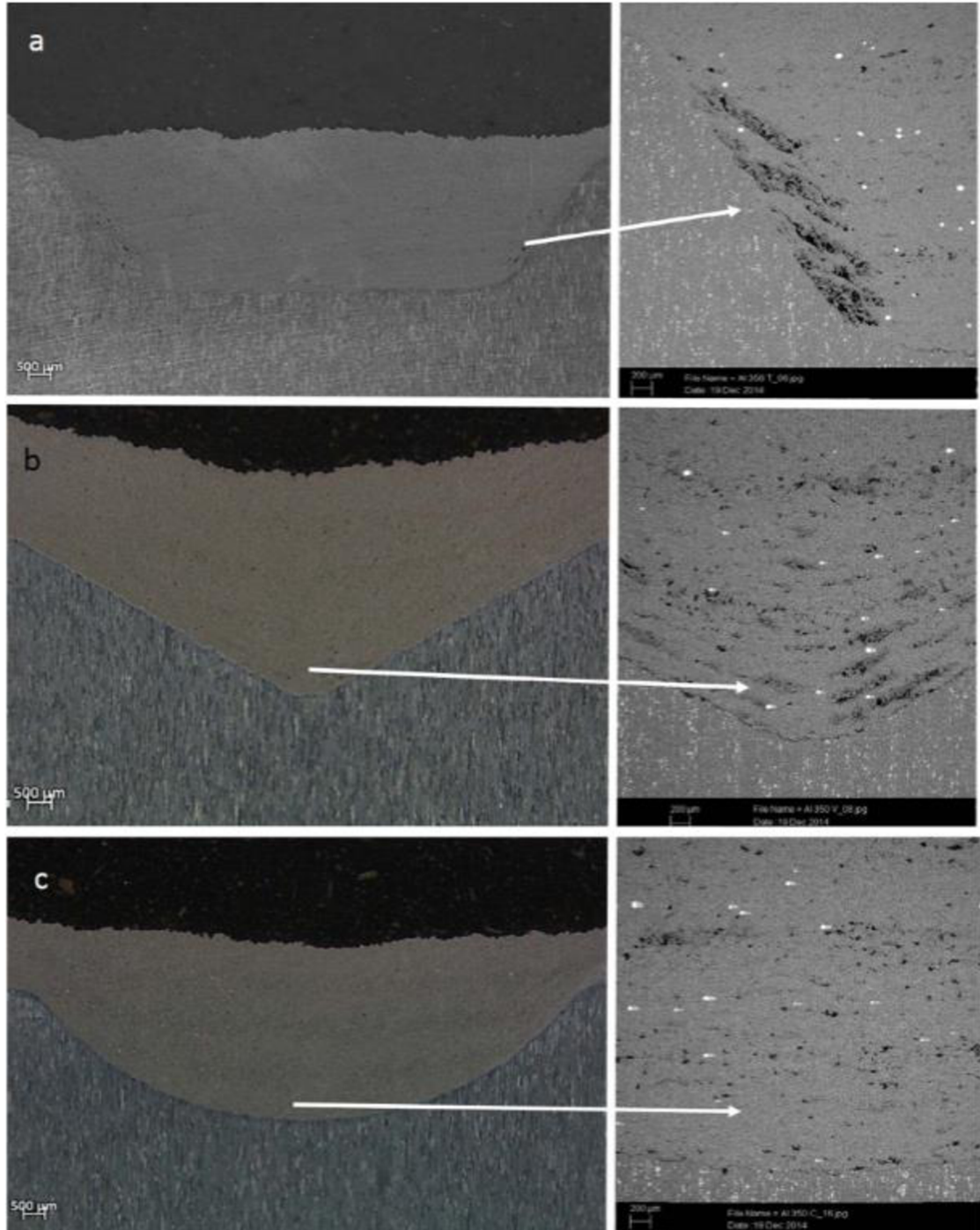
Obr.39 Výsledky únavové životnosti při zátěžovém napětí 180 MPa a 210 MPa [45]

Avšak v případě vzorků, jenž byly kuličkované, velmi často docházelo k tvorbě trhliny na rozhraní substrátu a deponované vrstvy, kvůli trhlinám v důlcích vytvořených kuličkováním.

Výhodou využívání těchto metod povrchových úprav je obecné zlepšení zachytávání a deformování částic prášku a substrátu a tím i lepší kohezi povlaku a substrátu. Nemluvíme o odstranění oxidické vrstvy na substrátu. Možným problémem v případě kuličkování může být nejen tvorba trhlin, ale i nadměrné deformační zpevnění povrchu, což bude mít za následek zmenšení možné plastické deformace substrátu, a tím snížení kvality propojení substrátu s deponovanou vrstvou.

Dalším úhlem pohledu ohledně úpravy povrchu substrátu by se měl týkat toho jakým způsobem opracovávat substrát v případě opravování součástí ColdSpray metodou (obr. 40). Při úpravách touto metodou je zapotřebí dbát nejen na kompatibilního materiálu (předešlá kapitola), ale i jakým způsobem obrobíme opravovanou oblast. Pokud chceme zvýšit životnost součástí, můžeme mechanicky odstranit část materiálu a následně ho vyplnit deponováním vrstvy metodou ColdSpray. Je důležité držet se stejných pravidel, které jsou v případě klasického deponování. Obecně se snažíme vyhnout deponování pod úhlem. V případě deponování pod úhlem menším než 30° snižujeme efektivitu procesu.

Při velkých úhlech nakonec nemusí zachycení částice vůbec dojít a dojde pouze k odražení, popřípadě erozi. Snižování efektivity zachycování částic se nám budou vytvářet ve struktuře póry, jež budou mít za následek dřívější porušení součásti. Dále se snažíme vyvarovat uzavřenější oblastem. Prášek se může zachytávat ve vyšších místech kavity a tím vytvořit póry v materiálu, které by byly fatální pro životnost. [38]



Obr. 40 Uměle vytvořené jamky vyplněné pomocí metody ColdSpray [38]

Průzkumem možností opravování pomocí metody ColdSpray se zabývá například Mario Guagliano a spol. ohledně opravování leteckých součástí, a tím prodlužováním jejich životnosti. Způsob zkoumání této možnosti byl proveden vytvořením zářezu na vzorku následnou depozicí do původních rozměrů a poté vyleštěním. Nejen že žádné porušení nenastalo z důvodů delamice, ale dokonce u velkého množství testovaných vzorků se trhlinka vytvořila mimo oblast opravovanou Cold sprayem, což dokazuje zajistitelnou kvalitu a reprodukovatelnost. [38]

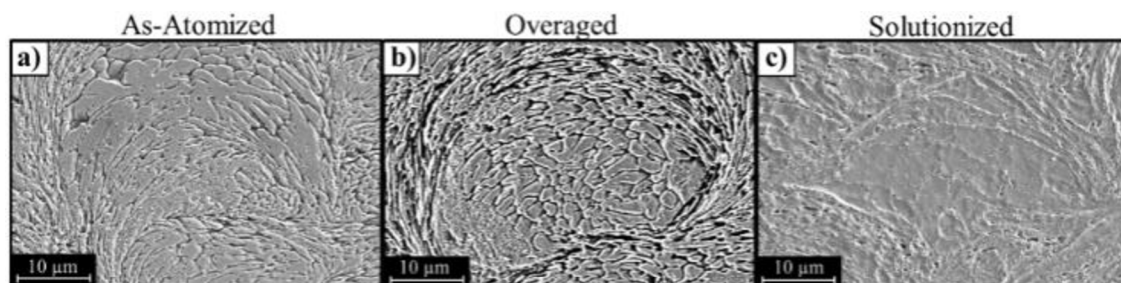
2.3.3 Vliv tepelného zpracování

V případě, že tryskaný materiál není čistý kov, popřípadě slitina se 100% rozpustností, připadá v úvahu použití tepelné zpracování. Takových materiálů je mnoho, včetně toho používaného pro tuto diplomovou práci v praktické části, a to slitina hliníku EN AW7075. Vzhledem k jejímu chemickému složení (lze vidět v kapitole 3) tato slitina vytváří velké množství intermetalik, a to jak na hranicích, tak uvnitř zrn.

Před tryskáním

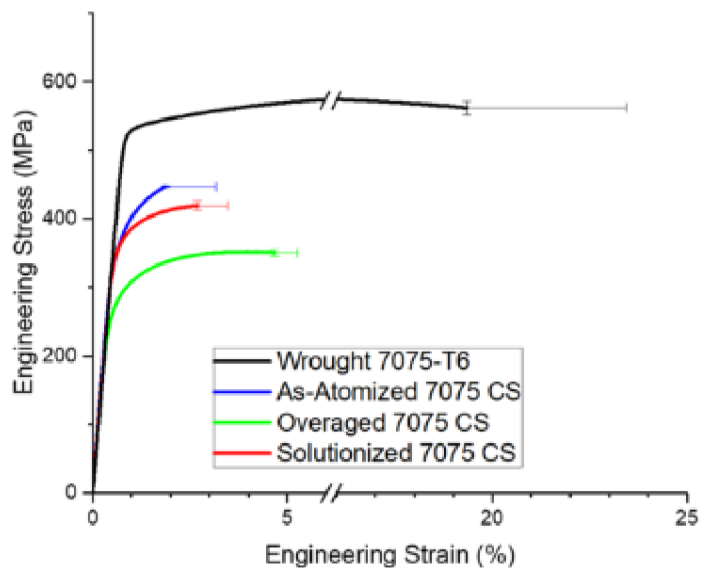
Jedna z možností, kdy tepelně zpracovat daný materiál, je ještě v jeho práškové podobě, tedy před využitím technologie Cold spray. Touto možností se zabýval C.J. Williamson a spol. [40] Jejich cílem bylo tepelné zpracování prášku pouze před zpracováním a jeho vliv na únavovou životnost a lomový mechanismus bulk vzorků vytvořených CS technologií.

Studované byly 3 stádia (viz. Obr. 41): Všechny tři prášky vznikly atomizací, následně byl jeden prášek tepelně zpracován na T7 a další podstoupil rozpouštěcí žihání. Materiál na Obr. 35 byl naleptán pro viditelnější zobrazení intermetalického síťového skrz a podél částic. [40]



Obr. 41 Mikrostruktura prášku EN AW7075 (a) atomizovaného, (b) přestárlého a (c) po rozpouštěcím žihání [40]

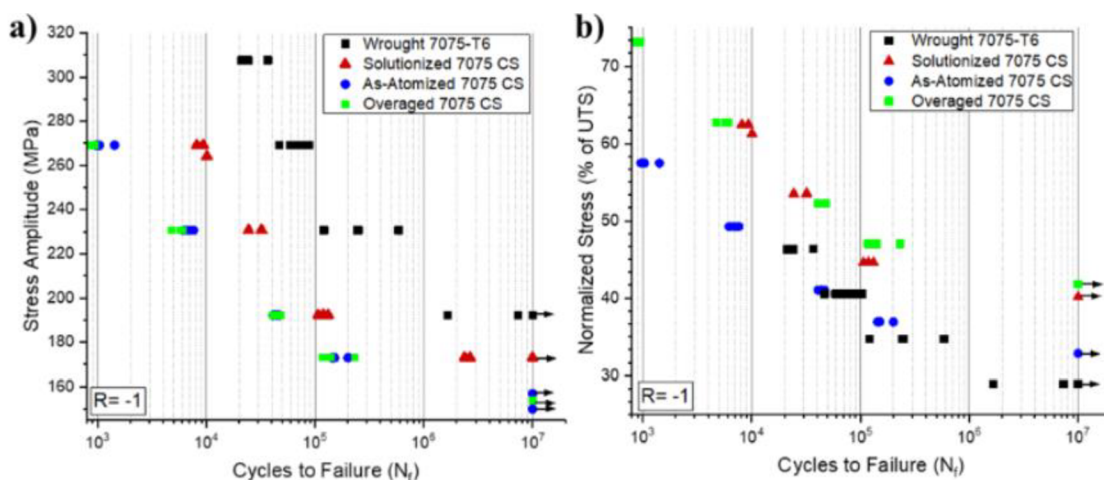
Jak lze vidět na Obr. 42, nejbližší k tvářené AW 7075-T6 se vzhledem k pevnosti dostává deponovaný prášek bez tepelného zpracování, poté prášek po rozpouštěcím žihání a jako poslední je prášek přestárlý. Důvodem v případě přestárlého prášku je transformace metastabilní semikoherentní fáze η' na fázi nekoherentní η a precipitace fází jako S-fáze (obohacená o Al-Mg-Cu) a T-fáze (obohacená o Al-Zn). Prášek po rozpouštěcím žihání naopak téměř ztratil jakoukoliv zpevňující strukturu a vzhledem k žihání se dá i očekávat, že došlo ke snížení dislokační hustoty a zhrubnutí zrn. Na druhou stranu vzhledem k těmto faktům došlo ke zvětšení plasticity obou vzorků oproti prášku bez tepelného zpracování a v mezi kluzu jsou vzorky totožné s neošetřeným práškem a práškem po rozpouštěcím žihání a mez pevnosti je u prášku s RŽ nižší o zhruba 8 %. [40]



Obr. 42 Tahová zkouška CS vzorků s práškem atomizovaným, přestárlým a po rozpouštěcím žihání v porovnání s tvářeným vzorkem [40]

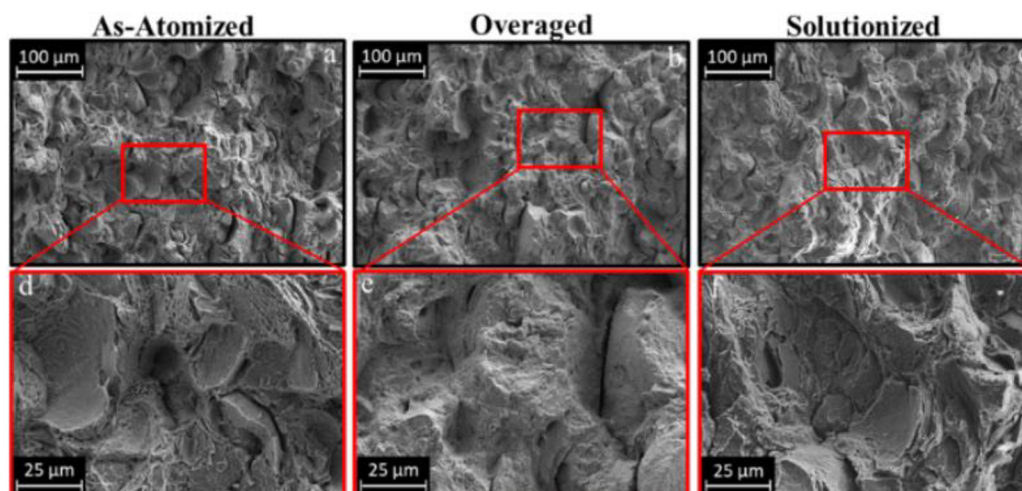
Na obr. 43 jsou dále vidět výsledky únavových zkoušek. V případě obr. 43a je vzhledem k obrovskému rozdílu v mezi pevnosti pochopitelné snížení meze únavy oproti tvářenému materiálu. Přestárlý prášek navzdory pevnostním rozdílům dosahuje podobného počtu cyklů do porušení jako prášek atomizovaný. Prášek po rozpouštěcím žihání vykazuje značné zvýšení počtu cyklů do porušení a také zvýšení meze únavy oproti ostatním CS vzorkům. [40]

Pokud by však změna počtu cyklů do porušení a meze únavy byla čistě zásluhou změny pevnosti materiálu, tak po normalizaci dat S-N křivek dle meze pevnosti by křivky měly být téměř totožné. Na obr. 43b lze vidět, že toto tvrzení je pravdivé v případě tvářeného T6 a CS atomizovaného materiálu. Avšak CS T6 prášek spolu s práškem po rozpouštěcím žihání vykazují zlepšení únavových vlastností. [40]



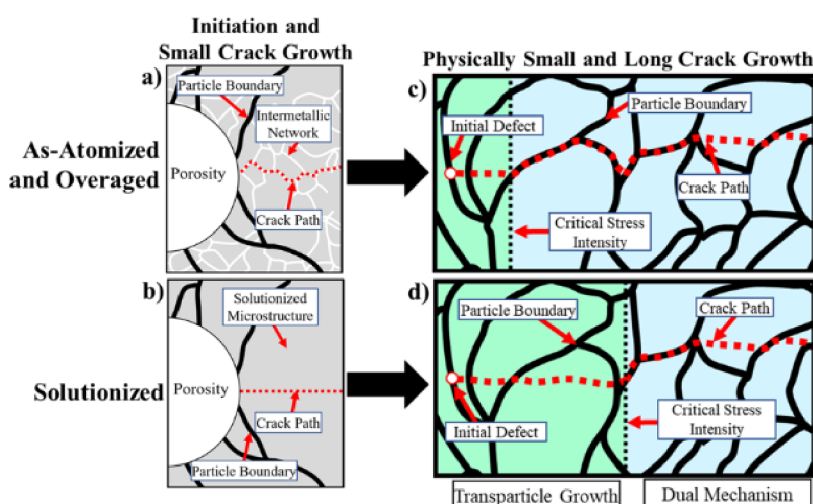
Obr. 43 (a) S-N křivky porovnávající vzorky s práškem atomizovaným, přestárlým a po rozpouštěcím žihání s tvářeným vzorkem, (b) S-N křivky normalizované podle meze pevnosti jednotlivých materiálů [40]

Zvýšení únavových vlastností přestárých CS vzorků se přikládá kombinaci precipitace fáze η' na nekoherentní η ve struktuře a navýšení plasticity. Důkazem je viditelné zvýšení deformace zrn při fraktografii (obr. 44b). Zatímco atomizovaný (obr. 44a) a RŽ prášek (obr. 44c) mají stejné mechanismy, a to převážně hladké plochy z důvodů dekoheze částic s minimální deformací.



Obr. 44 SEM fraktografie (a) atomizovaného, (b) přestárého a (c) prášku po rozpouštěcím žihání [40]

U prášku po rozpouštěcím žihání je jako vysvětlení navýšení únavových vlastností ztráta křehkého intermetalického síťoví, a tím zvětšení energie nutné pro iniciaci trhliny jako je názorně ukázáno na obr. 45. Zjednodušení iniciace je způsobeno možností tvorby trhliny v samotném síťoví v plastické zóně při zatěžování. Následný růst trhliny by probíhal dále podél intermetalického síťoví (obr. 45a-b). Po dostatečném zvětšení trhliny již trhlina nenásleduje intermetalikum, ale její růst je tím stále zjednodušován (obr. 45c-d). Lomové plochy by vypadaly téměř identicky až na přítomnost intermetalického síťoví a velikost transčásticového stádia růstu trhliny.[40]



Obr. 45 Znázornění vlivu existence intermetalické sítě pro tvorbu a růst trhlin (a) atomizovaného a přestárého prášku a (b) po rozpouštěcím zpracování s (c-d) makroskopickou demonstrací pozorovatelného rozdílu v intenzitě napětí potřebnému ke změně lomového mechanismu [40]

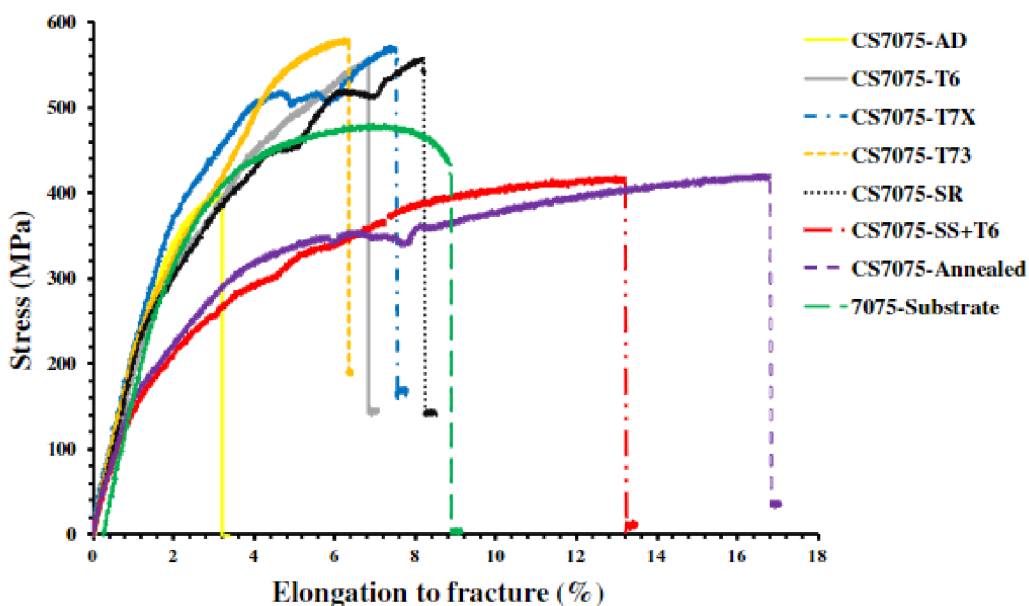
Po tryskání

Jelikož tvorba vrstev touto technologií je založena na extrémních deformacích částic, bývá vždy výsledkem velmi křehký materiál, jelikož jeho veškerá plasticita byla spotřebována při depozici. Při použití tepelného zpracování po depozici můžeme materiálu část ztracené plasticity navrátit spolu s upravením mikrostruktury. M.R. Rokni a spol. [41] se zaměřili právě na zkoumání vlivu 6 různých druhů tepelného zpracování (viz. tab. 3) u Cold spray depozic materiálu EN AW7075 a tyto stavy následně porovnávali s Cold spray depozicí bez tepelného zpracování a tvářeného AW 7075 bez tepelného zpracování (obvykle AW 7075 podstupuje tepelné zpracování T6 – umělé stárnutí).

Condition	Temperature (°C)	Time
AD	RT	8 months
T6	121	24 h
T73	107 + 163	6 + 24 h
T7X	107 + 163	6 + 4 h
SR	107 + 163	6 + 1 h
Annealing	412	3 h
SS + T6	450 + 121	12 + 24 h

Tab. 3 Teplotní zpracování vzorků EN AW7075 pro tahovou zkoušku [41]

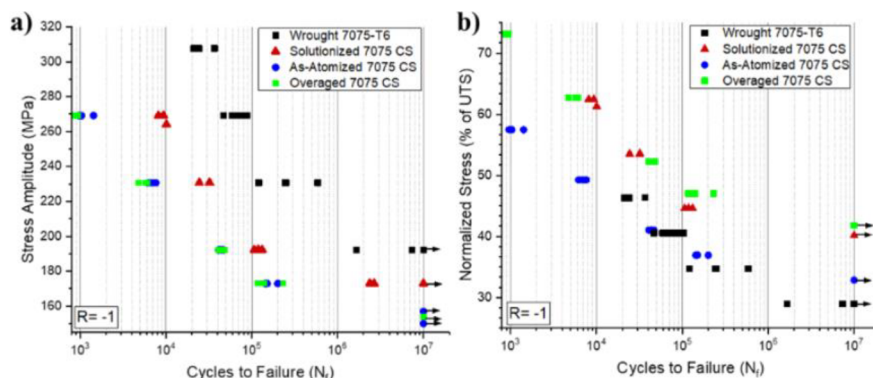
Výsledky tahových zkoušek vzorků s tepelným zpracování (dále TZ) (obr. 46) vykazují výrazné zlepšení pevnosti a tažnosti do porušení. V případě žihacích procesů, které trvají delší dobu za vysokých teplot, dochází pouze ke značnému zlepšení plasticity. Nedochází zde ke ztrátě pevnosti. V případě procesů umělého stárnutí dochází ke značnému zvýšení meze pevnosti a nárůstem plasticity. Odůvodněním těchto zlepšení vlastností autor článku přikládá několika faktorům, a to snížení porozity vlivem TZ a precipitaci intermetalik (které znesnadňují pohyb dislokacím). Podobnost meze pevnosti žihaných vzorků s deponovaným je vlivem hrubnutí ultra jemných zm v oblasti extrémní deformace částic v kombinaci s relaxací napětí a regenerací dislokační struktury.



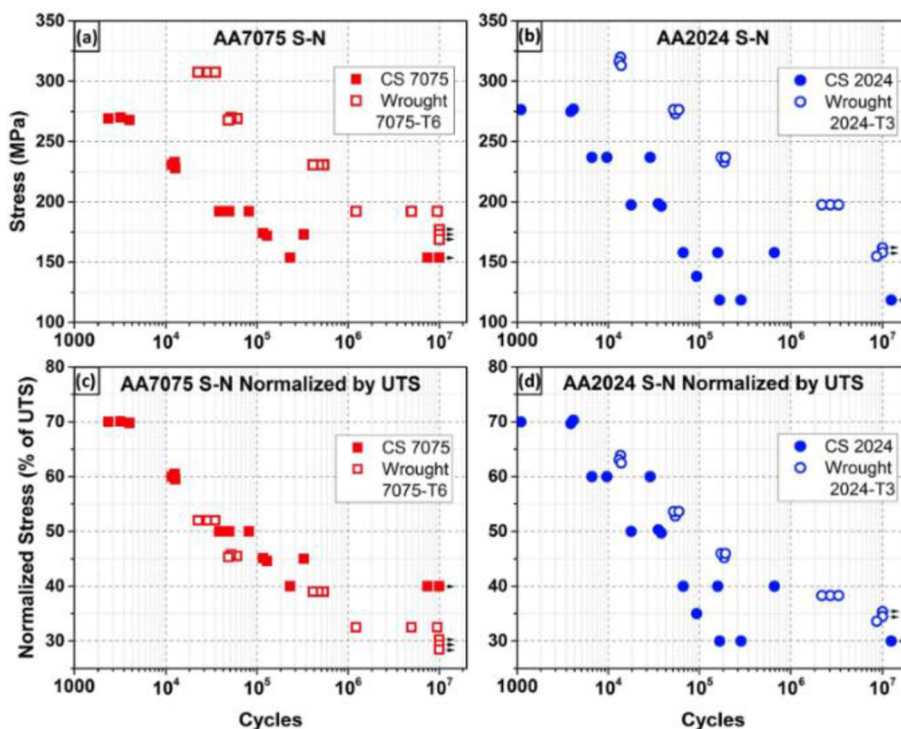
Obr. 46 Záznam tahových zkoušek těles vytvořených technologií Cold Spray a následně tepelně zpracovaných (viz. tab.3) [41]

2.3.4 Křivky životnosti

Životnost objemových těles CS materiálů je vždy snižena v porovnání s konvenčním materiálem, jak si lze všimnout na obr. 47 a 48. Může za to kombinace mnoha efektů. Od silně deformovaného materiálu zbaveného téměř veškeré plasticity po strukturu, která je plná drobných pórů a jednotlivé částice spolu nejsou plně spojené nýbrž kombinací svarů a mechanických spojů.

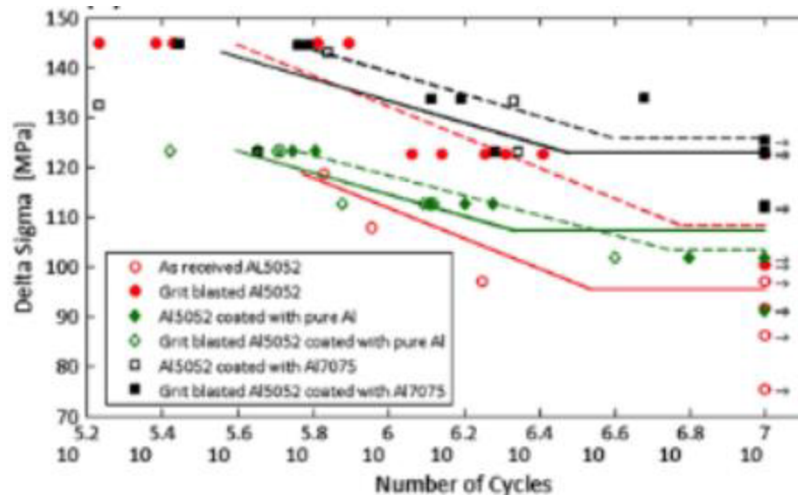


Obr. 47 (a) S-N křivky porovnávající vzorky s práškem atomizovaným, přestárlým a po rozpouštěcím žíhání s tvářeným vzorkem, (b) S-N křivky normalizované podle meze pevnosti jednotlivých materiálů [40]



Obr. 48 S-N křivky pro CS EN AW7075 (a) a CS EN AW2024 (b) v porovnání s konvenční verzí těchto materiálů a normalizované dle meze pevnosti pro CS EN AW7075 (c) a CS EN AW2024 (d)[43]

V případě únavových vlastností CS povlaků můžeme na substrát nadeponovat vrstvu od 50 μm až po možnosti stroje (myšleno do ucpání trysky nebo použití veškerého prášku v zásobníku). Při použití vhodných procesních parametrů a kompatibilního materiálu pro substrát dochází naopak ke zlepšení únavové životnosti díky vnesení residuálního tlakového napětí do materiálu a přidání materiálu s lepšími únavovými vlastnostmi na povrch, odkud se ve téměř vždy šíří trhlina (viz. obr. 49).

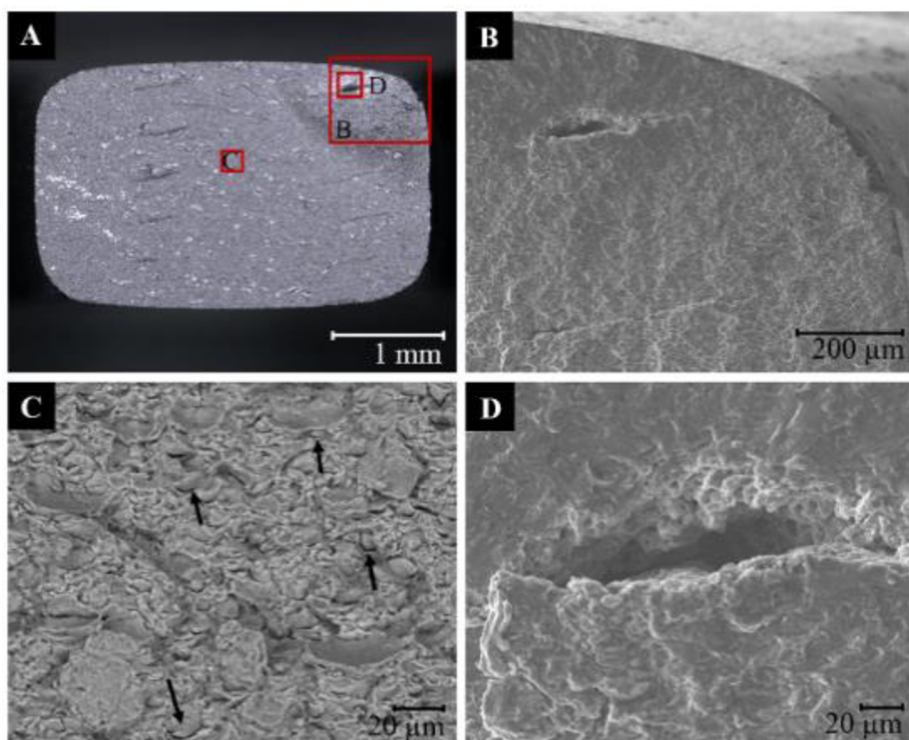


Obr.49 S-N křivky čistého substrátu, substrátů s povlaky EN AW7075 a čistý hliník a substráty s povlaky EN AW7075 a čistý hliník, kde substrát byl kuličkován [42]

2.3.5 Fraktografie

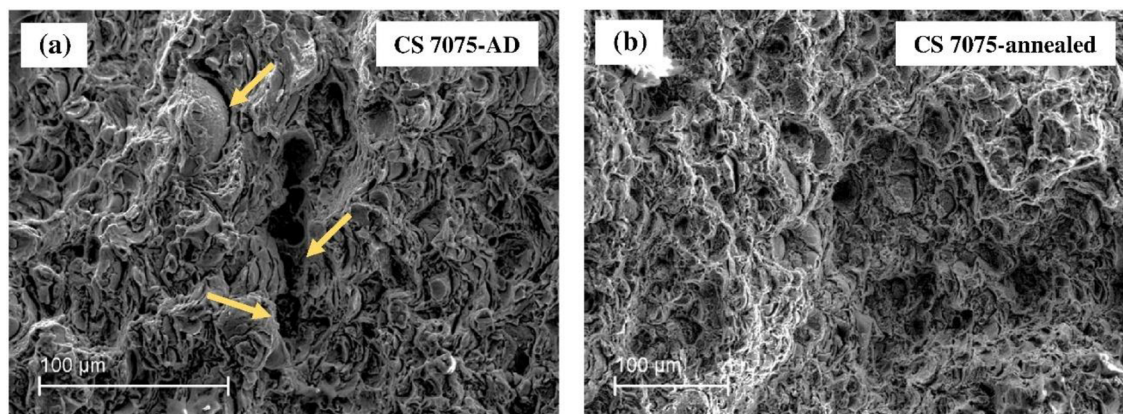
Objemová tělesa

Vzhledem k unikátnosti způsobu výroby touto technologií v porovnání s konvenčními způsoby, jsou i lomové plochy značně odlišné. Vzhledem ke křehkosti CS materiálů a jejich tvorby pomocí mikrosvarů a mechanických spojů v důsledku jettingu nejsou na lomové ploše striace, které by usnadnily lokalizování iniciačního místa. Jak lze vidět na obr.50c-d, lomová plocha CS vzorků se skládá z kombinace štěpného a tvárného lomu. Kdy tvárný lom se vždy vyskytuje na rozhraní částic, kde pravděpodobně původně byl mikrosvar. Valnou většinu lomové plochy pak dále tvoří relativně hladké částice z důvodů dekoheze na rozhraní částic, tedy trhlina postupovala interkrystalicky. Při snižování amplitudy napětí se může začít vyskytovat tvárný lom i uprostřed částic. Totéž platí i v případě, že materiál podstoupí vhodné tepelné zpracování. [41,43]



Obr. 50 CS EN AW2024, 30% meze pevnosti fraktografie: (A) přehledová fotka optickým mikroskopem, (B) iniciační místo trhliny, (C) Oblast rychlého růstu trhliny kde šípky vyznačují viditelné hranice částic, (D) Přiblížení na místo iniciace trhliny [43]

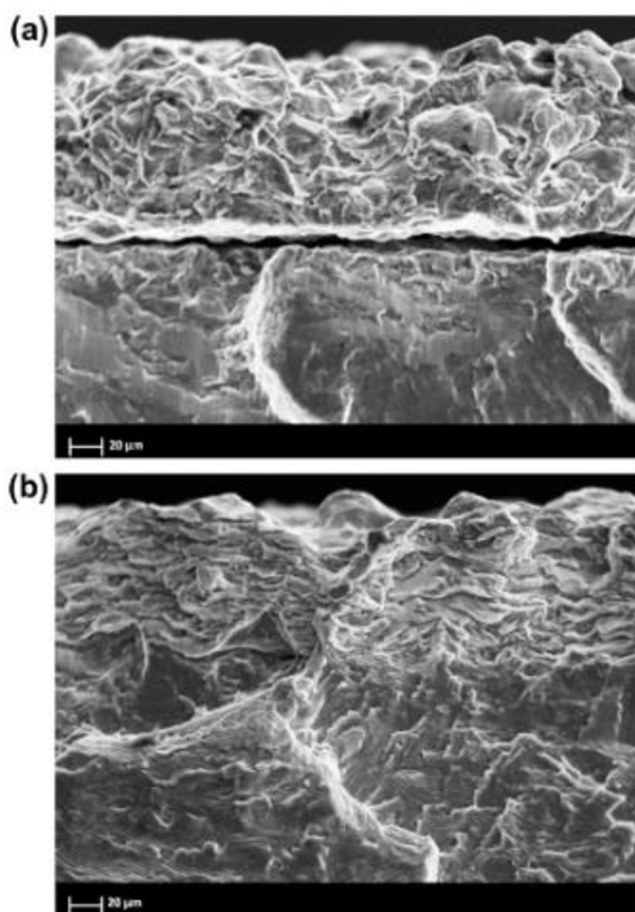
Jakožto potvrzení lomového chování CS materiálů slouží i následující obr. 51a. Jedná se o lomovou plochu mikrotahových vzorků u odlišné hliníkové slitiny (Obr.50 – EN AW2024, Obr.51 – EN AW7075). Lomové ploše mikrotahového tělesa bez tepelného zpracování opět výrazně dominuje štěpný lom a znatelně větší množství vad struktury materiálu, např. dekoheze mezi jednotlivými částicemi a póry o rozloze několika částic. Podrobíme-li CS materiál tepelnému zpracování jako tomu je na obr. 51b, výsledná lomová plocha má mnohem větší zastoupení tvárného lomu vlivem zredukování či zacelení pórů a větším propojením mezi částicemi. [41,43]



Obr.51 Lomová plocha mikrotahových vzorků CS EN AW7075 bez tepelného zpracování(a) po žihání (b) [41]

Povlaky

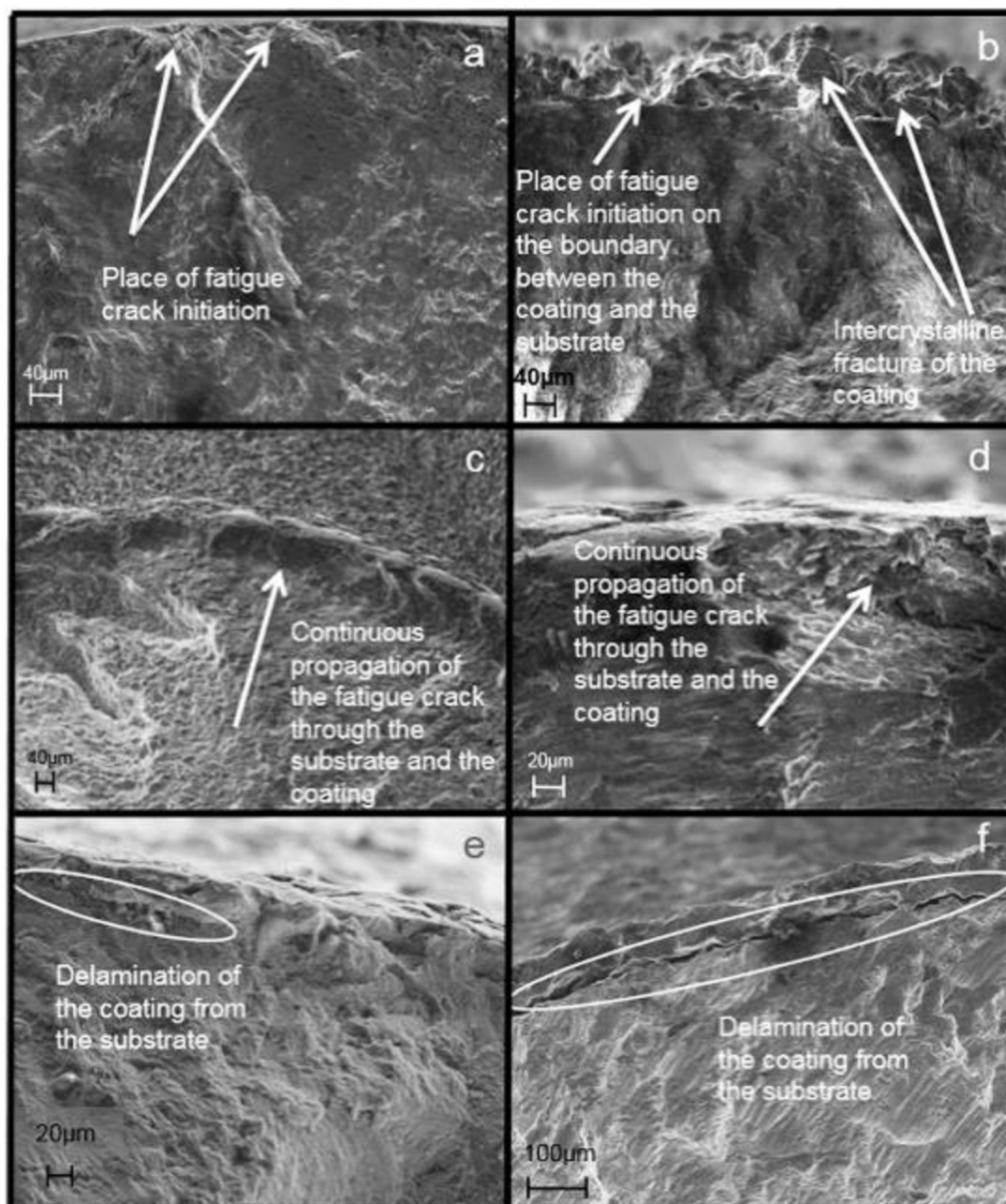
U povlaků vstupuje do možných iniciačních míst s výjimkou již zmíněných vad CS materiálů samotné rozhraní mezi substrátem a deponovaným materiálem. Obr. 52a ukazuje lomovou plochu substrátu EN AW5052 pokrytý čistým hliníkem. Jak je zřejmé z této fotky na vzorku došlo k delaminaci, kvůli tomu nejen že deponovaný materiál není schopný přenášet zatížení. Dodatečně tato metoda může působit negativně v případě delaminace, jelikož rozhraní působí jako velmi vhodná plocha pro iniciaci trhliny vzhledem k nerovnostem povrchu způsobené depozicí částic. Pokud však dojde ke spojení substrátu a deponovaného materiálu a substrát není plný vad, které by mohly působit jako místa iniciace, tak povlak „propůjčí“ své únavové vlastnosti substrátu a tím se prodlouží životnost součásti (zde vzorek viz. obr. 52b).[42]



Obr.52 Rozhraní mezi substrátem EN AW5052 a povlakem z čistého hliníku(a) EN AW7075(b) [42]

Moridi a spol. [44] zkoumali vliv kuličkování a brokování na únavové chování CS povlaků. Testované byly vzorky, které byly pouze nadeponované, brokované nebo kuličkované a následně deponované a deponovaná a následně kuličkované a brokované v porovnání s výsledky čistého substrátu. Substrát i deponovaný materiál byly EN AW6068. Výsledky vlivu na únavovou životnost dopadly dle očekávání a při použití kuličkování a brokování před deponováním mělo za následek propojení substrát s povlakem (obr. 53). Naopak použití kuličkování a brokování jako finální úpravu povrchu mělo problémový dopad. Pravděpodobně vzhledem k již přidanému

zbytkovému napětí na rozhraní substrátu a povlaku následné kuličkování vytvářelo delaminaci ve velkém množství případů.



Obr.53 Detail na lomovou plochu substrátu EN AW6068(a) pokrytou povlakem téhož materiálu bez mechanické či tepelné úpravy(b), s kuličkováním předcházejícím depozicí(c), s brokováním předcházejícímu depozici (d), s kuličkováním po depozici(e) a s brokováním po depozici(f)[44]

Unikátním případem povlaků jsou opravy součástí pomocí Cold spray technologie. Avšak zde se snažíme prodloužit životnost tím, že poškozenou část odstraníme, nadeponujeme vrstvu povlaku a tu zahladíme do původního tvaru součásti. Efekt, kterého zde chceme docílit, je srovnatelný se svářením součástí. Myšleno, že se snažíme docílit tak silného spojení substrátu a povlaku, kde povlak má lepší únavové vlastnosti než substrát, Tímto způsobem by trhlinka neměla iniciovat na povlaku nebo na rozhraní povlak/substrát.

3 Praktická část

3.1 Materiál

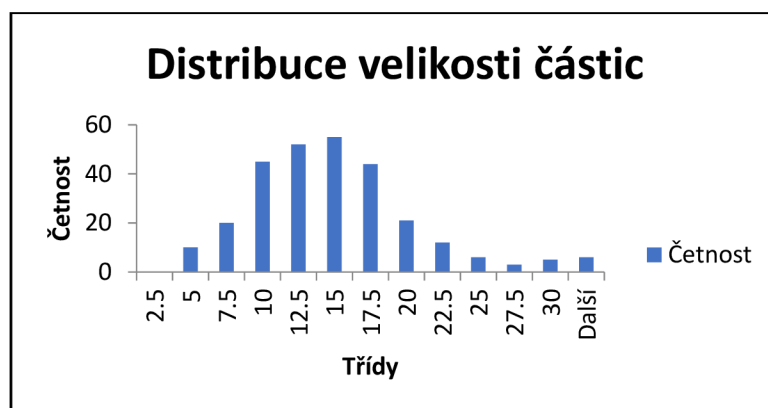
Materiál prášku použitého pro deponování byl vyroben firmou Nanografi Nanotechnology. Jedná se o materiál s označením EN AW7075. Složení udávané výrobcem je v tab. 4. Z tohoto prášku byl vytvořen metalografický výbrus zapuštěním do epoxidové pryskyřice a poté broušen brusným papírem SiC s rostoucí zrnitostí na 4000 a následně leštěn za použití diamantové brusné pasty a finálně byl mechanicko-chemicky leštěn pomocí suspenze OP-S po dobu 15 minut. Výsledný vzorek byl několikrát očištěn v ethanolu. Později byl focen a podroben EDS analýze na rastrovacím elektronovém mikroskopu ZEISS pro zkontrolování chemického složení. Dále byla stanovena tvrdost prášku metodou Vickerse a následně byl naleptán.

Prvek [hm%]	Cu	Fe	Si	Mn	Mg	Zn	Cr	Ti	Al
Norma	1,2-2	0,5	0,3	0,3	2,1-2,9	5,1-6,1	0,18-0,28	0,2	Zbyt.
Výrobce	1,57	0,12	0,17	<0,01	2,75	5,46	0,24	0,01	Zbyt.
Získaný	1,4	0,1	-	-	2,2	5,3	0,2	-	Zbyt.

Tab.4a Složení prášku udávané výrobcem

Výsledek chemické analýzy byl porovnán s normou ČSN EN 573-3 +A1 (viz. tab. 4), která se týká chemického složení hliníku a jeho slitin. Prášek, který byl získán má složení v mezích normy, avšak v případě mědi a hořčíku se pohybujeme u spodní hranice normy.

Dále byla vyhodnocena průměrná velikost částic (obr. 54). Pro analýzu distribuce velikosti částic byl prášek nasypán na uhlíkovou pásku, nafocen na SEM (obr.55) a poté vyhodnocena na grafickém softwaru ImageJ. Při porovnání získané distribuce s garantovanou distribucí od výrobce vychází, že částice prášku, který jsme od výrobce získali, je v průměru menší o 10 μm .

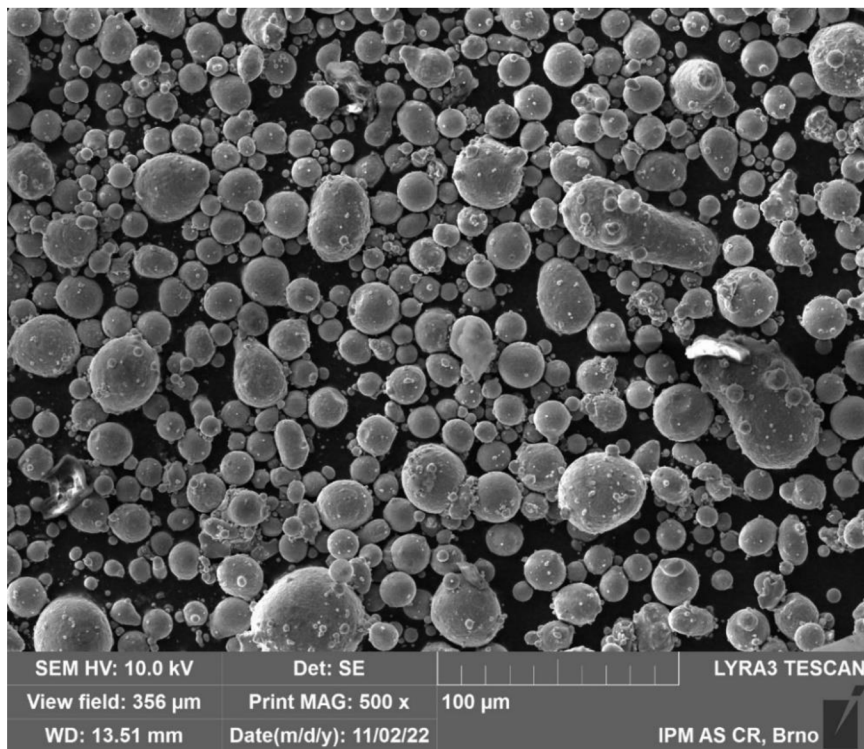


Obr. 54 Distribuce velikosti částic

D10	15,3 μm
D50	27,6 μm
D90	47,7 μm

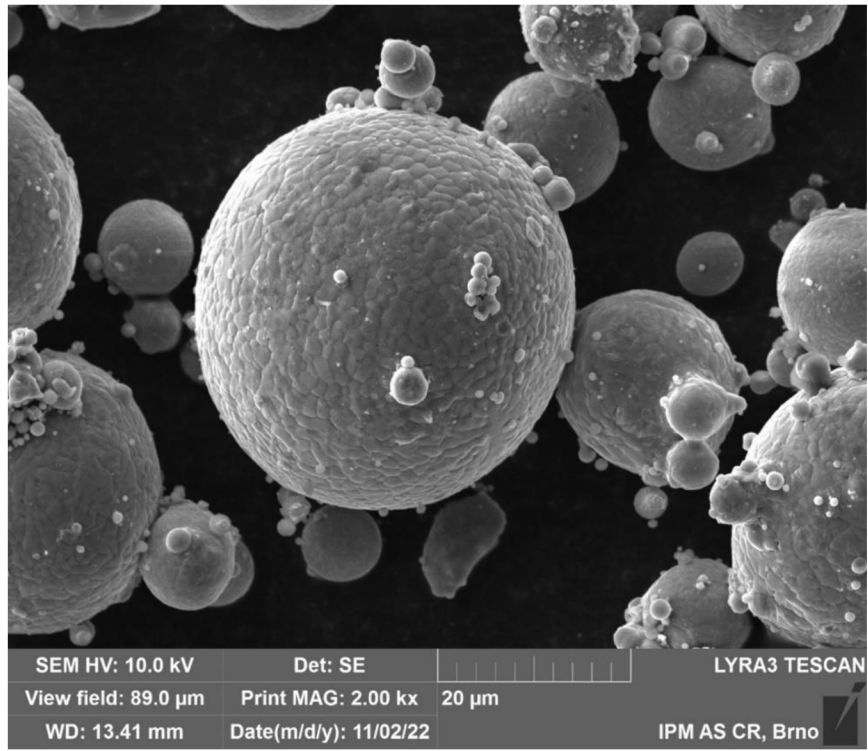
Tab. 5 Distribuce velikosti částic dle dodavatele prášku

Způsob výroby tohoto prášku je pomocí atomizace plynem. Tato technologie spočívá v rozprašování roztavené slitiny tryskou, za kterou je odnášena inertním proudem (nejčastěji argon a dusík). Výsledkem této technologie jsou relativně sférické částice s občasným výskytem satelitů (viz. obr. 56). Při chladnutí dochází k dendritickému růstu zrn uvnitř částic. Znakem tvorby zrn uvnitř částic je již jejich reliéfní povrch (viz. obr. 56), kde jednotlivá zahlobení oddělují zrna.

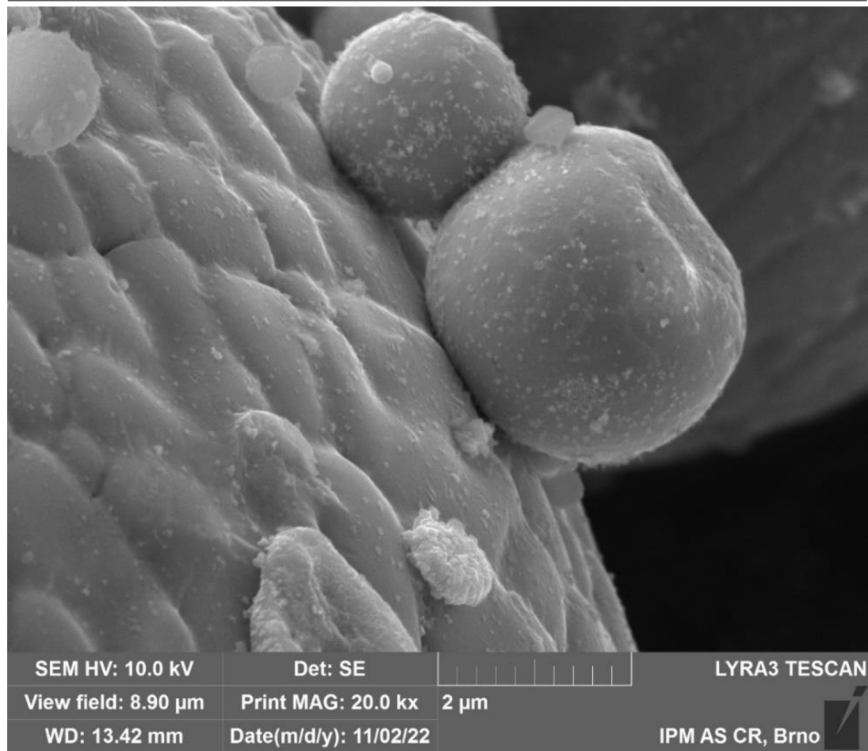


Obr. 55 Morfologie prášku EN AW7075 na elektronovém mikroskopu

A)

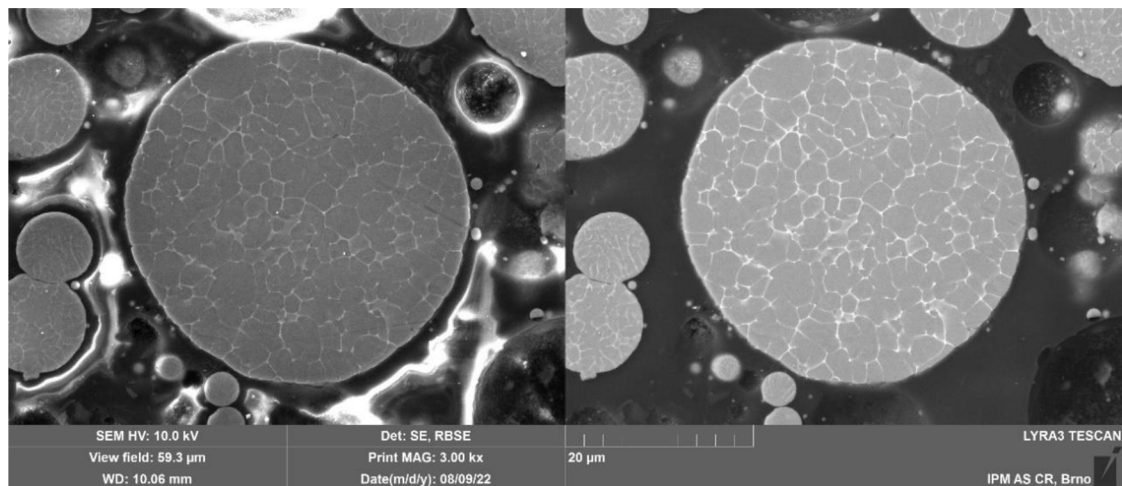


B)



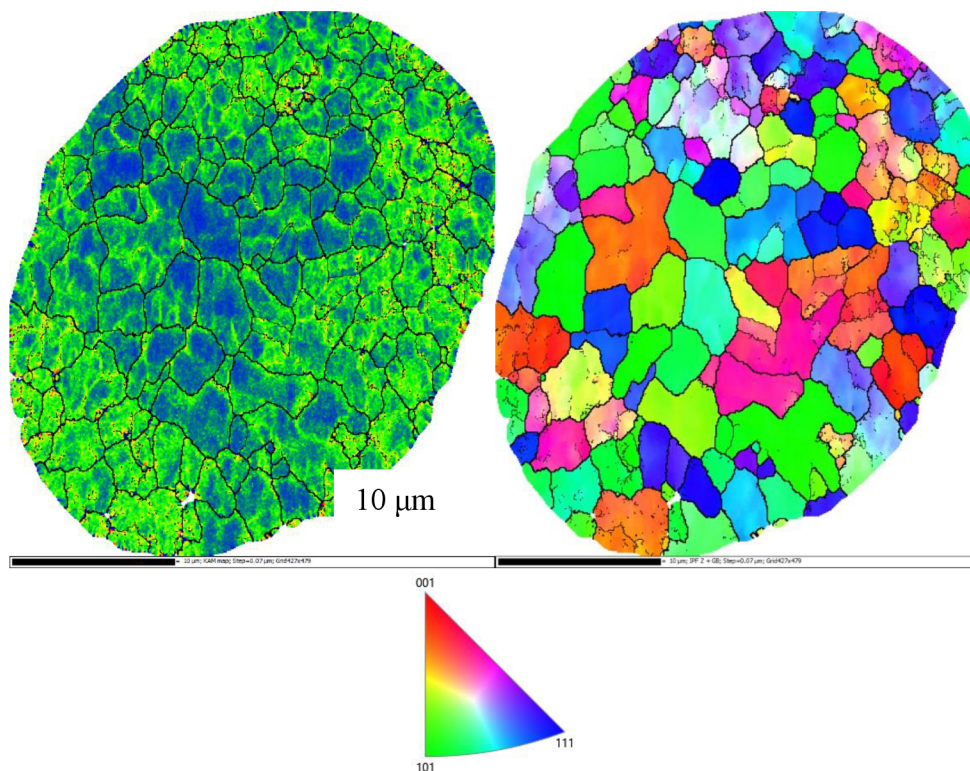
Obr. 56 Struktura povrchu částice (A) a detail satelitu (B)

Na obr. 57 lze vidět mikrostrukturu částice. Částice se skládají ze zrn tuhého roztoku o složení: hořčík – 1,8%, chrom – 0,3%, měď – 1,25%, zinek – 5,12% a zbytek hliník (vše v hmotnostních procentech). Tato fáze tvoří veškerá zrna v částicích. Na rozhraní zrn, v tzv. mezidendritických prostorech, se segreguje fáze obohacená o hořčík (6,8%), měď (9,5%) a zinek (16,8%).



Obr. 57 Mikrostruktura částice

Z analýzy prášku pomocí metody EBSD (obr. 58) je potvrzena polykrystalická stavba prášku. Občasná absence signálu je způsobena plastickou deformací v prášku vlivem velkých teplotních pnutí při výrobním procesu. Průměrná velikost zrn prášku z výsledků EBSD se pohybuje se v rozmezí 1 – 5 μm a vychází 2,45 μm.



Obr. 58 EBSD prášku EN AW7075, KAM mapa (vlevo), IPF mapa (vpravo)

3.2 Příprava experimentu

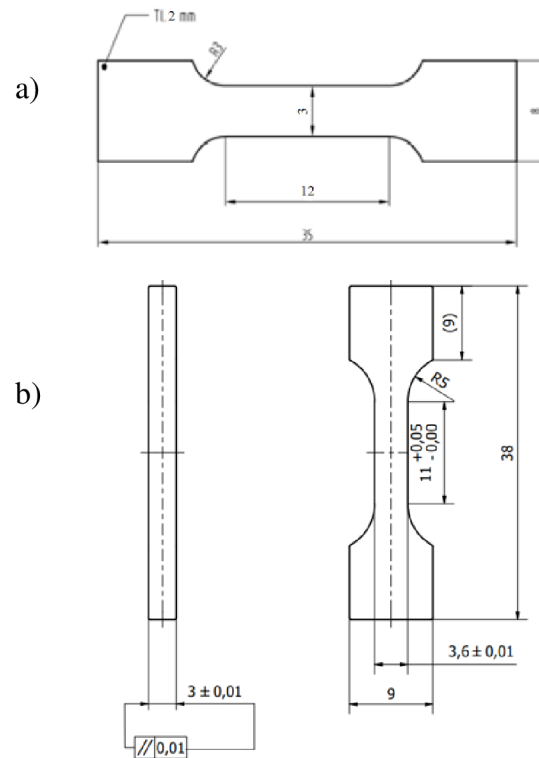
Před začátkem deponování byl substrát, ve formě destičky o rozměrech 50x45 mm z materiálu AW 6082, otryskán korundem za účelem získání drsnějšího povrchu pro zlepšení depoziční efektivity a adhezní pevnosti. Před zahájením depozice byl substrát přehřátý dusíkem na cca 200 °C. Procesní parametry použité pro tvorbu všech vzorků jsou v tab. 6. Použitý Cold Spray systém se nazývá Impact innovations Cold Spray system 5/11 (obr. 59). Nejprve byly vytvořeny 4 vzorky pro tahovou zkoušku v tzv. dog bone tvaru (obr. 60a). Tyto vzorky sloužily pro testování v as-built stavu. Dále byly vytvořeny další 4 vzorky (obr. 60b) pro únavové zkoušky. Vzorky byly vytvořeny nadeponováním povlaku o tloušťce 4 milimetry na substrát o rozměrech 45x40 mm (viz obr. 61a). Povrch povlaku byl následně zredukován pomocí frézování na tloušťku 3,2 mm. Pomocí elektrojiskrového obrábění byl následně vytvořen tvar testovaných těles s minimálním přídavkem 0,1 mm (obr. 61c). Tento přídavek se nakonec odstranil brusným papírem se zvyšující zrnitostí od 600 na 1200, kde poslední brousící akce byla provedena po směru budoucí osy zatěžování.



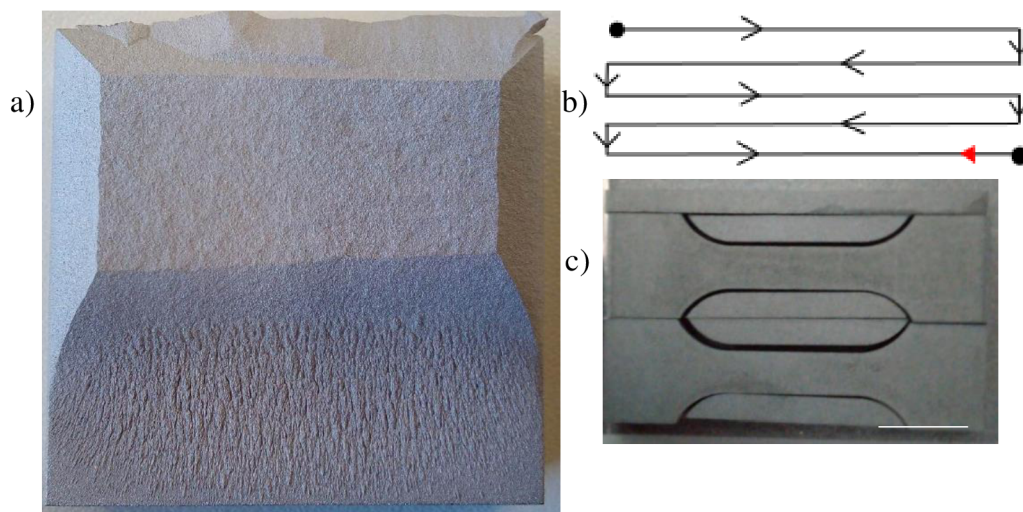
Obr. 59 Impact innovations Cold Spray systém 5/11

Procesní parametry			
Použitý plyn	Dusík	Vzdálenost trysky	30 mm
Teplota	550 °C	Vzdálenost přejezdů	1 mm
Tlak	40 bar	Depoziční úhel	90 °
Rychlost přejezdů	300 mm/s	Rychlost dávkování prášku	12 g/min

Tab. 6 Procesní parametry použité pro nástřik EN AW7075



Obr. 60 Výkres vzorků pro tahové (a) a únavové (b) zkoušky



Obr. 61 CS povlak EN AW7075 vytvořený na substrátu AW 6082 (a) taktika depozice (b) elektrojiskrově obroběné únavové vzorky (c)

Zbytkový materiál ve formě odřezků (viz. obr. 61c) byl využit pro metalografický výbrus, který následně sloužil pro stanovení tvrdosti materiálu a zjištění porozity pomocí metody Archimedových vah. Pro metodu Vickerse byl použit stroj DURASCAN 70G5 od firmy Zwick/Roell. Pro vpich bylo použité závaží 100g, tedy byla vyhodnocována tvrdost HV0,1. Data pro metodu Archimedových vah byla naměřena na digitálních vahách SARTORIUS YDK03. Jakožto kapalina byl použit aceton.

Měření	Na vzduchu [g]	V acetonu [g]	Teplota komory [°C]
1.	0,1878	0,1343	20,5
2.	0,1874	0,1338	20
3.	0,1877	0,1341	19,3
Průměr:	0,18763	0,13406	19,933

Tab. 7 Měření z Archimedových vah

$$\rho_{AA} = \frac{m_v}{m_v - m_k} * \rho_k = \frac{0,18763}{0,18763 - 0,13406} * 0,792 = 2,774 \text{ g/cm}^3 \quad (10)$$

Kde ρ_{AA} je hustota vzorku, m_v je váha vzorku na vzduchu, m_k je váha vzorku v kapalině (zde aceton) a ρ_k je hustota acetonu. Tabulkové hodnoty hustoty acetonu za 19,95 °C je 0,792 g/cm³ a tabulková hodnota hustoty hliníkové slitiny AW 7075 je 2,81 g/cm³.

Relativní hustota:

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{AA}}{\rho_{AW7075}} * 100 = \frac{2,774}{2,81} * 100 = 98,72\% \quad (11)$$

Uzavřená porozita:

$$P_{uz} = 100 - \rho_{rel} = 1,28\% \quad (12)$$

Porozita studovaná v této diplomové práci byla vyhodnocena celkem 4krát. Výsledky spolu s celkovou porozitou tohoto materiálu jsou uvedeny v následující tabulce.

Měření	Na vzduchu [g]	V acetonu [g]	Teplota komory [°C]	Porozita [%]
1.	0,18763	0,13406	19,933	1,28
2.	0,12880	0,09220	20,58333	1,14
3.	0,18100	0,12953	19,75000	1,09
4.	0,17900	0,12807	19,25000	1,08
Celková porozita:				1,15±0,08

Tab. 8 Výsledky měření porozity

Tahové zkoušky byly uskutečněny na stroji Zwick/Roell Z250 s extenzometrem MultiXtens na měřené délce $L_0 = 10,5$ mm. Jedná se o elektromechanický zkušební stroj, který umožňuje použití zatížení až do 250 kN. Ovládací jednotka je vybavena softwarem TestXpert, jenž umožňuje vysokou míru variability zkušebních postupů a jejich úprav. Vzorky byly následně zatěžovány v kvazistatickém tahu pro určení jejich základních mechanických vlastností. Konstantní rychlost příčnicku pro tahové zkoušky byla zvolena 0,5 mm/min pro všechna tělesa.

Únavové zkoušky byly provedeny na elektrodynamickém zkušebním stroji Acumen 12 od firmy MTS (obr. 62), který umožňuje statické i dynamické zatěžování až do 12 kN pro tahové, tlakové, ohybové a cyklické testy. Zkouška probíhala symetrickým zátěžným cyklem ($R = -1$) tah/tlak v měkkém zatěžovacím módu s frekvencí 2 Hz až do porušení vzorku. Z důvodu malé velikosti vzorků nebylo možné použít extenzometr. Namísto extenzometru byl využit datový záznam stroje přemístění aktuátoru. Frekvence zapisování dat byla nastavena na 800 Hz.

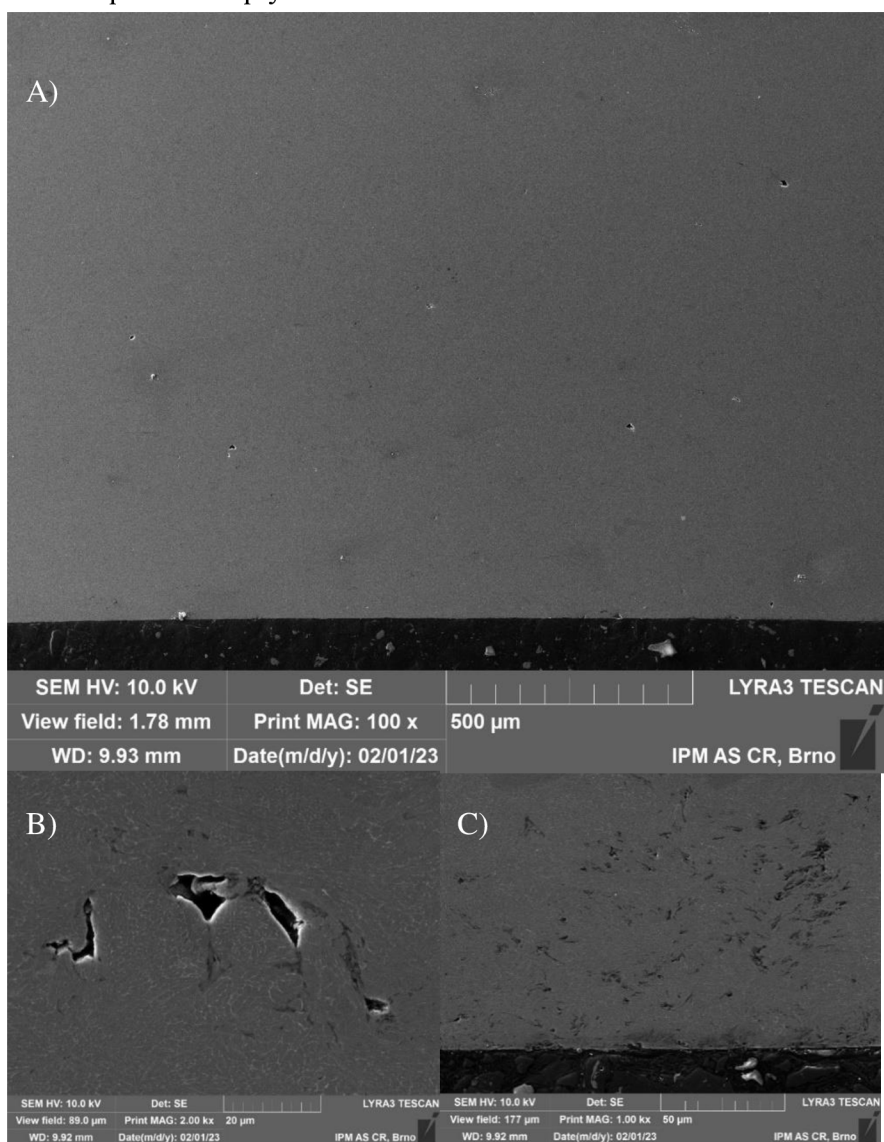


Obr. 62 Použitý stroj pro únavové testy Acumen 12 a vzorek upnutý v čelistech

4 Výsledky

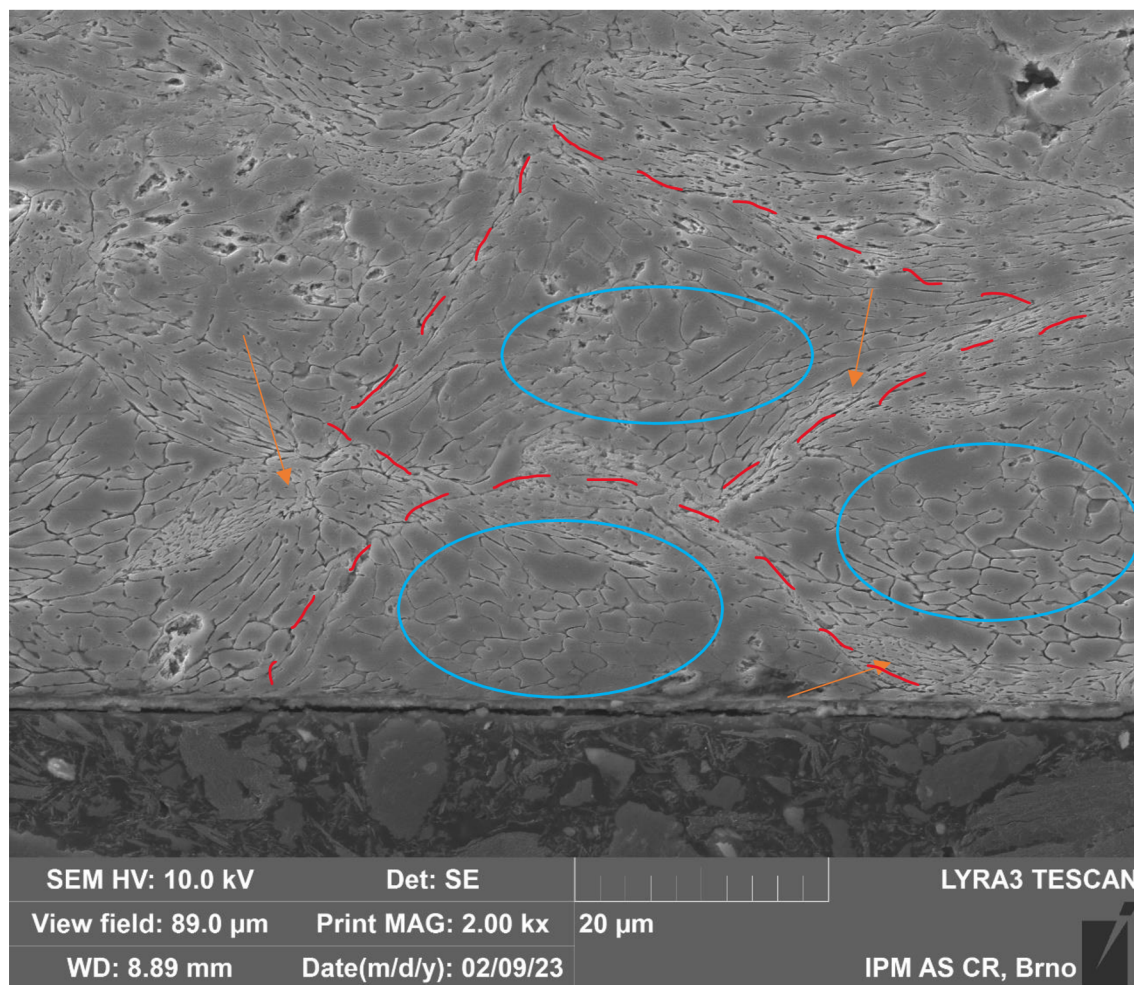
4.1 Metalografie

Obr. 63 je reprezentativní pro mikrostrukturu CS EN AW7075. Na obrázcích jsou viditelné 2 typy vad, které jsou klasické pro materiály vytvořené technologií Cold spray. Prvním typem jsou samostatné póry (tzv. triple junction voids) (obr. 63 B). Jedná se o strukturální vadu, která má pro pevnostní charakteristiky značně nevýhodný tvar. Jejich velikost je závislá na velikosti částic, jelikož se jedná o nespojitost na hranicích jednotlivých částic. Druhý typ vady, který se vyskytuje ve struktuře je síť vzájemně propojených pórů (viz obr. 63 C). Tento typ vady je několikanásobně větší než první typ a značně ohrožuje životnost materiálu. Zatímco první typ vady se vyskytuje napříč celým materiálem stochasticky, tak ačkoliv druhý typ se také může vyskytovat kdekoli v materiálu jeho umístění je především na okrajích vzorků vytvořenou touto technologií. Hlavní důvod existence druhého typu vady je lokální nedostatečná deformace a provázání struktury cold sprayem, což je zesílené používáním neoptimálních vstupních parametrů, a to především použitého plynu nebo nízkého tlaku.



Obr. 63 SEM fotky CS EN AW7075 struktury (a) vad spojených s CS technologií (b, c)

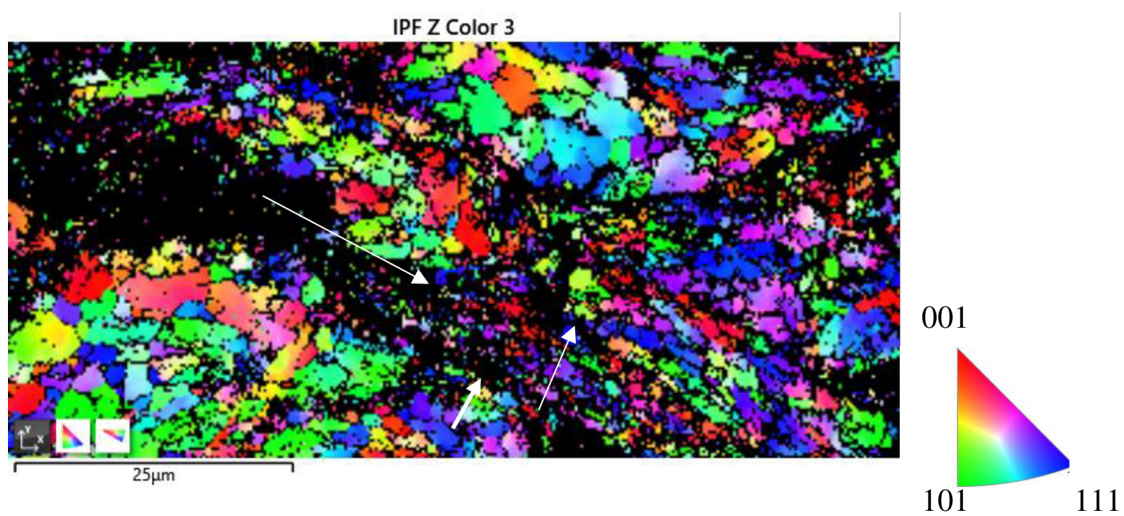
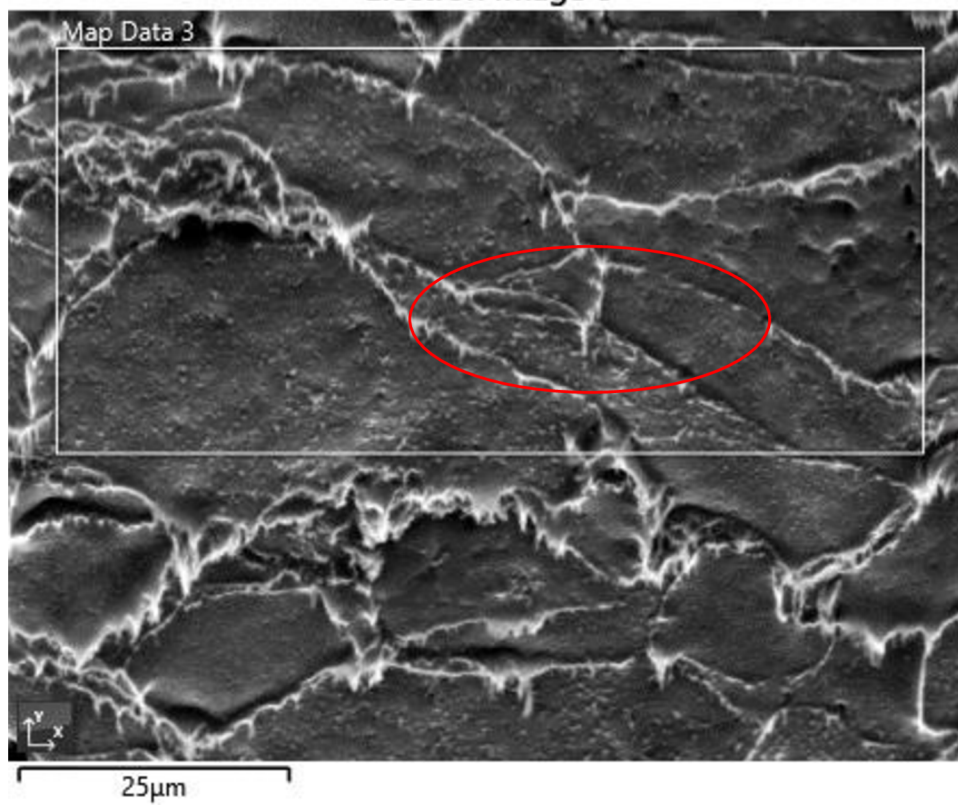
Dalším zajímavostí mikrostruktury CS vzorků, která je zvýrazněná na naleptaném vzorku (obr. 64) je velikost zrn. Velikost zrn v částicích prášku a uvnitř částic v nadeponované struktuře je totožná a pohybuje se v rozmezí 1 – 5 μm (obr. 64 oblasti vyznačené v kruzích). V místech kontaktu 2 a více částic v CS struktuře se vlivem značné plastické deformace zrna vytváří vrstva UFG (ultra jemných zrn) (obr. 64 oblasti vyznačené šípkami). Zrna jsou deformací prodlužována po směru kontaktní plochy na úkor směru jemu kolmého (tzv. PG – pancake grain). Průměrnou velikost zrn ve zdeformované oblasti je obtížné obecně definovat, jelikož je přímo úměrná velikosti deformace částic. Pro ilustraci jsou na obr. 64 vyznačeny původní částice (tzv. splaty) přerušovanou čarou.



Obr. 64 Leptaná mikrostruktura CS EN AW7075

EBSD analýza nástřiku (obr. 65) potvrzuje předešlou domněnku ohledně bimodální struktury materiálů vytvořených metodou Cold spray, kde uvnitř původních částic je polykrystalická struktura materiálu neměnná od struktury prášku, avšak na hranicích splatek dochází k obrovským ztrátám signálu právě vlivem extrémních deformací vyvolaných depozicí materiálu. V určitých místech označených šípkami došlo k zaznamenání signálu na hranicích splatek. Z těchto výsledků je patrný výskyt UFG a PG struktury po hranicích splatek, avšak pro ověření by bylo zapotřebí použití technologie TEM.

Electron Image 6



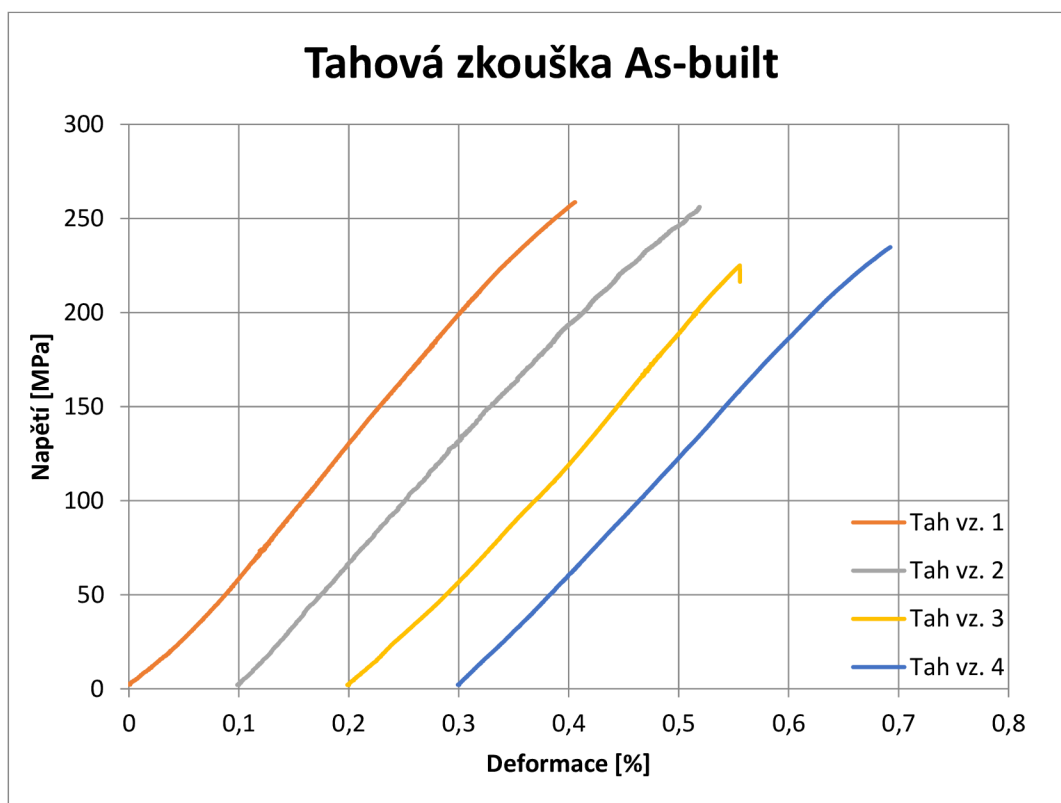
Obr. 65 SEM a) EBSD b) nástřiku CS EN AW7075

4.2 Tahová zkouška

Z výsledků tahových zkoušek (tab. 10 a obr. 66) lze usoudit, že veškerá tažnost po hranicích částic byla vyčerpána vlivem extrémní deformace technologií Cold spray. Plastická deformace je v případě všech vzorků nedostatečně veliká nebo není přítomna, tudíž nebylo možné určit mez kluzu. Výsledný Youngův modul je $67,3 \pm 3,2$ GPa a mez pevnosti v tahu 244 ± 14 MPa.

Vzorek	a ₀ [mm]	b ₀ [mm]	E [GPa]	R _{p0,05} [MPa]	F _m [N]	R _m [MPa]
1	2,11	2,92	72,37	-	1594	259
2	2,09	2,94	65,67	-	1574	256
3	2,16	2,95	67,54	-	1434	225
4	2,17	2,99	63,76	-	1523	235

Tab. 10 Výsledky tahových zkoušek

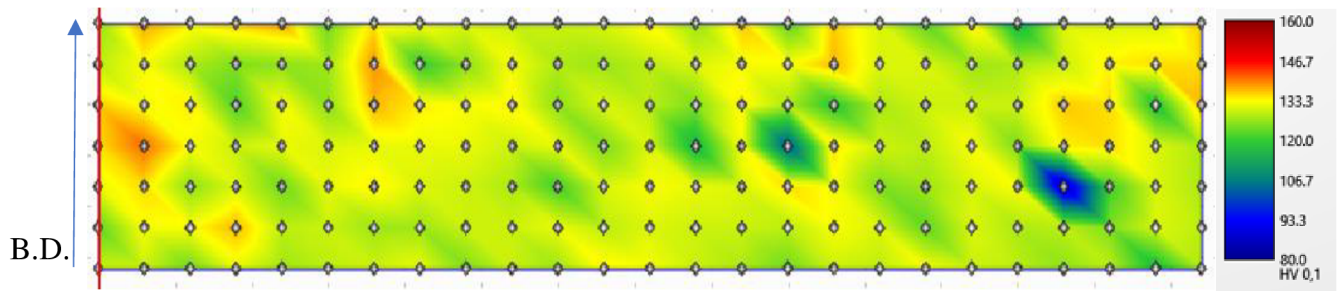


Obr. 66 Výsledky tahových zkoušek

4.3 Tvrdość

Pro změření tvrdosti prášku byla použita metoda Vickers se zatížením 10 g, tedy HV0,01. Bylo vytvořeno celkem 10 vtisků. Výsledná hodnota tvrdosti prášku vychází $122 \text{ HV}0,01 \pm 2$. Pro určení tvrdosti objemového materiálu bylo vytvořeno 175 vpichů na destičce o rozměrech 15 x 3 mm. Hodnoty 3 vtisků nebyly použity do vyhodnocení průměrné tvrdosti a odchylky, jelikož byly vytvořeny v místě lokální vysoké porozity a tudíž byly znehodnoceny.

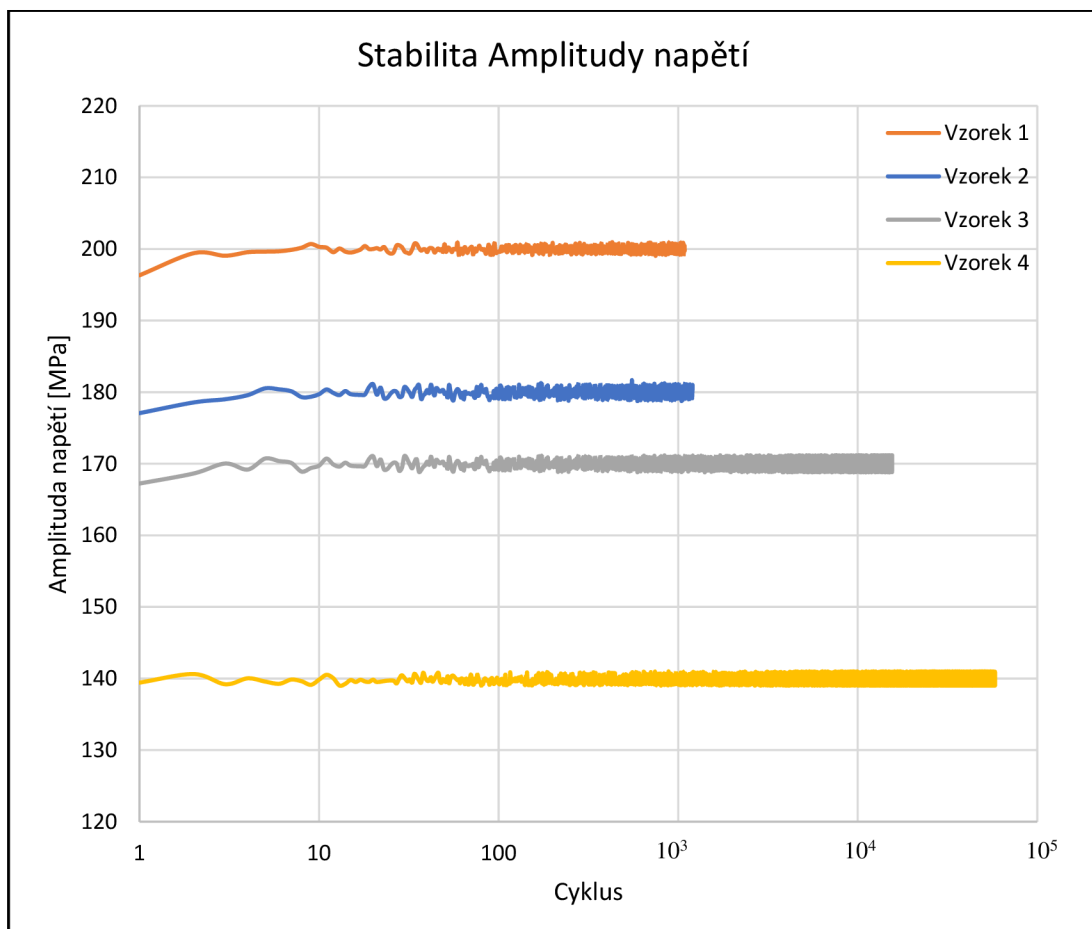
Materiál se dle výsledků tvrdosti chová homogenně. Výsledná průměrná tvrdost byla stanovena na $130 \text{ HV}_{0,1} \pm 4$. Mapa na obr. 67 je souběžná s osou deposice (B. D. – building direction) a jak je z ní patrné, tvrdost materiálu není závislá na vzdálenosti od substrátu.



Obr. 67 Mapa tvrdosti materiálu CS EN AW7075

4.4 Únavové vlastnosti

Na základě únavových zkoušek na stroji Acumen 12 byly získány hodnoty počtu cyklů do lomu vzhledem k amplitudě napětí. Jak vykazuje obr.68, určené amplitudy napětí po celou dobu zkoušek nevykázaly žádnou náhlou změnu. Tímto je zajištěna platnost únavových zkoušek. Tab. 11 reprezentuje výsledky únavových zkoušek v měkkém módu zatížení.



Obr. 68 Stabilita amplitudy napětí po dobu zkoušky

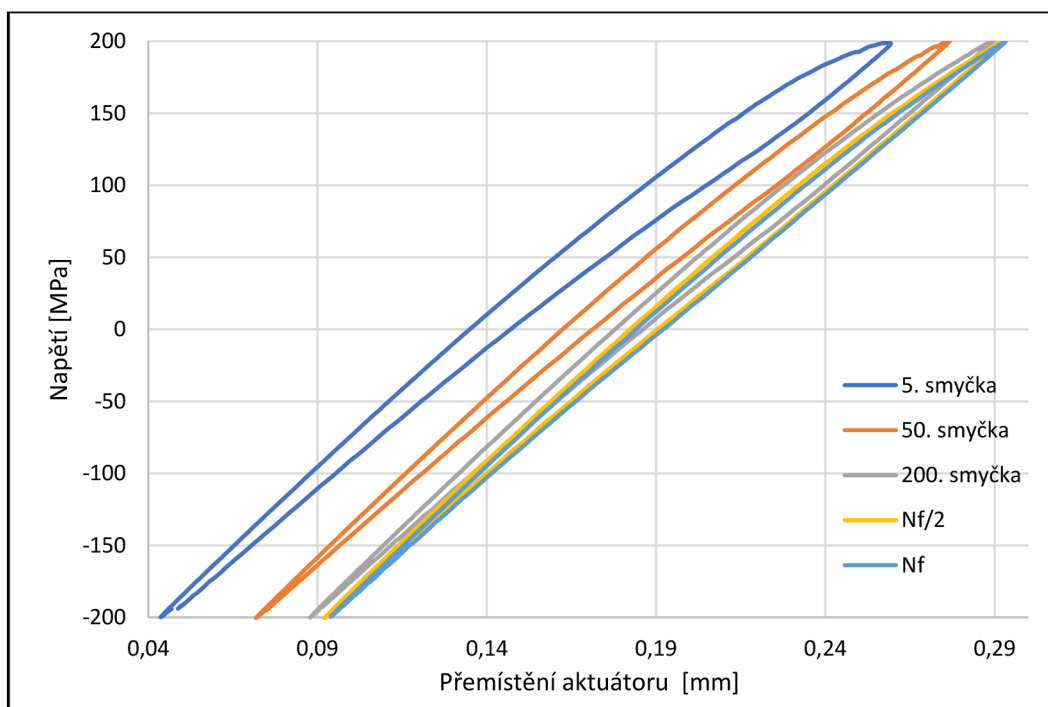
Vzorek	σ_a [MPa]	% R_m [%]	f [Hz]	$\dot{\sigma}$ [MPa*s ⁻¹]	N_f [-]
1	200	82	2	1600	1088
2	180	74	2	1440	1202
3	170	70	2	1360	15564
4	140	57	2	1120	58184

Tab. 11 Výsledky únavových zkoušek

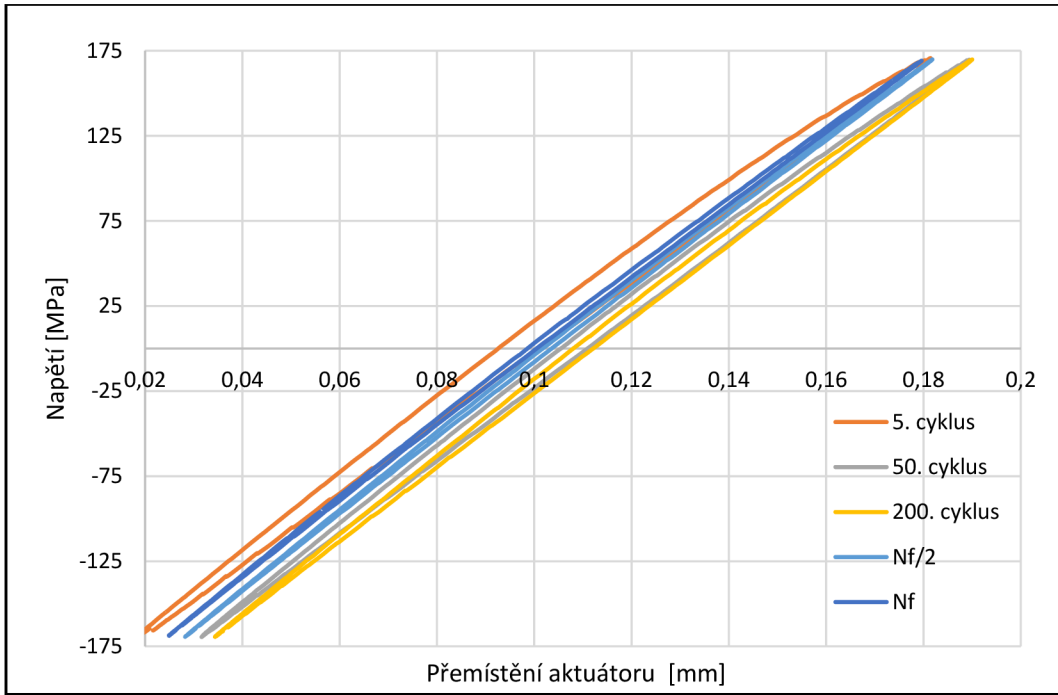
Vzhledem k velikosti vzorku omezené technologií Cold spray a limitované přístupnosti nebylo možné při únavových zkouškách použít extenzometr. Z tohoto důvodu byla využita schopnost únavového stroje průběžného ukládání nejen hodnot zatížení, ale také tzv. přemístění aktuátoru, jelikož se jedná o hodnotu vzdáleně srovnatelnou s celkovou deformací vzorku. Z těchto důvodů není optimální získaná data porovnávat v jejich absolutních hodnotách, ale v případě relativních (např. ke střední hodnotě dat) to již smysluplné je.

Bohužel, z důvodu závady při zapisování dat stroje došlo v případě únavového vzorku č.2 k neúplnému zápisu dat. Z těchto důvodů nebylo možné vytvoření hysterezních smyček.

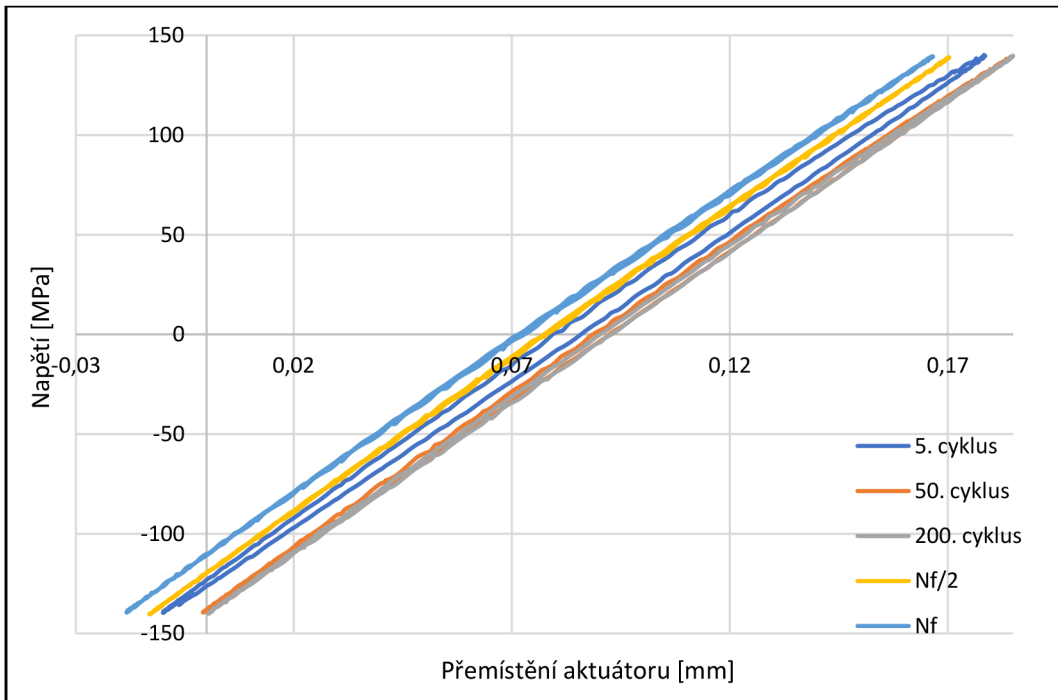
Při analýze hysterezních smyček (obr. 69 - 71) je viditelné, že dochází k postupnému zmenšování oblasti plastické deformace při stejné hodnotě amplitudy napětí a to především při vyšším zatížení. Tento fakt naznačuje, že dochází k cyklickému zpevnění. K plné saturaci cyklického zpevnění docházelo v 10² cyklů do porušení v případě vzorku č.1., zatímco u zbylých vzorků k saturaci nedošlo. Po analýze dat hysterezních smyček byl vytvořen graf závislosti poloviny šířky hysterezní smyčky stanovené z přemístění aktuátoru v závislosti na počtu cyklů při jednotlivých amplitudách napětí, který tuto domněnku potvrzuje (viz obr. 72).



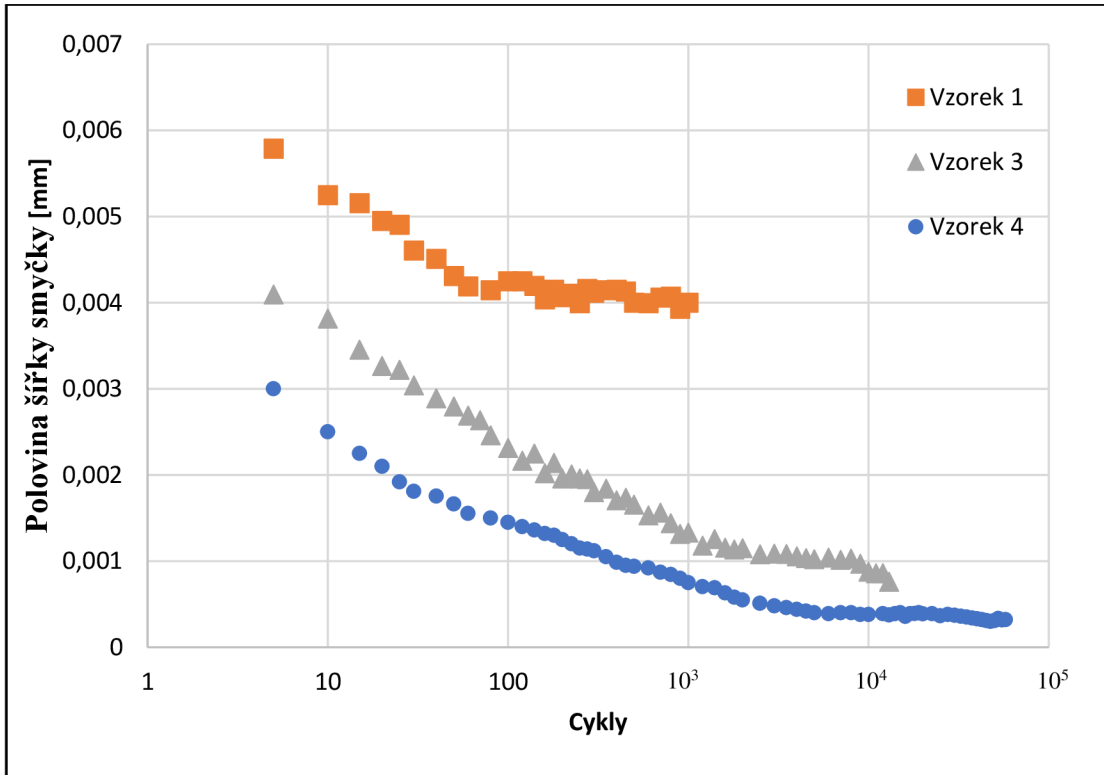
Obr. 69 Hysterezní smyčky pro amplitudu napětí 200MPa



Obr. 70 Hysterezní smyčky pro amplitudu napětí 170MPa

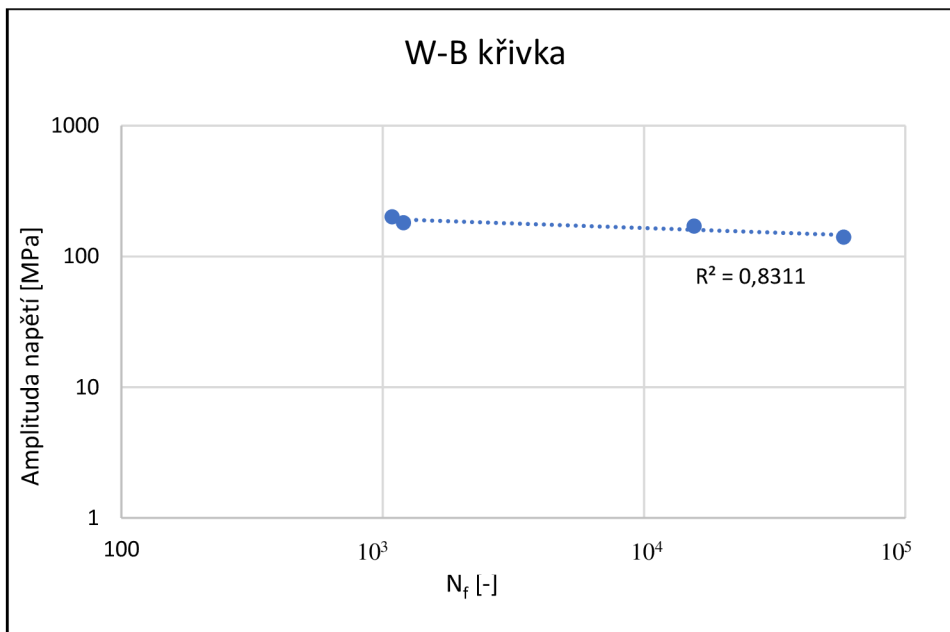


Obr. 71 Hysterezní smyčky pro amplitudu napětí 140MPa



Obr. 72 Velikost plastické deformace na počtu cyklů

Na obr. 73 lze vidět křivku únavové životnosti studovaného materiálu. Experimentálně zjištěnými body byla proložena Wöhler-Basquinova křivka, která byla vytvořena z dat v tab.11. Spád křivky leží v obvyklém intervalu (-0,12 ; -0,05).



Obr. 73 W-B křivka CS EN AW 7075

Jelikož Wöhler-Basquinova křivka je mocninná funkce, tak pro získání Wöhler-Basquinových parametrů byla nejprve data zlogaritmována a následně proložena přímkou $ax + b$. Tímto se získá sklon křivky (b), neboli exponent únavové pevnosti. Koeficient únavové pevnosti se získá následným odlogaritmováním (a).

Rovnice č. 13 popisuje získání Wöhler-Basquinových parametrů manuálně. Při jejich výpočtech byli namátkou vybrány 2 body na přímce.

Regrese Wöhler-Basquinovy křivky pomocí logaritmizace vztahu:

$$\begin{aligned} \sigma_a &= \sigma'_f * (2N_f)^b \rightarrow \ln \sigma_a = \ln \sigma'_f + b * \ln 2N_f \rightarrow \ln \sigma_a - b * \ln 2N_f = \ln \sigma'_f \\ \ln \sigma_{a1} - b * \ln 2N_{f1} &= \ln \sigma_{a2} - b * \ln 2N_{f2} \\ \sigma_{a1} &= 192,4 \text{ MPa}, \sigma_{a2} = 150,6 \text{ MPa}, \quad N_{f1} = 1096, N_{f2} = 36315 \\ \ln \frac{\sigma_{a1}}{\sigma_{a2}} &= -b * \ln \frac{2N_{f2}}{2N_{f1}} \end{aligned} \quad (13)$$

$$b = -\frac{\ln \frac{\sigma_{a1}}{\sigma_{a2}}}{\ln \frac{2N_{f2}}{2N_{f1}}} = -\frac{\ln \frac{192,4}{150,6}}{\ln \frac{2 * 36315}{2 * 1096}} = -0,07$$

$$\ln \sigma'_f = \ln \sigma_a - b * \ln 2N_f = \ln 192,4 - b * \ln 2N_f = 5,798$$

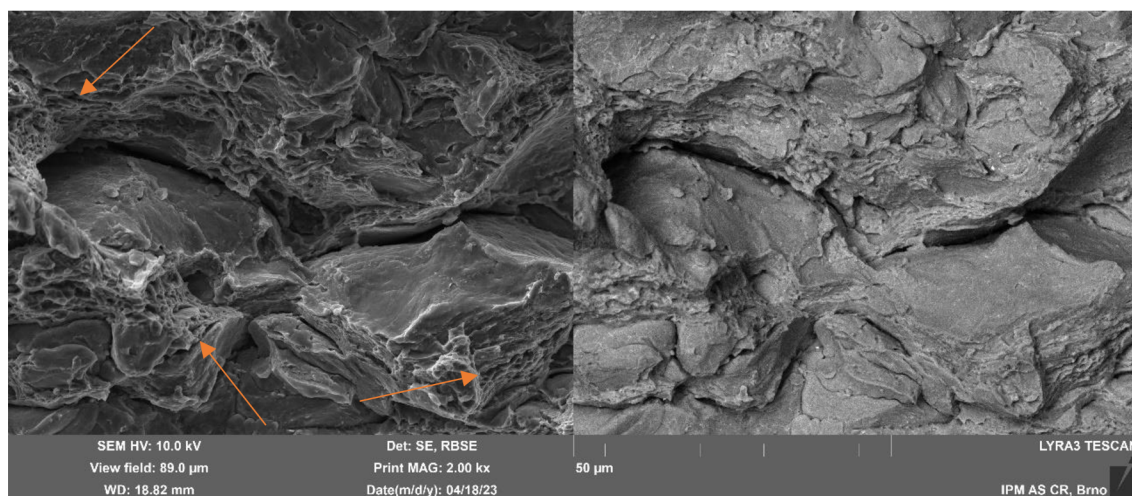
$$\sigma'_f = e^{\ln \sigma'_f} = e^{5,989} = 329,7 \text{ MPa}$$

Koeficient únavové pevnosti	σ'_f	329,7 MPa
Exponent únavové pevnosti	b	-0,07
Hodnota spolehlivosti	R	0,8311

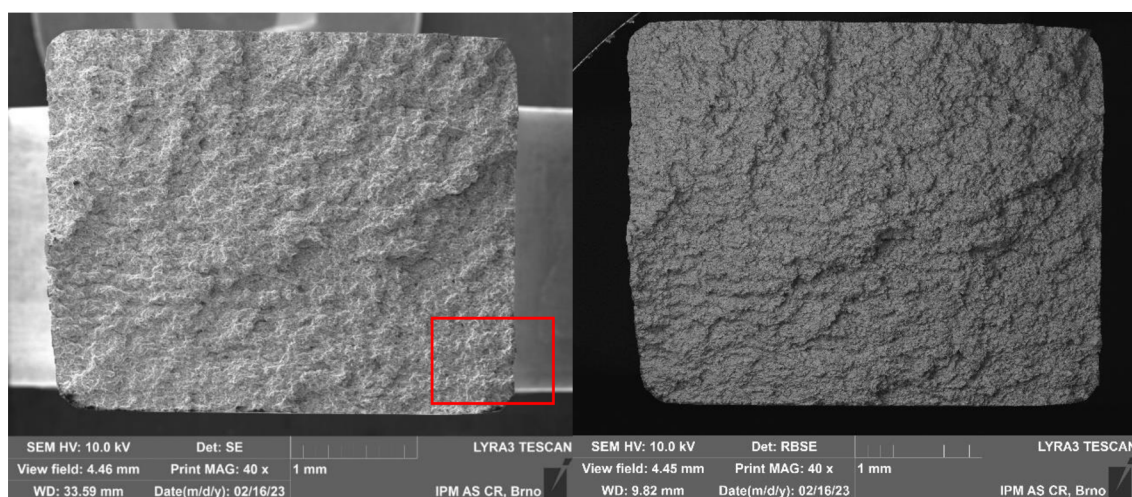
Tab. 12 Wöhler-Basquinovy parametry

4.5 Fraktografie

Lomové plochy nevykazují klasické charakteristiky únavového poškození. Proto bylo nemožné s jistotou určit oblasti iniciace trhliny. Důvodem je pravděpodobně kombinace vyčerpané plasticity a vysokých amplitud napětí. V případě všech vzorků se jedná o interkrystalický smíšený lom s převažující štěpnou morfologií. Interkrystalická štěpná část lomu pokrývá valnou většinu všech lomových ploch. Důvodem tohoto lomového chování je nedostatečné množství chemických vazeb mezi částicemi namísto nichž jsou vazby mechanické, které při porušení mají za následek dekohezi částic (obr. 74). Tvárná část lomu je vyznačovaná důlky a jejich výskyt je na okrajích odtrhnutých částic. Tedy v místech kde došlo k vytvoření vazeb mezi částicemi chemicky formou mikrosvarů (obr. 74 šipky).

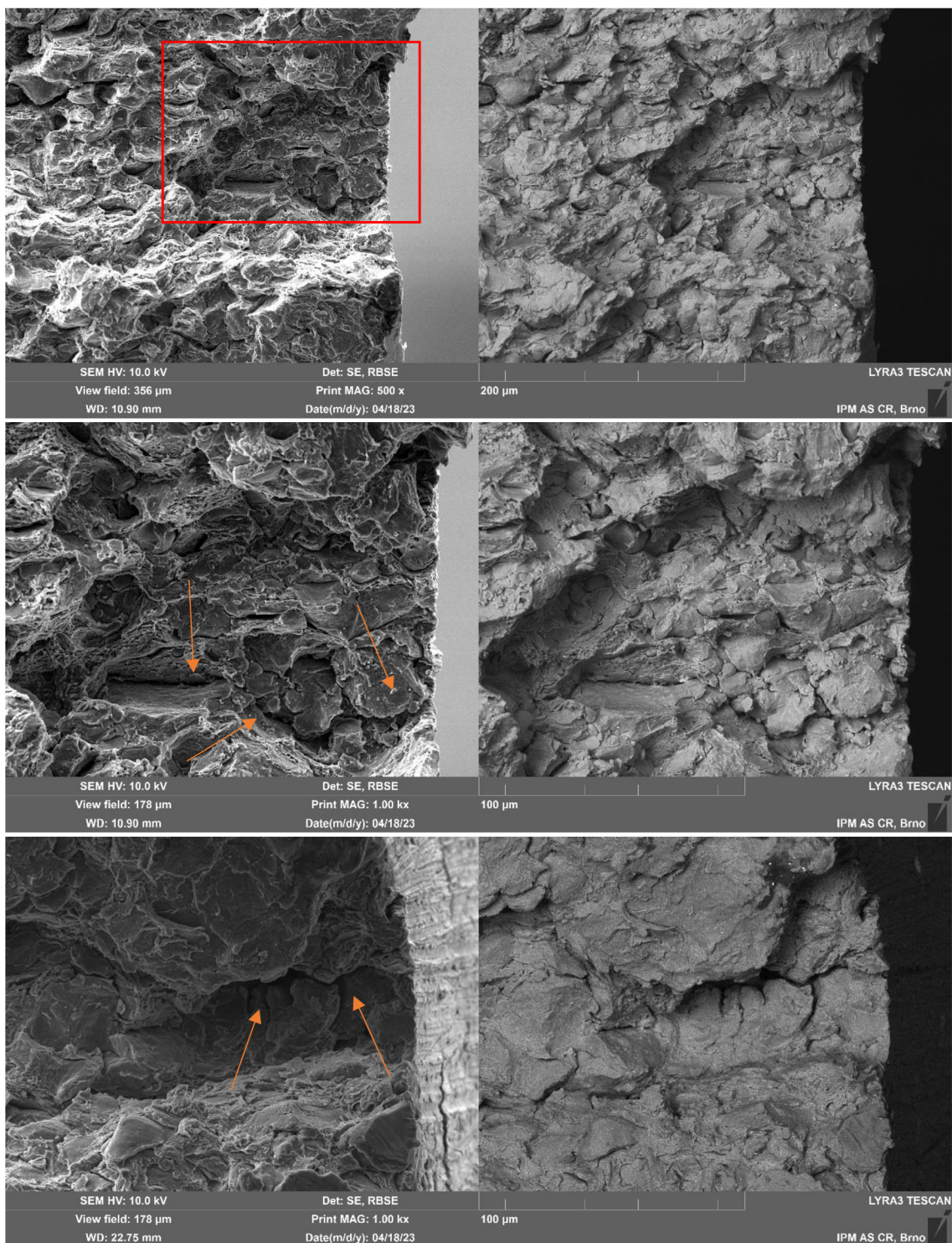


Obr. 74 Hladké splaty obklopené jamkovou morfologií (šipky)

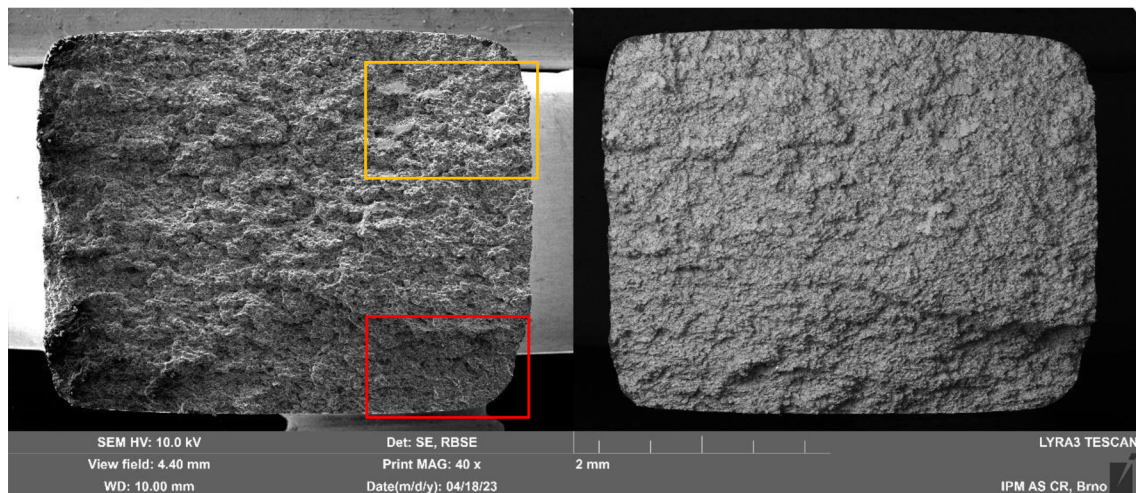


Obr. 75 SEM přehledová fotografie vzorku č. 1 – 200 MPa

Místa vyznačená šipkami na obr. 76 označují vodítka indikující možné důvody pro iniciaci trhliny z těchto míst, a to konkrétně hladké částice naznačující nepropojenost jednotlivých částic ve struktuře a póry. Na obou fotografiích vede linie pórů od povrchu vzorku do hloubky 3-4 částic bez přerušení. Na obr. 76 dole, lze vidět zdánlivě hlubokou trhlinu vedoucí od povrchu do objemu.

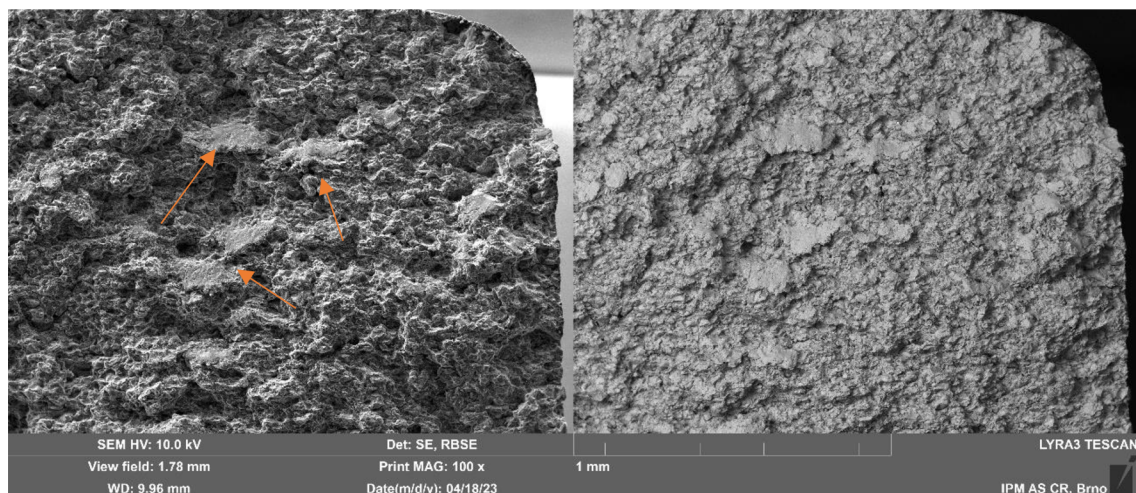


Obr. 76 Místo iniciace (nahore), detail (uprostřed) a protikus druhého místa iniciace (dole)



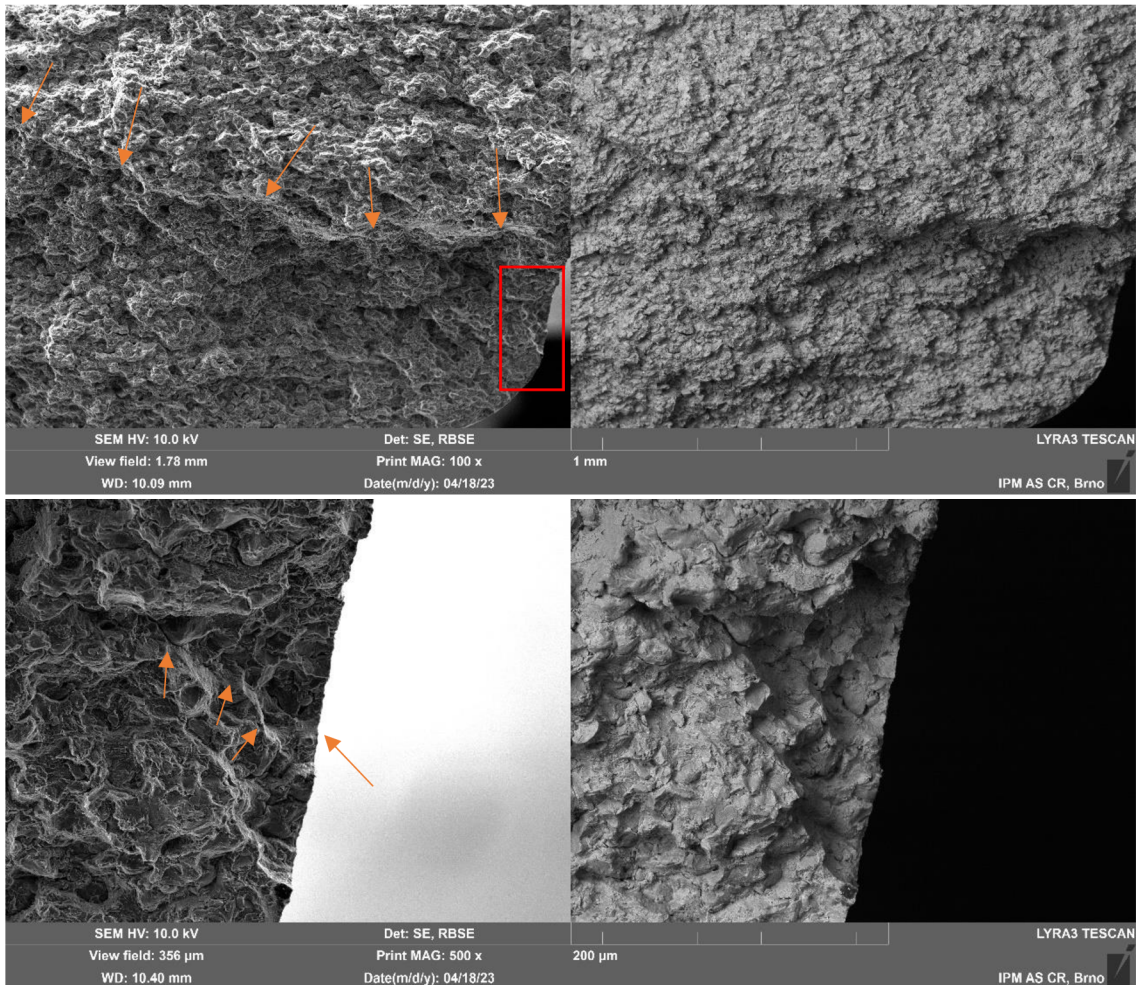
Obr. 77 SEM přehledová fotografie vzorku č. 2 – 180 MPa

Na obr. 78 se vyskytují hladké a relativně rovné plošky, které by bylo možné zaměnit za štěpné fazety. Při bližším prozkoumání se však ukázalo, že se jedná o plochy o rozloze několika částic, které nebyly nijak propojeny s protilehlou stranou. Tyto plochy se vyskytovaly pouze v pravé horní části vzorku. Takové vady ve struktuře by vysvětlovaly znatelný pokles únavové životnosti oproti předpovídáné pomocí Wöhler-Basquinovy křivky.



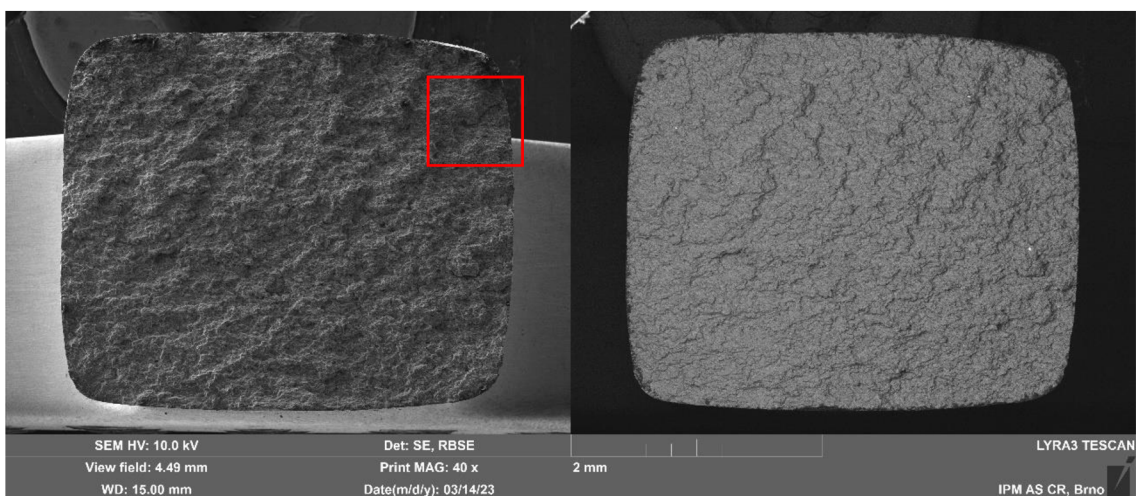
Obr. 78 Pásky dekoheze (šipky)

Na obr. 79 se z odhadovaného místa iniciace (obdélníková zóna) šíří trhlina (šipky), která vede od povrchu materiálu až do středu vzorku. Ve vyznačeném obdélníku se na povrchu materiálu vyskytuje obnažená částice spolu s póry, ze kterých vede mikrotrhlina až k šipkami označené makrotrhlině.

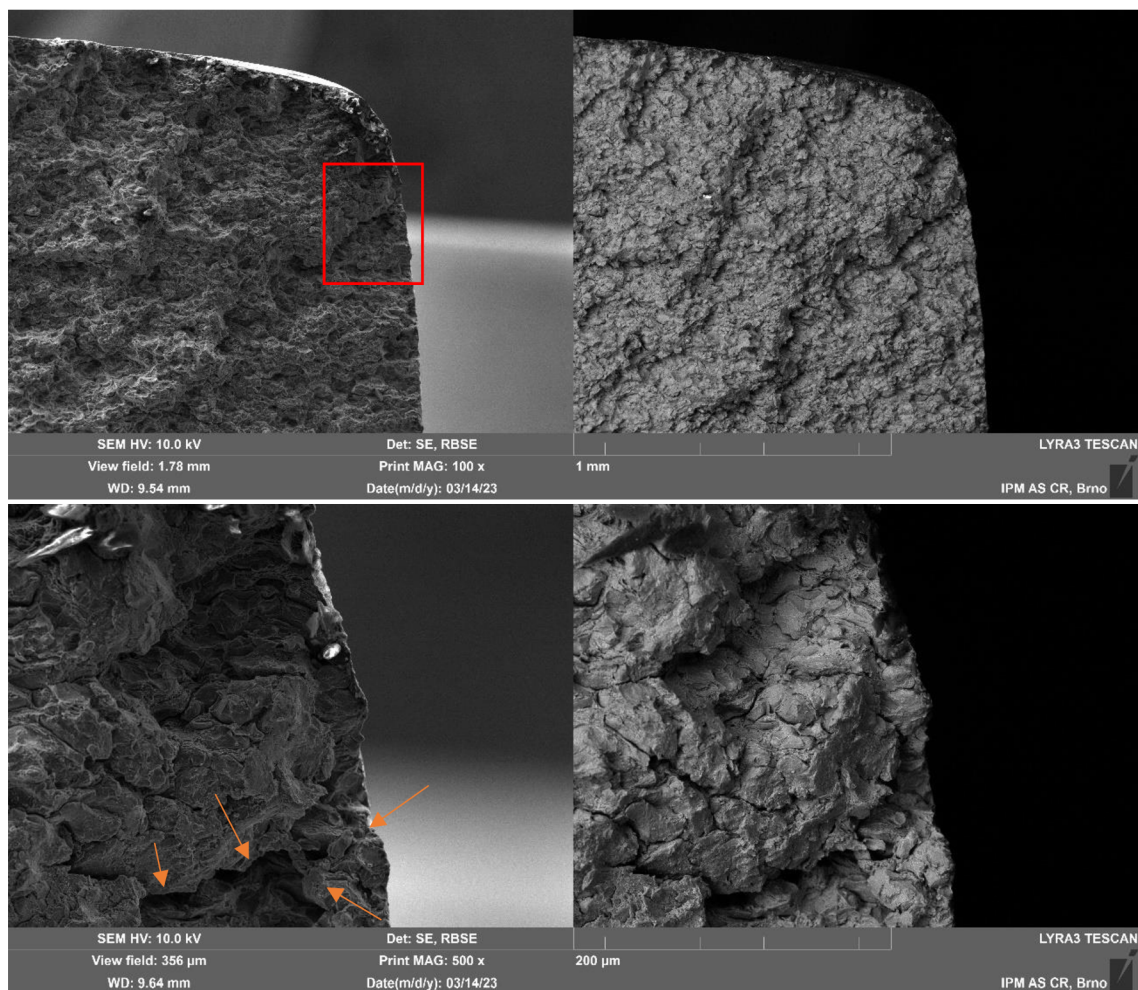


Obr. 79 Místo iniciace a detail

V případě vzorku 3 je na obr. 80 vyznačené místo iniciace. Z tohoto místa vychází z povrchu do objemu materiálu makrotrhlina. Podél makrotrhliny jsou viditelné póry a místa po čistě odpojených částicích. Při pohledu na protikus v místě iniciace lze vidět drobnou trhlinu vedoucí na povrch vzorku k oblasti obklopené póry v níž jsou stopy po dekohezi částic (obr. 81).

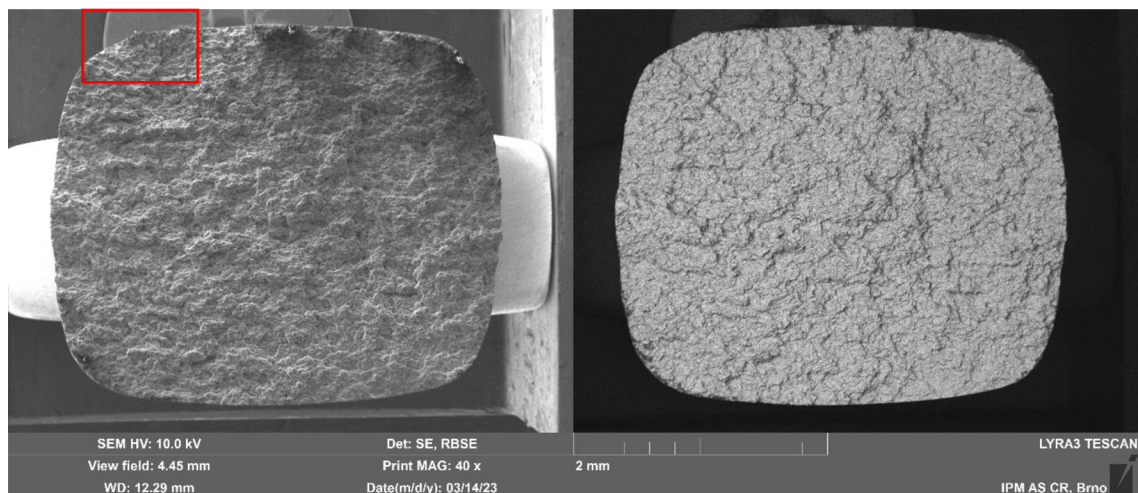


Obr. 80 SEM přehledová fotografie vzorku č. 3 – 170 MPa

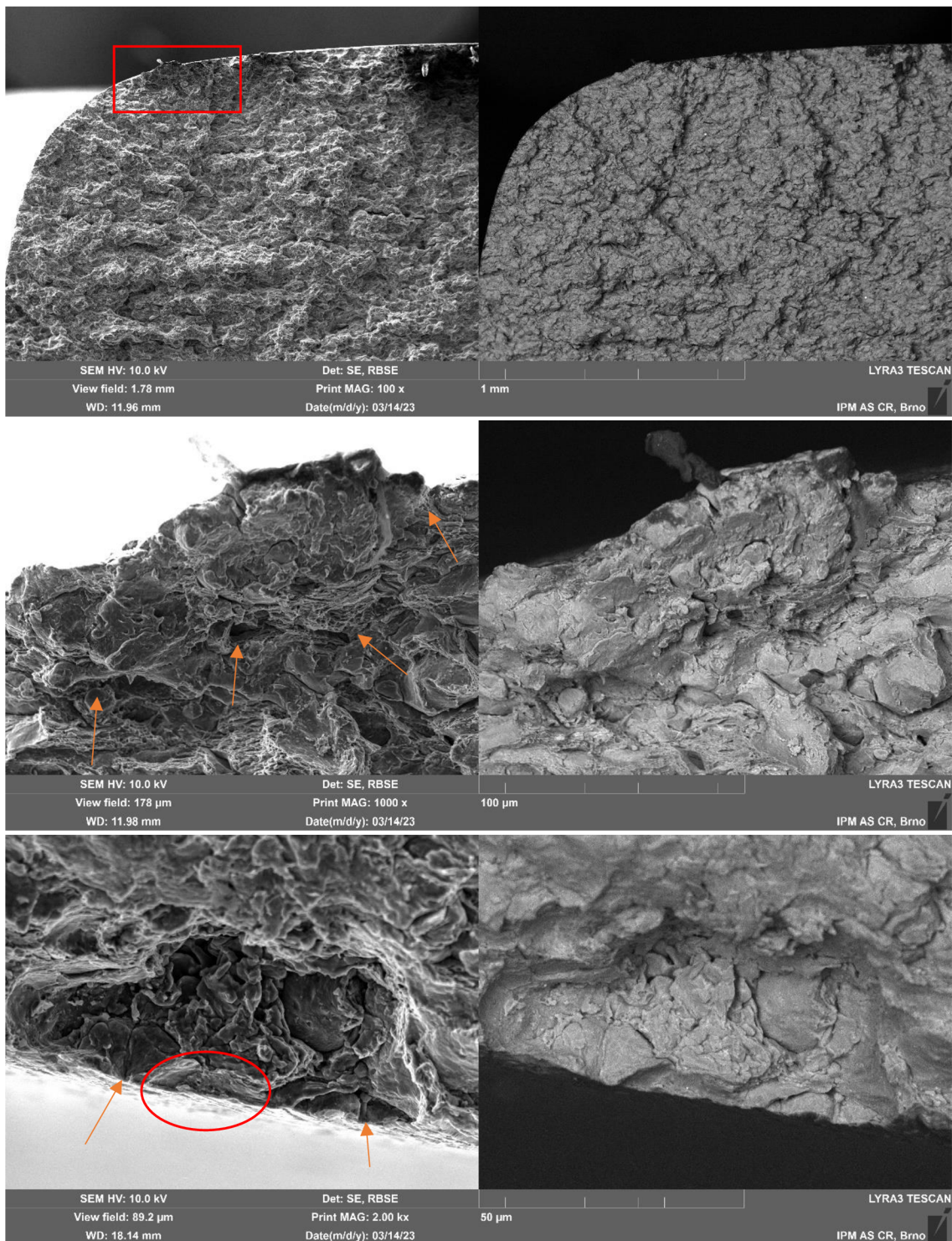


Obr. 81 Odhadované místo iniciace a detail

Na obr. 83 je vidět místo iniciace vzorku č. 4. Je zde výstupek, na jehož vrcholku a podél stoupání jsou obnažené částice. Podél počátku se nachází póry. Na protikusku jsou tyto vady mnohem viditelnější. V označené oblasti jde vidět vypadlý kus částice a lze si povšimnout velkého množství pórů.



Obr. 82 SEM přehledová fotografie vzorku č. 4 – 140 MPa



Obr. 83 Místo iniciace (nahore), detail (střed) protikus v místě odhadu iniciace (dole)

5 Diskuze výsledků

Mikrostruktura studovaného materiálu je tvořena zrny tuhého roztoku, jejichž hranice jsou obohacené o prvky Cu, Mg a Zn vlivem segregace z přesyceného tuhého roztoku. Ačkoliv materiál při depozici prošel extrémním termomechanickým procesem, po chemické stránce nedošlo ke změnám a mikrostruktura, charakteristická pro částice atomizovaného prášku, byla přenesena do vzorků. Struktura vzorků vytvořených pomocí CS si navzdory vysokým deformacím zachovala viditelnou morfologii částic. Uvnitř částic jsou zrna bez viditelné známky deformace a jejich velikost a tvar jsou totožné se zrny v částicích prášku. V kontaktní oblasti částic se nachází zdeformované zóny, uvnitř kterých se tvar a velikost zrn značně změnil. V případě malých částic, kde došlo k deformaci zrn z několika stran, se vytváří *UFG* (ultra fine grain – ultra jemná zrna) struktura. Pokud byla zrna deformována vlivem kontaktu pouze z jednoho směru, vytváří se *PG* (pancake grain – lívancová zrna) struktura, kde zrna jsou protažená do směru os X a Y na úkor velikosti v ose Z. Tyto poznatky jsou shodné s literaturou. [40,41,43,50]

EBSD analýza prášku potvrdila polykrystalickou mikrostrukturu částic prášku, jejíž zrna se pohybují v rozmezí 1-5 μm . Dále potvrdila, že shodu zrn uvnitř splatů deponovaného materiálu s atomizovanými částicemi. V zrnech částic byla detekována plastická deformace, která byla způsobena velkým teplotním pnutím z výrobního procesu. Vzhledem k malým rozměrům částic docházelo při výrobě k rychlému odvodu tepla. To má za následek tvorbu zrn nikoliv formou dendritů, ale buněk. Zrna na okrajích částic nejsou natočena ve směru odvodu tepla. Tato mikrostruktura zrn je obvyklá pro atomizované částice malých rozměrů ($< 50 \mu\text{m}$). Z porovnání s literaturou je patrné, že velikost zrn v částicích a nepřímo úměrná velikosti částice a také je závislá na materiálu. Stočení zrn dle směru odvodu tepla způsob tvorby zrn jsou závislé na rozměrech a materiálu částic [59,60]

Velikost porozity, v případě materiálu zkoumaného v závěrečné práci spolu s mechanickými vlastnostmi, se od současného poznání liší. Odůvodněním těchto nesrovnalostí jsou použité procesní parametry, a to především plyn použitý pro depozici materiálů. Převážné množství informací týkajících se materiálu CS EN AW7075 bylo získáno pouze s využitím helia, které má za výsledek kompaktnější strukturu, kvalitnější vazby mezi částicemi vlivem větších deformací, a tím i lepší mechanické vlastnosti a to vše z důvodu vyššího specifického tepla a nižší hustoty plynu. V této práci byl jakožto vodící plyn použit dusík, pro zjištění vlastností materiálu v případě rozšíření technologie Cold spray do komerčních sfér. [3,48] Zatímco CS EN AW7075 deponovaný pomocí dusíku dosahuje meze pevnosti 244 MPa s nulovou tažností, tak při použití helia je dosaženo 415 MPa meze pevnosti s tažností 3,2 % [43]. Avšak je dosaženo lepších výsledků než v případě jiných AM technologií jako např. SLM (selective laser melting), kde výsledná mez pevnosti je 203 MPa, tažností 0,5% a dochází k tvorbě prasklin při tuhnutí materiálu [49]. Jediné nalezené zmínky ve vědeckých člancích ohledně mechanických vlastností CS EN AW7075 s N_2 jakožto plynem bylo při měření meze pevnosti v ohybu. Obecně vzato pevnost v ohybu materiálu je vyšší, než jeho pevnost v tahu. I přesto byla mez pevnosti v tahu naměřena v této práci vyšší, než mez pevnosti v ohybu zjištěná K. Bobzinem a spol. [52] ($\sigma_B \approx 211 \text{ MPa}$). Odůvodněním vyšší pevnosti

je použití vhodnějších procesních parametrů a to vyšší teploty a tlaku plynu (400 → 550°C a 2,8 → 4 MPa) a použití prášku, jehož částice byly zhruba 5x menší (60 - 80 μm → 5 - 20 μm).

Tvrdoost naměřená na částicích prášku byla vyhodnocena na 98 HV_{0,01} ± 2, zatímco výsledná tvrdoost deponovaného materiálu vychází 130 HV_{0,1} ± 4. Lze tedy konstatovat, že došlo ke zvýšení tvrdoosti materiálu vlivem depozice. Lze usoudit, že za nárůst je zodpovědná změna morfologie zrn vlivem deformace a samotné deformační zpevnění. Jelikož vpich se zatížením 100 g měl v průměru velikost několika částic, jedná se o jakési zpřůměrování oblasti, a tedy lze konstatovat, že skutečná tvrdoost po hranicích částic ve zdeformované oblasti je větší. Dále bylo pomocí výsledků měření tvrdoosti na deponovaném materiálu spolu s mapou tvrdoosti dokázáno, že tvrdoost deponovaného materiálu není závislá na množství nadeponovaných vrstev neboli vzdálenosti od substrátu. Tyto teorie se shodují s daty ostatních vědeckých prací týkající se nejen materiálu EN AW7075, ale i dalších. [42,50,51]

Ze záznamu únavových zkoušek bylo vyzorováno cyklické zpevňování materiálu. Ačkoliv bylo původně předpokládáno změkčování materiálu, jelikož výrazně deformované materiály mají obvykle tendenci při cyklickém zatížení změkčovat a při depozici dochází k extrémním deformacím částic. Avšak při pohledu na deponovanou mikrostrukturu si lze všimnout, že viditelně zdeformované jsou částice pouze na povrchu do hloubky 5-10 μm je tedy možné, že zatímco zrna ve zdeformovaných oblastech podstupují cyklickému změkčování tak uvnitř částic, především těch větších, nejsou zrna natolik deformačně zpevněna a dochází zde k cyklickému zpevnění. Bude-li materiál vytvořený metodou Cold spray cyklicky zpevňovat nebo změkčovat by tedy bylo úměrné velikosti použitých částic. Tuto teorii však nelze porovnat s literaturou, jelikož nebylo možné nalézt práci, jenž by se tomuto tématu věnovala. Tuto teorii by bylo ještě nutné ověřit pomocí TEM.

Na základě experimentálních dat s pomocí regresní analýzy byly určeny Wöhler-Basquinovy parametry. Při porovnání s výstupy vědeckého článku, který použil helium jakožto nosný plyn, je zřejmý očekávaný pokles v životnosti materiálu. Avšak v případě, že by hodnoty amplitud napětí, byli normalizovány oproti mezi pevnosti v tahu, výsledná data by se překrývala. Toto naznačuje korelaci meze pevnosti v tahu a únavovými parametry a tedy v případě, že by se podařilo snížit množství defektů ve struktuře, bylo by možné dosáhnout podobné únavové životnosti. [43] Tohoto zlepšení lze dosáhnout pomocí tepelného (žihání) nebo mechanického (HIP) zpracování, či optimalizací provozních parametrů.

Materiál	Použitý plyn	R_m [MPa]	σ'_f [MPa]	b [-]
CS EN AW7075 (zkoumaný materiál)	N ₂	244	330	-0,07
CS EN AW7075 [43]	He	385	481	-0,075
EN AW7075-T6 [43] (konvenční)	-	590	780	-0,089

Tab.13 Porovnání Wöhler-Basquinových parametrů

Lomové plochy únavových vzorků nevykazují únavové charakteristiky (postupové čáry, striace, oblast stabilního šíření trhliny a ani rozlišitelnou oblast dolomu od zbytku lomové plochy). Lomová plocha je převážně tvořena interkrystalickým smíšeným lomem. Dominantní je štěpný lom s lehkým výskytem tvárné složky. Důvodem je relativně velké množství defektů ve struktuře ve formě pórů, nedostatečné množství chemických vazeb (mikrosvarů) a vyčerpaná plasticita vlivem extrémních deformací. Tvárný lom se vyskytuje na okrajích částic, kde došlo k vytvoření chemické vazby. Štěpný lom se vytváří z důvodů porušení mechanických vazeb a následné dekohezi částic. Vzhledem ke komplikované morfologii lomové plochy je velmi obtížné určit místo iniciace trhliny a lze tedy jen odhadovat, odkud se trhlina začala šířit s pomocí indicií na lomové ploše, pokud se ve struktuře nevyskytuje defekt o kritické velikosti. Tyto poznatky ohledně lomových ploch CS materiálů jsou shodné s mnoha vědeckými pracemi a lze konstatovat, že se nejedná jen o mechanismus tvorby lomové plochy v případě materiálu CS EN AW7075, ale jedná se o lomovou plochu charakteristickou pro technologii Coldspray. [40-53]

6 Závěry

Na základě vyhodnocení mikrostruktury, mechanických vlastností stanovených z tahových a únavových zkoušek a fraktografického rozboru lomových ploch materiálu CS EN AW7075 lze stanovit následující závěry:

- Mikrostruktura je tvořena deponovanými částicemi, které jsou zdeformovány po obvodu vlivem plastické deformace při dopadu. Uvnitř částic jsou zrna přesyceného tuhého roztoku totožná se zrny částic deponovaného prášku. Na okraji splatů se vyskytuje *UFG* a *PG* struktura. Po okrajích zrn je fáze obohacená o legury Cu, Mg a Zn.
- Ve struktuře se nachází 2 typy pórů. Prvním typem jsou uzavřené póry, vytvořené vlivem nedostatečných deformací pro vytvoření vazby. Druhým typem jsou sítě pórů, které jsou mezi sebou propojené, tzv. anthill póry. Uzavřená porozita materiálu je $1,15 \pm 0,08 \%$, což je pro tuto technologii v rámci očekávání.
- Vlivem depozice došlo k nárůstu tvrdosti oproti částicím prášku. Dále bylo dokázáno, že tvrdost materiálu vytvořeného technologií Cold spray není závislá na vzdálenosti jednotlivých vrstev od substrátu.
- Na základě tahových zkoušek nebylo možné určit $R_{p0,05}$ a tažnost z důvodů vyčerpání plasticity při depozici. Byla zjištěna mez pevnosti pro daný materiál – $R_m = 244 \pm 14$ MPa, což je zhruba 42 % konvenční slitiny EN AW 7075-T6.
- Při analýze hysterezních smyček spolu se závislostí plastické deformace získané z přemístění aktuátoru na počtu cyklů je patrné, že materiál cyklicky zpevňuje. Materiál nemá jednoznačný saturační charakter.
- Na základě naměřených experimentálních dat a pomocí regresní analýzy byla zkonstruována Wöhler-Basquinova křivka životnosti a určeny regresní parametry funkce. Exponent únavové pevnosti je -0,07 a leží tedy v obvyklém intervalu. Součinitel únavové pevnosti je 330 MPa, což je zhruba 42 % konvenční slitiny.
- Lomové plochy nevykazují typické charakteristiky únavového poškození bez ohledu na velikost amplitudy napětí, kromě místa iniciace trhliny, které se vždy nacházelo na povrchu vzorku.
- Lomové plochy mají převážně interkrystalický štěpný charakter, kde trhlina postupuje po hranicích částic z důvodu přerušení slabé mechanické vazby (interlocking) a následné dekohezi. Občasný tvárný charakter lomu se nachází na rozhraní částic, kde došlo k vytvoření mikrosvaru a projevuje se ve formě jamkové morfologie.

Použitá literatura

- [1] V. Champagne & D. Helfrich (2016) The unique abilities of cold spray deposition, *International Materials Reviews*, 61:7, 437-455, DOI: 10.1080/09506608.2016.1194948
- [2] Wen-Ya Li, Chang-Jiu Li, Hanlin Liao, Significant influence of particle surface oxidation on deposition efficiency, interface microstructure and adhesive strength of cold-sprayed copper coatings, *Applied Surface Science: a journal devoted to applied physics and chemistry of surfaces and interfaces*. Amsterdam: Elsevier B.V. ISSN 0169-4332.
- [3] R.N. Raelison, Y. Xie, T. Sapanathan, M.P. Planche, R. Kromer, S. Costil, *et al.* Cold gas dynamic spray technology: a comprehensive review of processing conditions for various technological developments till to date *Addit. Manuf.*, 19 (2018), pp. 134-159, 10.1016/j.addma.2017.07.001.
- [4] Hirotaka Fukanuma, Naoyuki Ohno, Bo Sun, Renzhong Huang, In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray, *Surface and Coatings Technology*, Volume 201, Issue 5, 2006, Pages 1935-1941, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.04.035>.
- [5] Yin, S., Meyer, M., Li, W. *et al.* Gas Flow, Particle Acceleration, and Heat Transfer in Cold Spray: A review. *J Therm Spray Tech* **25**, 874–896 (2016). <https://doi.org/10.1007/s11666-016-0406-8>.
- [6] Singh, S.; Raman, R.K.S.; Berndt, C.C.; Singh, H. Influence of Cold Spray Parameters on Bonding Mechanisms: A Review. *Metals* 2021, 11, 2016. <https://doi.org/10.3390/met11122016>
- [7] Feng, S.Q.; Ma, B.; Wang, X.L.; Liu, G.; Zheng, Z.Y.; Pan, L.P. Effects of standoff distance and particle size on quality of NiCoCrAlY coating by cold spraying. *Appl. Mech. Mater.* 2014, 513, 265–268.
- [8] Tan, A.W.-Y.; Sun, W.; Phang, Y.P.; Dai, M.; Marinescu, I.; Dong, Z.; Liu, E. Effects of traverse scanning speed of spray nozzle on the microstructure and mechanical properties of cold-sprayed Ti6Al4V coatings. *J. Therm. Spray Technol.* 2017, 26, 1484–1497.
- [9] Yin, S., Suo, X., Su, J. *et al.* Effects of Substrate Hardness and Spray Angle on the Deposition Behavior of Cold-Sprayed Ti Particles. *J Therm Spray Tech* **23**, 76–83 (2014). <https://doi.org/10.1007/s11666-013-0039-0>

- [10] Loke, K., Zhang, ZQ., Narayanaswamy, S. *et al.* Residual Stress Analysis of Cold Spray Coatings Sprayed at Angles Using Through-thickness Neutron Diffraction Measurement. *J Therm Spray Tech* **30**, 1810–1826 (2021). <https://doi.org/10.1007/s11666-021-01252-5>
- [11] Hesamodin Jami, Ahmad Jabbarzadeh, Effect of particle shape on mechanics of impact in the deposition of titanium nanoparticles on a titanium substrate, *Surface and Coatings Technology*, Volume 394, 2020, 125880, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125880>.
- [12] Wang, Y.; Normand, B.; Mary, N.; Yu, M.; Liao, H. Effects of ceramic particle size on microstructure and the corrosion behavior of cold sprayed SiCp/Al 5056 composite coatings. *Surf. Coat. Technol.* 2017, 315, 314–325.
- [13] Adachi, S.; Ueda, N. Effect of cold-spray conditions using a nitrogen propellant gas on AISI 316L stainless steel-coating microstructures. *Coatings* 2017, 7, 87.
- [14] Elsenberg, A.; Busato, M.; Gärtner, F.; List, A.; Bruera, A.; Bolelli, G.; Lusvarghi, L.; Klassen, T. Influence of MAX-phase deformability on coating formation by cold spraying. *J. Therm. Spray Technol.* 2021, 30, 617–642.
- [15] Nikbakht, R.; Assadi, H.; Jahani, K.; Saadati, M.; Jodoin, B. Cold spray deformation and deposition of blended feedstock powders not necessarily obey the rule of mixture. *Surf. Coat. Technol.* 2021, 424, 127644.
- [16] Hussain, T. Cold spraying of titanium: A review of bonding mechanisms, microstructure and properties. *KEM* 2012, 533, 53–90.
- [17] Ghelichi, R.; Guagliano, M. Coating by the cold spray process: A state of the art. *Fra. Int. Strut.* 2013, 3, 30–44.
- [18] Kumar, S.; Bae, G.; Lee, C. Influence of substrate roughness on bonding mechanism in cold spray. *Surf. Coat. Technol.* 2016, 304, 592–605.
- [19] Singh, S.; Singh, H.; Buddu, R.K. Microstructural investigations on bonding mechanisms of cold-sprayed copper with SS316L steel. *Surf. Eng.* 2020, 36, 1067–1080.

- [20] Ichikawa, Y.; Ogawa, K. Effect of substrate surface oxide film thickness on deposition behavior and deposition efficiency in the cold spray process. *J. Therm. Spray Technol.* 2015, 24, 1269–1276.
- [21] Perton, M.; Costil, S.; Wong, W.; Poirier, D.; Irissou, E.; Legoux, J.-G.; Blouin, A.; Yue, S. Effect of Pulsed Laser Ablation and Continuous Laser Heating on the Adhesion and Cohesion of Cold Sprayed Ti-6Al-4V Coatings. *J. Therm. Spray Technol.* 2012, 21, 1322–1333.
- [22] Goldbaum, D.; Shockley, J.M.; Chromik, R.R.; Rezaeian, A.; Yue, S.; Legoux, J.-G.; Irissou, E. The Effect of Deposition Conditions on Adhesion Strength of Ti and Ti6Al4V Cold Spray Splats. *J. Therm. Spray Technol.* 2012, 21, 288–303.
- [23] Yin, Shuo & Suo, Xinkun & Yingchun, Xie & li, Wenya & Lupoi, Rocco & Liao, Hanlin. (2015). Effect of substrate temperature on interfacial bonding for cold spray of Ni onto Cu. *Journal of Materials Science.* 50. 10.1007/s10853-015-9304-6.
- [24] Rokni, M.R.; Nutt, S.R.; Widener, C.A.; Champagne, V.K.; Hrabe, R.H. Review of relationship between particle deformation, coating microstructure, and properties in high-pressure cold spray. *J. Therm. Spray Technol.* 2017, 26, 1308–1355.
- [25] KLESNIL, M., LUKÁŠ, P. Fatigue of metallic materials. Academia Praha, 1992. 256s.
- [26] JUDAS, J. Extrémně nízkocyklová únavová životnost slitin neželezných kovů. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2019. 58s. Vedoucí diplomové práce Ing. Josef Zapletal, Ph.D.
- [27] Kamaraj, M., Radhakrishnan, V.M. Cold Spray Coating Diagram: Bonding Properties and Construction Methodology. *J Therm Spray Tech* **28**, 756–768 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11666-019-00853-5>
- [28] Qin Chen, Min Yu, Kai Cao, Hui Chen, Thermal conductivity and wear resistance of cold sprayed Cu-ceramic phase composite coating, *Surface and Coatings Technology*, Volume 434, 2022, 128135, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128135>.
- [29] Xiao-Tao Luo, Shao-Peng Li, Geng-Cheng Li, Ying-Chun Xie, Hu Zhang, Ren-Zhong Huang, Chang-Jiu Li, Cold spray (CS) deposition of a durable silver coating with high infrared reflectivity for radiation energy saving in the

polysilicon CVD reactor, *Surface and Coatings Technology*, Volume 409, 2021, 126841, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126841>.

- [30] Maniya Aghasibeig, Hossein Monajatizadeh, Philippe Bocher, Ali Dolatabadi, Rolf Wuthrich, Christian Moreau, Cold spray as a novel method for development of nickel electrode coatings for hydrogen production, *International Journal of Hydrogen Energy*, Volume 41, Issue 1, 2016, Pages 227-238, ISSN 0360-3199, <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.09.123>.
- [31] SURESH, S. *Fatigue of materials*. Cambridge university press, 1998. 608s.
- [32] Jaroslav Polák, Farouk Fardoun, Suzanne Degallaix, Effective and internal stresses in cyclic straining of 316 stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 215, Issues 1–2, 1996, Pages 104-112, ISSN 0921-5093, [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(96\)10373-7](https://doi.org/10.1016/0921-5093(96)10373-7).
- [33] H. Assadi, H. Kreye, F. Gärtner, T. Klassen, Cold spraying – A materials perspective, *Acta Materialia*, Volume 116, 2016, Pages 382-407, ISSN 1359-6454, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.06.034>.
- [34] Fernandez, R., Jodoin, B. Cold Spray Aluminum–Alumina Cermet Coatings: Effect of Alumina Content. *J Therm Spray Tech* **27**, 603–623 (2018). <https://doi.org/10.1007/s11666-018-0702-6>
- [35] Sanpo, Noppakun & Tan, Meng & Cheang, Philip & Khor, K.. (2009). Antibacterial property of cold-sprayed HA-Ag/PEEK coating. *Journal of Thermal Spray Technology - J THERM SPRAY TECHNOL.* 18. 10-15. 10.1007/s11666-008-9283-0.
- [36] A. Moridi, S. M. Hassani-Gangaraj, M. Guagliano & M. Dao (2014) Cold spray coating: review of material systems and future perspectives, *Surface Engineering*, 30:6, 369-395, DOI: [10.1179/1743294414Y.0000000270](https://doi.org/10.1179/1743294414Y.0000000270)
- [37] K. Petráčková, J. Kondás, M. Guagliano, Fixing a hole (with cold spray), *International Journal of Fatigue*, Volume 110, 2018, Pages 144-152, ISSN 0142-1123, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.01.014>.
- [38] LAIRD, C.: *The Influence of metallurgical Structure on the Mechanism of Fatigue Crach*
- [39] Kazuo Tateishi, Takeshi Hanji, Kuniaki Minami, A prediction model for extremely low cycle fatigue strength of structural steel, *International Journal of Fatigue*, Volume 29, Issue 5, 2007, Pages 887-896, ISSN 0142-1123, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2006.08.001>.

- [40] C.J. Williamson, A.R. Webb, L.N. Brewer, P.G. Allison, J.B. Jordon, Effect of powder heat treatment on fatigue mechanisms of freestanding AA7075 cold spray deposits, *International Journal of Fatigue*, Volume 167, Part A, 2023, 107256, ISSN 0142-1123
- [41] M.R. Rokni, C.A. Widener, V.K. Champagne, G.A. Crawford, S.R. Nutt, The effects of heat treatment on 7075 Al cold spray deposits, *Surface and Coatings Technology*, Volume 310, 2017, Pages 278-285, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.10.064>.
- [42] R. Ghelichi, D. MacDonald, S. Bagherifard, H. Jahed, M. Guagliano, B. Jodoin, Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052, *Acta Materialia*, Volume 60, Issue 19, 2012, Pages 6555-6561, ISSN 1359-6454, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.08.020>.
- [43] B.C. White, W.A. Story, L.N. Brewer, J.B. Jordon, Fatigue behavior of freestanding AA2024 and AA7075 cold spray deposits, *International Journal of Fatigue*, Volume 112, 2018, Pages 355-360, ISSN 0142-1123, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.03.007>.
- [44] A. Moridi, S.M. Hassani-Gangaraj, S. Vezzú, L. Trško, M. Guagliano, Fatigue behavior of cold spray coatings: The effect of conventional and severe shot peening as pre-/post-treatment, *Surface and Coatings Technology*, Volume 283, 2015, Pages 247-254, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.10.063>.
- [45] Ziemian, C. & Sharma, Mala & Bouffard, B. & Nissley, T. & Eden, Tim. (2014). Effect of substrate surface roughening and cold spray coating on the fatigue life of AA2024 specimens. *Materials & Design*. 54. 212-221. [10.1016/j.matdes.2013.08.061](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.08.061).
- [46] R. Liu, Z.J. Zhang, P. Zhang, Z.F. Zhang, Extremely-low-cycle fatigue behaviors of Cu and Cu–Al alloys: Damage mechanisms and life prediction, *Acta Materialia*, Volume 83, 2015, Pages 341-356, ISSN 1359-6454, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.10.002>.
- [47] Qingyuan Wang, Muhammad Kashif Khan, Claude Bathias, Current understanding of ultra-high cycle fatigue, *Theoretical and Applied Mechanics Letters*, Volume 2, Issue 3, 2012, 031002, ISSN 2095-0349, <https://doi.org/10.1063/2.1203102>.
- [48] K. Balani, T. Laha, A. Agarwal, J. Karthikeyan, N. Munroe, Effect of carrier gases on microstructural and electrochemical behavior of cold-sprayed 1100

aluminum coating, *Surf. Coat. Technol.* 195 (2005) 272–279, <https://doi.org/10.1016/J.SURFCOAT.2004.06.028>.

- [49] W. Reschetnik, J.-P. Brüggemann, M.E. Aydinöz, O. Grydin, K.-P. Hoyer, G. Kullmer, H.A. Richard, Fatigue crack growth behavior and mechanical properties of additively processed EN AW-7075 aluminium alloy, *Procedia Structural Integrity*, Volume 2, 2016, Pages 3040-3048, ISSN 2452-3216, <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.380>.
- [50] M.R. Rokni, C.A. Widener, G.A. Crawford, M.K. West, An investigation into microstructure and mechanical properties of cold sprayed 7075 Al deposition, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 625, 2015, Pages 19-27, ISSN 0921-5093, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.059>.
- [51] M.R. Rokni, C.A. Widener, O.C. Ozdemir, G.A. Crawford, Microstructure and mechanical properties of cold sprayed 6061 Al in As-sprayed and heat treated condition, *Surface and Coatings Technology*, Volume 309, 2017, Pages 641-650, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.12.035>.
- [52] Bobzin, K., Wietheger, W., Hebing, J. *et al.* Softening Behavior of Cold-Sprayed Aluminum-Based Coatings AA1200 and AA7075 During Annealing. *J Therm Spray Tech* 30, 358–370 (2021). <https://doi.org/10.1007/s11666-020-01121-7>.
- [53] M.R. Rokni, C.A. Widener, G.A. Crawford, M.K. West, An investigation into microstructure and mechanical properties of cold sprayed 7075 Al deposition, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 625, 2015, Pages 19-27, ISSN 0921-5093, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.059>.
- [54] *ArianeGroup* [online]. 2020 [cit. 2023-05-24]. Dostupné z: <https://www.ariane.group/en/news/arianegroup-successfully-tests-first-combustion-chamber-produced-entirely-by-3d-printing/>.
- [55] J. Polák, V. Mazánová, M. Heczko, R. Petráš, I. Kuběna, L. Casalena, J. Man, The role of extrusions and intrusions in fatigue crack initiation, *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 185, 2017, Pages 46-60, ISSN 0013-7944, <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.03.006>.
- [56] Mughrabi H. 2015 Microstructural mechanisms of cyclic deformation, fatigue crack initiation and early crack growth. *Phil. Trans. R. Soc. A* 373:20140132. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2014.0132>

- [57] RŮŽIČKA, Milan. Kritéria a postupy při posuzování únavové pevnosti a životnosti konstrukcí [online]. 2002 [cit. 2023-05-25]. Hysterezní smyčka. https://mechanika2.fs.cvut.cz/sources_old/pkz/3_2.html
- [58] Wenya Li, Kang Yang, Shuo Yin, Xiawei Yang, Yaxin Xu, Rocco Lupoi, Solid-state additive manufacturing and repairing by cold spraying: A review, *Journal of Materials Science & Technology*, Volume 34, Issue 3, 2018, Pages 440-457, ISSN 1005-0302, <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.09.015>.
- [59] Liu, T., Story, W.A. & Brewer, L.N. Effect of Heat Treatment on the Al-Cu Feedstock Powders for Cold Spray Deposition. *Metall Mater Trans A* **50**, 3373–3387 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05230-z>
- [60] MOLNÁROVÁ, Orsolya, Přemysl MÁLEK, Jozef VESELÝ, Michaela ŠLAPÁKOVÁ, Peter MINÁRIK, František LUKÁČ, Tomáš CHRÁSKA, Pavel NOVÁK a Filip PRŮŠA. Nanocrystalline Al7075 + 1 wt % Zr Alloy Prepared Using Mechanical Milling and Spark Plasma Sintering. *Materials* [online]. 2017, **10**(9), 1105. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma10091105