



# 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

# VLIV PŘETAVENÍ ELEKTRONOVÝM PAPRSKEM NA BINÁRNÍ SMĚSI DEPONOVANÉ METODOU COLD SPRAY

EFFECT OF ELECTRON BEAM REMELTING ON BINARY MIXTURES DEPOSITED BY THE COLD SPRAY  
METHOD

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

David Novotný

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Mgr. Jan Čupera

BRNO 2018



# Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Student: **David Novotný**  
Studijní program: Strojírenství  
Studijní obor: Základy strojního inženýrství  
Vedoucí práce: **Mgr. Jan Čupera**  
Akademický rok: 2017/18

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

## **Vliv přetavení elektronovým paprskem na binární směsi deponované metodou cold spray**

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

Navrhované téma pracuje s myšlenkou přípravy objemového intermetalika metodou přetavení objemového nástřiku základních materiálů nanesených metodou cold-spray. K přetavení bude využita metoda elektronového paprsku. Řešen bude vliv elektronového paprsku na mikrostrukturu deponovaných nástřiků.

### **Cíle bakalářské práce:**

Teoretická orientace v problematice přípravy a využití intermetalických materiálů. Příprava vzorků, jejich modifikace elektronovým paprskem, analýza změn v mikrostruktuře vzorků.

### **Seznam doporučené literatury:**

PAPYRIN, A. Cold Spray Technology. B.m.: Elsevier, 2007. ISBN 978-0-08-045155-8.

SCHULTZ, H. Electron Beam Welding. B.m.: Abington, 1993. Fachbuchreihe Schweißtechnik. ISBN 978-1-85573-050-2.

SAUTHOFF, G. Intermetallics. B.m.: Wiley, 2008. ISBN 978-3-527-61540-7.

WHITE, C. W. Laser and Electron Beam Processing of Materials. B.m.: Elsevier Science, 2012. ISBN 978-0-323-14253-3.

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

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## **ABSTRAKT**

Bakalářská práce se zabývá vlivem přetavení elektronovým paprskem na binárních směsích Fe-Al a Ni-Al, které byly deponované metodou Cold Spray. Rešeršní studie je zaměřena na základní principy fungování a použití technologií Elektronového paprsku a metody Cold spray. Dále jsou v ní popsány systémy Fe-Al a Ni-Al, objevující se v experimentální části, a jejich binární diagramy. V experimentální části byly vzorky deponovaných vrstev přetaveny pomocí elektronového paprsku a následně zkoumány změny v mikrostruktuře po přetavení pomocí světelné a elektronové mikroskopie.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Intermetalické sloučeniny, Fe-Al, Ni-Al, elektronový paprsek, Cold spray

## **ABSTRACT**

This bachelor's thesis deals with the effect of an electron beam remelting on binary mixtures of Fe-Al and Ni-Al, which were deposited by Cold spray. The Research study is focused on the basic principles of function and usage of the electron beam technology and the Cold spray method. Furthermore, binary systems of Fe-Al and Ni-Al are, along with their binary diagrams, also described in this part. In the Experimental part, the samples were remelted by an electron beam and consequently, the changes in microstructure were examined using electron and optical microscope.

## **KEYWORDS**

Intermetallic compounds, Fe-Al, Ni-Al, electron beam, Cold spray

NOVOTNÝ, D. *Vliv přetavení elektronovým paprskem na binární směsi deponované metodou cold spray*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 57 s. Vedoucí bakalářské práce Mgr. Jan Čupera.

# PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma Vliv přetavení elektronovým paprskem na binární směsi deponované metodou Cold spray jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne .....

.....

(podpis autora)

## **PODĚKOVÁNÍ**

Tímto bych chtěl poděkovat Mgr. Janu Čuperovi za vedení a vždy ochotnou pomoc při tvorbě této bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat Bc. Janu Kouřilovi za přetavení vzorků zkoumaných v experimentální části. Velké díky patří také celé mé rodině a hlavně svým rodičům za podporu v průběhu celého mého studia.



# OBSAH

## ÚVOD

## CÍLE PRÁCE

<b>1</b>	<b>ELEKTRONOVÝ PAPERSEK.....</b>	<b>2</b>
<b>1.1</b>	<b>Konstrukce zařízení .....</b>	<b>4</b>
1.1.1	Elektronové dělo .....	5
1.1.2	Elektronová optická soustava .....	6
1.1.3	Pracovní komora .....	7
<b>1.2</b>	<b>Interakce elektronů se svařovaným materiálem .....</b>	<b>8</b>
<b>1.3</b>	<b>Technologické využití elektronového paprsku .....</b>	<b>9</b>
1.3.1	Velké objemové tavení, vakuové přetavení a čištění kovů .....	9
1.3.2	Tepelné zpracování povrchové vrstvy.....	10
1.3.3	Elektronové svařování a pájení .....	10
1.3.4	Obrábění elektronovým paprskem .....	10
1.3.5	Aditivní postupy v metodách Rapid prototyping .....	11
<b>2</b>	<b>METODA COLD SPRAY .....</b>	<b>12</b>
<b>2.1</b>	<b>Konstrukce zařízení .....</b>	<b>12</b>
<b>2.2</b>	<b>Mechanismus vzniku povlaku .....</b>	<b>13</b>
<b>2.3</b>	<b>Kritická rychlost .....</b>	<b>15</b>
<b>2.4</b>	<b>Srovnání metody CS a běžných metod žárového nanášení .....</b>	<b>17</b>
<b>3</b>	<b>INTERMETALIKA .....</b>	<b>19</b>
<b>3.1</b>	<b>Systém Fe-Al .....</b>	<b>19</b>
3.1.1	Binární diagram Fe-Al.....	19
3.1.2	Významné slitiny v systému Fe-Al .....	21
<b>3.2</b>	<b>Systém Ni-Al.....</b>	<b>22</b>
3.2.1	Binární diagram Ni-Al .....	22
3.2.2	Významné slitiny v systému Ni-Al .....	23

<b>4</b>	<b>EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>24</b>
<b>4.1</b>	<b>Experimentální metody .....</b>	<b>24</b>
4.1.1	Světelná mikroskopie .....	24
4.1.2	Elektronová mikroskopie .....	24
4.1.3	Měření mikrotvrdosti .....	25
<b>4.2</b>	<b>Příprava vzorků .....</b>	<b>26</b>
<b>4.3</b>	<b>Vzorek Fe-Al .....</b>	<b>28</b>
4.3.1	Nepřetavený vzorek .....	28
4.3.2	Přetavený vzorek – vstupní proud 7 mA .....	29
4.3.3	Přetavený vzorek – vstupní proud 10 mA .....	33
<b>4.4</b>	<b>Vzorek Ni-Al .....</b>	<b>35</b>
4.4.1	Nepřetavený vzorek .....	35
4.4.2	Přetavený vzorek – vstupní proud 7 mA .....	36
4.4.3	Přetavený vzorek – vstupní proud 10 mA .....	39
<b>5</b>	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>41</b>

LITERATURA

SEZNAM OBRÁZKŮ

SEZNAM TABULEK

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

# ÚVOD

Intermetalické fáze jsou velmi významnou skupinou materiálů používanou v širokém spektru aplikací. Jejich specifické vlastnosti našly uplatnění ve vysokoteplotních aplikacích, jako slitiny s tvarovou pamětí, jako korozivzdorné materiály, pro své magnetické vlastnosti a mnohé další. Často nahrazují běžné konstrukční materiály, protože nabízí lepší kombinaci vlastností. Například nižší hustotu při stejné korozivzdornosti nebo vyšší pevnost při dané pracovní teplotě. Jejich nevýhodou je křehkost, která v některých aplikacích brání plnému využití. V současné době jsou stále předmětem intenzivního výzkumu a jejich aplikační potenciál nebyl ještě plně využit.

V následující práci byl zkoumán vliv přetavení elektronovým paprskem na binární směsi za účelem vytvoření intermetalických fází. Binární směsi byly vytvořeny kinetickým naprašováním dvousložkových prášků na hliníkový substrát metodou Cold spray. Ta umožňuje vytvoření deponované vrstvy pomocí plastických deformací bez tepelného ovlivnění vzorku. V experimentální části byly studovány vzorky binárních směsí Fe-Al a Ni-Al, které byly přetaveny elektronovým paprskem. Pomocí světelné a elektronové mikroskopie byly vzorky analyzovány v přetaveném a nepřetaveném stavu a následně porovnávány změny v mikrostruktuře vzniklé přetavením vzorku elektronovým paprskem.

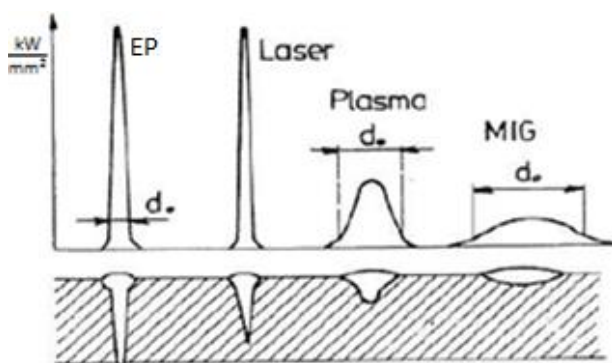
# CÍLE PRÁCE

Cílem rešeršní studie byla teoretická orientace v problematice technologie elektronového paprsku a jeho využití. Představit metodu Cold spray a její základní principy a popsat binární systémy Fe-Al a Ni-Al a intermetalické fáze, které se v nich objevují.

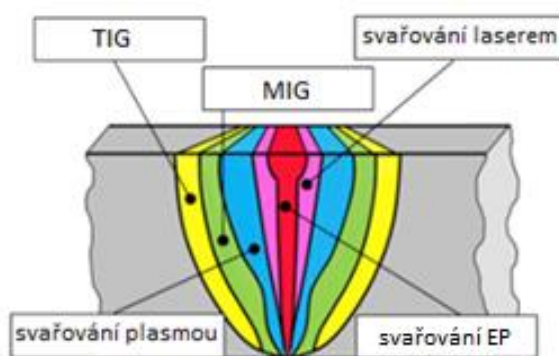
Cílem experimentální části práce byla analýza vlivu přetavení elektronovým paprskem na binární směsi deponované metodou Cold spray. Vytvořit metalografické výbrusy a porovnat strukturu vzorků před a po přetavení elektronovým paprskem.

# 1 ELEKTRONOVÝ PAPERSEK

Elektronový paprsek je úzký tok elektronů. Ty jsou urychleny podle potřeby na 0,3–0,7 násobek rychlosti světla, při urychlovacím napětí 30–200 kV. Tím se docílí vysokého nahuštění kinetické energie. Při správném fokusování paprsku lze dosáhnout hustoty výkonu až  $10^7$  W/cm<sup>2</sup>, kde většina je koncentrována kolem osy paprsku (viz Obrázek 1.1). Při kontaktu s materiálem se velká část kinetické energie paprsku mění na teplo a dojde k velmi rychlému ohřevu materiálu. Teoreticky lze dosáhnout ohřevu  $10^7$ – $10^8$  K/s. Reálně se takových hodnot nedosahuje z důvodu vypařování kovu na povrchu, přemístování roztaveného kovu plyny a parami nebo zpětnému odrazu dopadajících elektronů. To všechno spotřebovává velké množství energie. Díky velkému nahuštění energie je elektronový paprsek schopen vytvořit velmi hluboké průvary (u oceli až 250 mm) s minimálním tepelným zasažením okolní oblasti oproti běžným svařovacím metodám (viz Obrázek 1.2.) Pro minimální tepelné zasažení okolní oblasti je paprsek běžně fokusován na šířku stopy 0,1–0,8 mm podle hloubky průvaru. Další důležitou charakteristikou rozhodující o velikosti tepelně zasažené oblasti je divergence paprsku. Ta určuje míru rozšiřování paprsku s rostoucí vzdáleností od ohniska. Vyjadřuje se pomocí úhlu  $\gamma$ , který běžně bývá 10–15 mrad. Nízká divergence je žádoucí hlavně u hlubokých průvarů [1, 2].

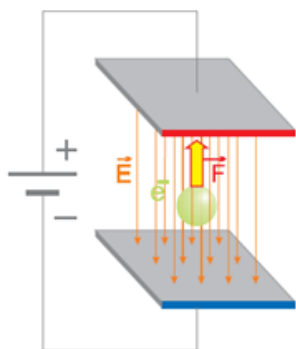


Obrázek 1.1: Rozložení hustoty výkonu [2]

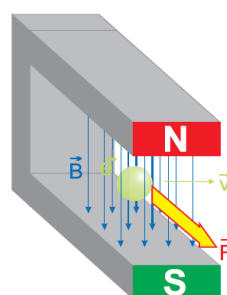


Obrázek 1.2: Tepelně zasažená oblast [1]

Elektron je částice nesoucí elementární náboj  $e=1,602 \cdot 10^{-19}$  C. Toho je využíváno při ovládání toku elektronového paprsku. Elektrony jsou urychlovány pomocí elektrického pole, jehož intenzita směřuje proti směru toku elektronů (viz Obrázek 1.3.). Elektrické pole je tvořeno mezi katodou (wolframové nebo tantalové vlákno emitující elektrony) a anodou v elektronovém děle. Vychýlení elektronového toku ovládáme magnetickým polem. Směr vychýlení toku elektronů je kolmý na siločáry magnetické indukce (viz Obrázek 1.4). Magnetické pole vytváříme pomocí soustavy elektrických cívek [2].



Obrázek 1.3: Působení elektrického pole [2]

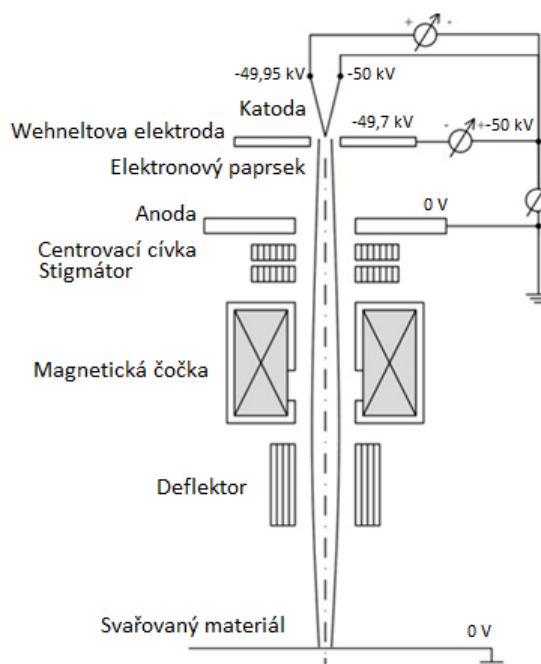


Obrázek 1.4: Působení magnetického pole [2]

Elektronový paprsek je univerzální a komplexní termální nástroj. Jeho hlavní předností, oproti běžným svařovacím metodám, je schopnost hlubokých průvarů materiálu s minimálním tepelným zasažením okolní oblasti. Lze dosáhnout průvaru u ocelí až 300 mm, u slitin hliníku až 500 mm. Zároveň umožňuje vytvářet mikrosvary plechů již od tloušťky 0,1 mm. Nevýhodou technologie elektronového paprsku je nutnost svářet za sníženého tlaku, aby se omezil rozptyl paprsku okolním prostředím. Musí se tedy svářet ve vakuové komoře, což je nákladné a omezuje to maximální velikost svářeného dílu [1].

## 1.1 Konstrukce zařízení

V této kapitole budou představeny základní části elektronové svářečky a stručně popsány principy jejich fungování. Základní části elektronové svářečky jsou: elektronové dělo, elektromagnetická optická soustava a vakuová komora. Konfigurace systému je zobrazena na Obrázku 1.5.



Obrázek 1.5: Konfigurace systému elektronové svářečky [1]

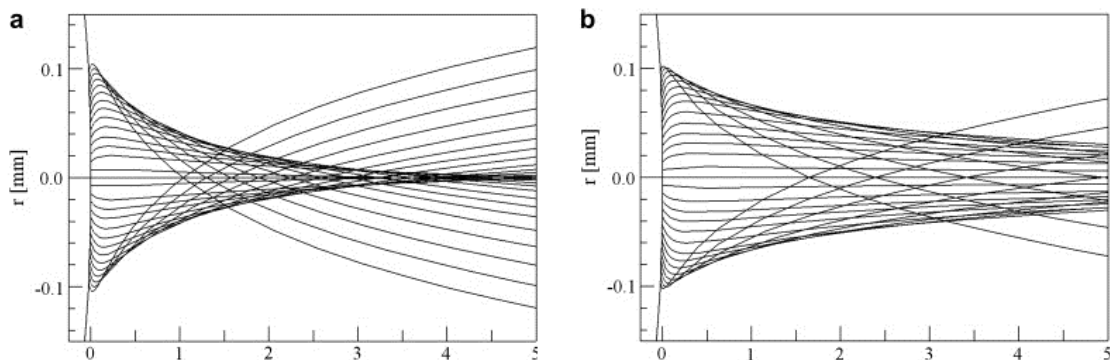
### 1.1.1 Elektronové dělo

Elektronové dělo je klíčová součástka každé elektronové svářečky. Slouží jako zdroj volných elektronů, které jsou následně pomocí elektrického pole urychlovány. Dochází zde také k prvotnímu soustředění elektronového paprsku (vznik bodového zdroje elektronů za pomoci Wehneltovy elektrody). Bez dostatečně silného a soustředěného paprsku, vycházejícího z elektronového děla, nelze dosáhnout požadované účinnosti a přesnosti při svařování. Elektronové dělo se skládá ze zdroje elektronů (katoda), Wehneltovy elektrody a uzemněné anody. Mezi katodou a anodou je udržováno urychlovací napětí 30–200 kV. Hlavní části elektronového děla budou popsány níže [2].

Existují dva hlavní typy zdrojů elektronů: termoemisní a autoemisní zdroje. Autoemisní zdroje elektronů mají katodu ve tvaru hrotu s velmi malým poloměrem křivosti (50–100 nm) z monokrystalu wolframu. K emisi elektronů dochází tunelováním za působení silného elektrického pole (v blízkosti hrotu až  $10^{10} \text{ V} \cdot \text{m}^{-1}$ ). Jejich výhodou je emise elektronů za nízkých teplot, což zvyšuje životnost katody. Celkový emisní tok elektronů je však nižší než u termoemisních zdrojů, proto nejsou vhodné pro technologii svařování EP. Autoemisní zdroje se využívají hlavně v elektronové mikroskopii [3].

Termoemisní zdroje elektronů pracují při teplotách okolo 2700 K. Jsou tedy vyrobeny z materiálu, který musí vyhovovat mnoha požadavkům. Nejdůležitější jsou: vysoká teplota tání, dobrá mechanická pevnost, nízká chemická afinita a nízká výstupní práce elektronů. Nejlépe těmto požadavkům vyhovuje wolfram. Jistá alternativa je hexaborid lanthanu ( $\text{LaB}_6$ ). Ten má nižší pevnost než wolfram, ale zároveň i nižší výstupní práci elektronů ( $W_w = 4,5 \text{ eV}$ ,  $W_{\text{LaB}_6} = 2,6 \text{ eV}$ ), takže k emisi elektronů dochází za nižších teplot než u wolframu. Nejčastěji jsou ovšem katody vyrobeny z wolframového pásku ohnutého do tvaru písmene V. Katoda se ohřívá při průchodu elektrického proudu, nebo pomocí vinutých vláken [3, 4].

Bude-li zvyšována teplota vlákna za konstantního předpětí Wehneltovy elektrody, vznikne paprsek elektronů o proudu několika  $\mu\text{A}$  formující obraz povrchu katody. Při dalším zvyšování teploty roste emitovaný proud elektronů konstantně až do určitého bodu. Za tímto bodem je tok elektronů mířící k Wehneltové elektrodě tvořen pouze částí emitovaných elektronů. Zbytek elektronů vytváří v okolí katody prostorový náboj, z důvodu odpuzivých sil mezi narůstajícím počtem elektronů. Tyto síly nelze při malé rychlosti elektronů v blízkosti katody zanedbat. Tento bod se nazývá stav proudového nasycení a je to pracovní stav většiny termoemisních zdrojů elektronů. Prostorový náboj v okolí katody příznivě ovlivňuje tvar elektrického pole a tím odstraňuje některé nepříznivé vlivy katody na tok elektronů, hlavně vliv povrchové struktury vlákna i kolísání jeho teploty. Trajektorie toku elektronů, ovlivněná prostorovým nábojem, je také vhodnější k zaostřování pomocí Wehneltovy elektrody (viz Obrázek 1.6). Při dalším zvyšování teploty již nedochází k růstu emitovaného proudu a pouze se zkracuje životnost elektrody [3, 5].



Obrázek 1.6 Vliv prostorového náboje na trajektorii elektronů. [3]

- a) Trajektorie před vytvořením prostorového náboje
- b) Trajektorie po vytvoření prostorového náboje

Emitovaným elektronům je potřeba dodat kinetickou energii a formovat jejich dráhu, aby se vytvořil paprsek co nejmenšího průměru. Toho lze dosáhnout vhodným tvarem urychlujícího elektrického pole, tzn. vhodným tvarem elektrod, které jej vytváří. Konstruuje se tedy tzv. triodový systém, kde mezi katodu a anodu je vložena pomocná řídicí Wehneltova elektroda, která má záporný potenciál oproti katodě o 300-600 V. Wehneltova elektroda má tvar válce bez vrchní podstavy s otvorem uprostřed spodní podstavy. Při jejím povrchu je počáteční rychlost emitovaných elektronů blízká nule, proto jsou zde elektrickým polem ovlivňovány nejsilněji. Wehneltova elektroda slouží jako elektrostatičká čočka, která způsobuje křížení trajektorií v tzv. křížišti. Jeho velikost je přibližně 30–60  $\mu\text{m}$  a pro elektromagnetickou optickou soustavu je brána jako bodový zdroj elektronů [6].

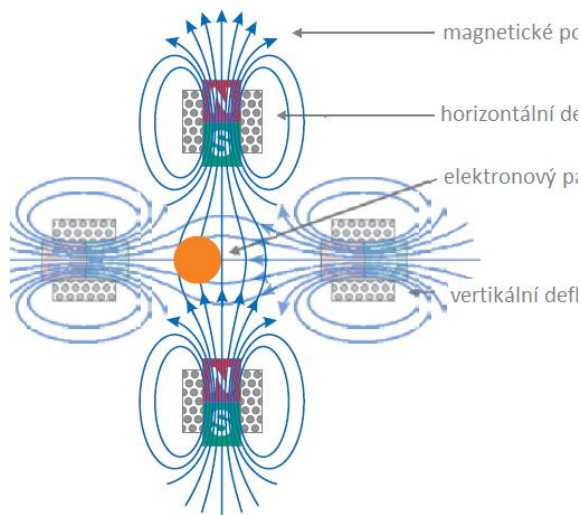
### 1.1.2 Elektronová optická soustava

Pro praktické využití elektronového paprsku je nutné ho po vyzáření z elektronového děla ovládat. Využívá se k tomu systém elektrických cívek, které při průchodu proudem vytváří elektromagnetické pole. Při průchodu elektronového paprsku tímto polem působí na letící elektrony Lorentzova síla a mění tak jejich trajektorii. Vhodnou konfigurací elementárních cívek se vytvoří elektromagnetické pole, které ovládá paprsek podobně jako běžné světelné optické soustavy [7].

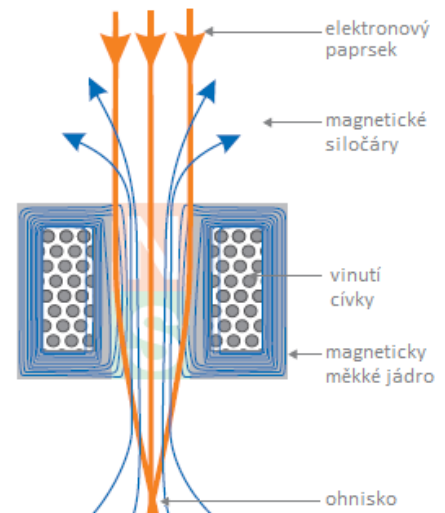
Elektromagnetická čočka generuje fokusační magnetické pole (viz Obrázek 1.7). To má za následek zúžení elektronového paprsku a tím zvýšení hustoty výkonu při dopadu. Optickou mohutnost elektromagnetické čočky lze měnit pomocí změn proudu v budící cívce. To umožňuje dynamicky měnit ohniskovou vzdálenost. Stejně, jako optická čočka, vykazuje elektromagnetická čočka principiální optické vady (chromatickou, sférickou atd.). Často tedy bývá doplněna centrovací cívkou, která koriguje vyosení paprsku a stigmátorem, který opravuje eliptický profil paprsku. Tyto vady se tím částečně kompenzují [7, 8].

Další částí elektronové optické soustavy je deflektor (viz Obrázek 1.8). Funkce deflektoru je vychýlit elektronový paprsek o požadovaný úhel a nasměrovat ho tím do pracovní oblasti. Je tvořen dvěma cívkami, které generují navzájem kolmá elektromagnetická pole. To umožňuje vychylovat paprsek v obou směrech. Jistou alternativou k elektromagnetickému deflektoru je elektrostatičký deflektor, který ovšem není vhodný při velkých energiích paprsku z důvodu napěťových rozkmitů na budících deskách [7, 8].





Obrázek 1.8: Elektromagnetický deflektor [8]

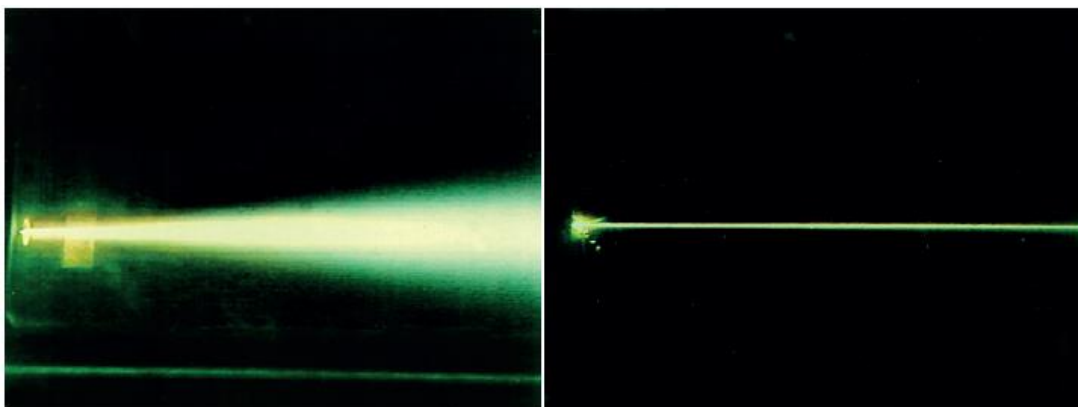


Obrázek 1.7: Elektromagnetická čočka [8]

Všechny části optického systému lze elektronicky ovládat pomocí změn budících proudů v cívkách. To umožňuje měnit trajektorii paprsku daleko rychleji než jakýmkoliv mechanickým způsobem. Díky tomu je svařování elektronovým paprskem velmi rychlý, dobře regulovatelný a reprodukovatelný proces [7, 8].

### 1.1.3 Pracovní komora

Při svařování elektronovým paprskem je důležité vakuum, které se udržuje, aby nedocházelo k rozptylu paprsku vlivem srážek s okolními částicemi (viz Obrázek 1.9). Největší stupeň vakua se udržuje v okolí zdroje elektronů, kde částice ještě nemají takovou rychlost a srážky by významně ovlivňovaly jejich trajektorii [9].



Obrázek 1.9: Rozptyl paprsku při tlaku 500 mbar (nalevo) a při tlaku 50 mbar (napravo) [8]

Pro udržení vakua tedy musí být celý proces uzavřen do pracovní komory, ze které se následně vysaje vzduch. To je z hlediska technologie omezující prvek, protože velikost komory limituje maximální rozměry svařence a nutnost vysát z komory vzduch zvyšuje operační čas. Vzduch se z komory vysává pomocí vývěvy. Přehled používaných typů vývěv je v Tabulce 1.1. V některých komorách je využíván systém clon k postupnému snížení vakua, což umožňuje udržet silné lokální vakuum v oblasti elektronového děla

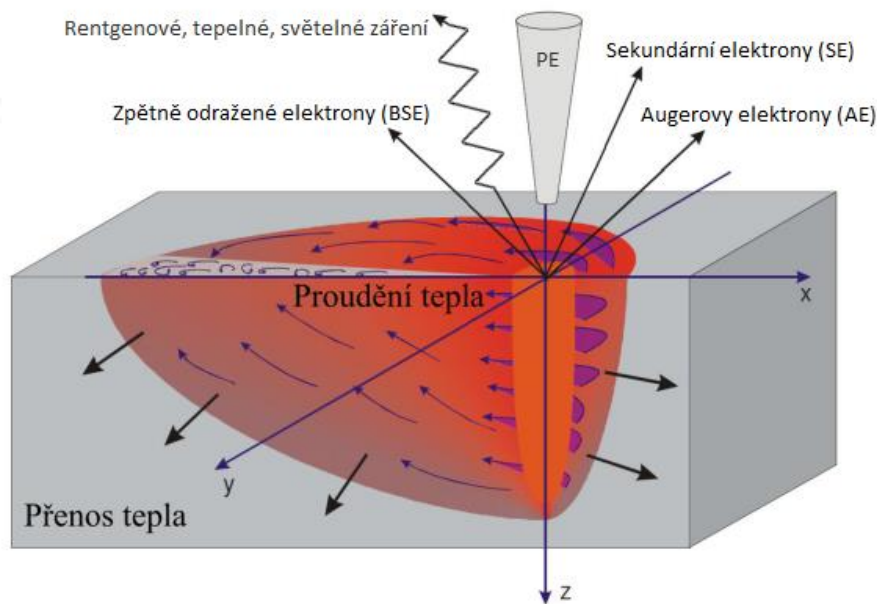
a nižší vakuum v předkomoře se svařencem. Pracovní komora rovněž slouží k odstínění rentgenového záření vznikajícího při interakci elektronů se svařovaným materiálem. U přístrojů pracujících s urychlovacím napětím do 60 kV na odstínění záření stačí stěny pracovní komory. Při vyšším urychlovacím napětí je potřeba přidat odstíňující olověné desky [9, 10].

Vývěva	Princip fungování	Minimální tlak
Rotační	Opakovaně se zvětšuje a zmenšuje pracovní prostor vývěvy pomocí excentrického rotujícího tělesa	100 mbar
Difuzní	Molekuly čerpaného plynu jsou unášeny hnací párou, získané vypařováním silikonového oleje	100 nbar
Turbomolekulární	Lopatky rotoru srážkami předávají molekulám čerpaného plynu složku rychlosti ve směru čerpání	10 fbar

Tabulka 1.1 Přehled používaných vývěv [4]

## 1.2 Interakce elektronů se svařovaným materiálem

Elektrony dopadajícího paprsku jsou označovány jako primární elektrony (PE). Tyto elektrony pronikají do materiálu a předávají mu svoji kinetickou energii. Primární elektrony naráží při průchodu materiálem do elektronů ve vnějším obalu atomů, čímž dochází k vibračnímu přenosu energie. To způsobuje větší rozkmitání atomové mřížky, což se navenek projevuje jako zvýšení teploty materiálu. Na ohřev materiálu se spotřebuje většina dodávané energie paprsku (na povrchu asi 60 %, s postupující hloubkou vniku až 95%). Ke ztrátě energie dochází pružným odražením některých primárních elektronů materiálem zpět. Označují se zkratkou BSE (backscattered electrons). Dále se na ztrátě energie podílejí sekundární elektrony (SE), které jsou primárními elektrony vyraženy z vnějšího atomového orbitalu. Nezanedbatelná ztráta energie je i vlivem tzv. Augerova jevu. Ten spočívá ve vyražení elektronu z vnitřního orbitalu primárním elektronem. Tím vznikne neúplný orbital, který je následně zaplněn elektronem z vyšších orbitalů. Uvolněná energie, vzniklá přechodem elektronu mezi orbitály, je buď vyzářena v podobě rentgenového (popř. světelného, tepelného) záření, nebo předána jako kinetická energie elektronu z vnějšího orbitalu. Ten následně opouští atomový obal jako tzv. Augerův elektron (AE). Interakce elektronů s materiálem je popsána na Obrázku 1.10 [2, 11].



Obrázek 1.10: Interakce primárních elektronů s materiálem [11]

Primární elektrony po dopadu na povrch materiálu pronikají do velmi malé hloubky (0,1–0,2 mm). Pro přibližný odhad hloubky vniku do plného materiálu se používá empiricky zjištěná Rovnice 1.1, kde je hloubka vniku  $h$  [ $\mu\text{m}$ ], urychlovací napětí  $U_A$  [V] a hustota materiálu  $\rho$  [ $\text{kg}/\text{m}^3$ ].

$$h = 2,1 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{U_A}{\rho} [\mu\text{m}] \quad (1.1)$$

V místě dopadu primárních elektronů dochází díky vysoké hustotě výkonu paprsku k téměř okamžitému vypařování materiálu. Vzniklá pára vlivem tepla expanduje a její tlak vyváří kapilární otvor. V literatuře je běžně označován jako tzv. keyhole. Vznik otvoru umožňuje elektronům pronikat hlouběji do materiálu. Ve vzniklém otvoru je nutné udržet dostatečný tlak par, který musí překonat povrchové napětí a hydrostatický tlak taveniny vytlačené na stěny kapiláry. Rychlost pronikání primárních elektronů do materiálu pomocí těchto kapilárních otvorů je daleko vyšší, než rychlost odvodu tepla do okolí svaru. To umožňuje dělat hluboké a zároveň úzké svary. Dosahovaný poměr šířka:hloubka svaru je až 1:30. Při pohybu primárních elektronů kapilárním otvorem dochází k porušení termodynamické rovnováhy, tavenina se přemísťuje za procházející elektrony a po jejím ztuhnutí vzniká svar [2, 11].

## 1.3 Technologické využití elektronového paprsku

### 1.3.1 Velké objemové tavení, vakuové přetavení a čištění kovů

Elektronový paprsek se využívá k tavení velkých objemů kovů. Zařízení jsou většinou diodového typu, kde anodu tvoří tavený kov. Materiály zpracovávány touto metodou jsou ze skupiny obtížně tavitelných, nebo reaktivních kovů. Nejčastěji to jsou titan a jeho slitiny, tantal, molybden, niob, wolfram, hafnium, uran, zirkon a iridium. Přetavením ve vakuu lze získat chemicky velmi čisté kovy [1, 12].

### 1.3.2 Tepelné zpracování povrchové vrstvy

Schopnosti elektronového paprsku velmi rychlého ohřevu se využívá k úpravě povrchových vrstev součástek. Podle toho, dochází-li v procesu k roztavení materiálu, se zavádí dělení na technologie tekuté, nebo tuhé fáze [13].

Do skupiny technologií tuhé fáze patří hlavně tvrzení a žihání. Při povrchovém tvrzení se ohřeje tenká povrchová vrstva kovu (0,1–0,2 mm) na teplotu pod bodem tání materiálu. Následně dochází k velmi rychlému odvodu tepla (až  $10^4$  K/s) okolním materiálem a tím k zakalení povrchové vrstvy. Žihání se uplatňuje hlavně při lokální povrchové rekrytalizaci materiálu [13].

Technologie tekuté fáze jsou zejména přetavení, plátování a disperze. Přetavení povrchové vrstvy se používá k zhutnění litin a hliníkových slitin, nebo ke slití porézních povlaků. Při deponování součástky legurami a následném přetavení vzniknou na povrchu požadované slitiny. Při plátování je pomocí elektronového paprsku přitavena přidaná vrstva materiálu. U disperze se v přetaveném materiálu pomocí difuze rozptýlí drobné částice. Lze tak například zvýšit otěruvzdornost materiálu pomocí tvrdých zrn [13].

U technologie tuhé fáze zůstává povrch součásti neporušený, zatímco u tekuté dochází vlivem přetavení ke zdrsnění povrchu a je nutné počítat s přídatkem na obrobení [13].

### 1.3.3 Elektronové svařování a pájení

Charakteristiky elektronového svařování jsou popsány v kap.1. Zde bude popsána technologická příprava svaru. Mezera mezi svařovanými materiály by měla být 0,1 mm. Plochy se před svařováním očišťují a odmašťují, aby se předešlo vměstkům a bublinám ve svaru. Ideální drsnost povrchu svařovaných ploch je  $R_a = 0,8–1,6$ . Ve většině případů lze svařovat bez přídavného materiálu. EP se při běžném svařování používá, aby byla tepelně zasažena co nejmenší oblast okolo svaru. Zvláštní pozici má svařování elektronovým paprskem v oblasti spojování kovů s rozdílnými vlastnostmi. Některé kombinace kovů (hliník-titan, nikl-stříbro, měď-nerez, měď-titan) nelze klasickými metodami svařit. [1, 14].

### 1.3.4 Obrábění elektronovým paprskem

Při obrábění elektronovým paprskem dochází k odpaření přebytečného materiálu. Vyžaduje to ze všech technologií EP nejvyšší hustotu výkonu. V závislosti na obráběném materiálu je to až  $10^5–10^7$  W/mm<sup>2</sup> při urychlovacím napětí okolo 150 kV. Potřebná hustota výkonu pro daný materiál závisí hlavně na jeho tepelné vodivosti a kapacitě. Materiály s malou tepelnou vodivostí (keramiky, plasty) se odpařují rychleji, protože dochází k menším ztrátám přivedeného tepla do okolního materiálu. Moderní zařízení většinou pracují v pulzním režimu, což snižuje střední příkon zařízení a zmenšuje tepelné ovlivnění obrobku. Frekvence pulsů se pohybuje v rozmezí 500–10 000 Hz. Nejčastěji se EP používá na vrtání. Nejmodernější přístroje jsou díky elektronickému řízení a značnému výkonu paprsku schopny vytvořit až 3000 děr za sekundu. Díky úzké stopě paprsku lze vrtat otvory od průměru 25 μm [1, 15].

Při snížení výkonu generátoru lze použít elektronový paprsek ke gravírování a texturování povrchu. Tímto způsobem lze vytvářet značky, či nápisy na povrchu součástí. Texturování povrchu se často aplikuje na úpravu styčných ploch různých materiálů. Pomocí paprsku se vytvoří síť důlků, které zlepší vzájemné propojení a tepelnou vodivost výsledného spoje [1, 15].

### 1.3.5 Aditivní postupy v metodách Rapid prototyping

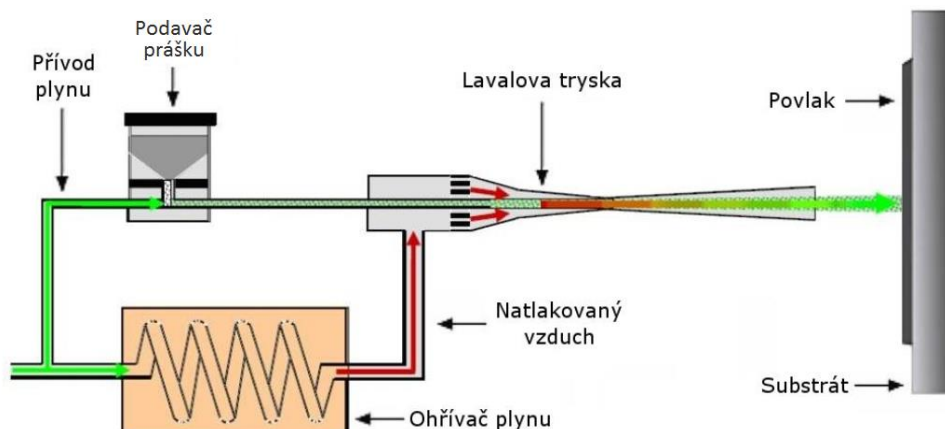
EP se také využívá při vytváření 3D objektu z počítačového modelu. První metoda spočívá v natavování kovového prášku v nádobě s pohyblivým dnem. Elektronový paprsek vytvoří tenkou vrstvu přetaveného kovu ve tvaru řezu modelem. Poté se dno sníží o velikost jedné vrstvy, nanese se další vrstva prášku a celý proces se opakuje. Tloušťka jedné vrstvy obvykle bývá 0,05–0,2 mm a dosahovaná přesnost je  $\pm 0,4$  mm. Při druhé metodě se používá drát, který je kontinuálně dodáván před elektronovou trysku, kde se roztaví. Roztavený kov se následně nanáší po vrstvách na připravenou podložku. U druhé metody se dosahuje vyšší rychlosti nanášení za cenu nižší přesnosti. Používané materiály jsou: čistý titan (lékařské aplikace), slitiny titanu (např.  $Ti_6Al_4V$ ), slitiny kobaltu a slitiny chromu [1, 16].

## 2 METODA COLD SPRAY

Metoda Cold spray (česky označována jako metoda nízkoteplotního kinetického naprašování) se řadí mezi technologie žárového nanášení povlaků, ale odlišuje se od nich nízkou teplotou při nanášení a vysokou rychlostí částic. Při deponování vrstvy metodou Cold spray jsou částice urychleny v Lavalově trysce na rychlost 300–1200 m/s. Kinetickou energii deponovaným částicím dodává hnací plyn. Obvykle se používá  $N_2$ , He nebo vzduch. Plyn bývá stlačen až na 4 MPa a dosahuje teploty až 1000 °C. He se používá pro dosažení vysokých rychlostí z ekonomických důvodů většinou ve směsi s  $N_2$ . Pro nižší rychlosti se jako nosný plyn používá vzduch. Deponované částice nejsou nijak přehřívány a v kontaktu s hnacím plynem jsou pouze krátkou dobu, takže jejich teplota nepřekračuje 200 °C. Nepochází tedy ani k částečnému natavení částic a jejich depozice je způsobena pouze plastickou deformací při nárazu do substrátu. Nízká teplota celého procesu umožňuje se vyhnout běžným problémům technologií žárového nanášení, jako je oxidace nebo nežádoucí chemické reakce. Další výhodou metody Cold spray je dobrá přilnavost deponované vrstvy a tlakové zbytkové napětí ve vrstvě. Hlavní nevýhodou metody Cold spray je špatné nanášení křehkých fází a nutnost mít výchozí materiál ve formě velmi jemného prášku [17, 18].

### 2.1 Konstrukce zařízení

Hlavní části CS zařízení jsou: vysokotlaký zdroj plynu, podavač prášku, ohřivač plynu a Lavalova tryska. Schéma uspořádání těchto částí je na Obrázku 2.1. Podle typu nosného plynu (vzduch, nebo He a  $N_2$ ) se jako vysokotlaký zdroj používá buď kompresor (pro vzduch), nebo soustava tlakových lahví (pro He a  $N_2$ ). Odtud je plyn přiveden do zařízení, kde je rozdělen do dvou proudů. Menší část je využita na unášení prášku z podavače do trysky. Větší část plynu prochází ohřivačem, kde se zahřeje až na 1000 °C. Tím se zvýší tlak, zvětší objem a zmenší viskozita plynu, což přispěje k vyšší rychlosti proudění. Následně se oba proudy opět spojí a společně jsou urychleny v Lavalově trysce, která je konvergentně–divergentní. To umožňuje využít celý potenciál rozdílu tlaků a dosáhnout nadzvukové rychlosti proudění na výstupu trysky. Podle vstupního tlaku plynu jsou tímto způsobem částice urychleny na 300–1200 m/s a po nárazu na substrát jsou schopny dostatečně velké plastické deformace potřebné k úspěšnému nanesení [19].

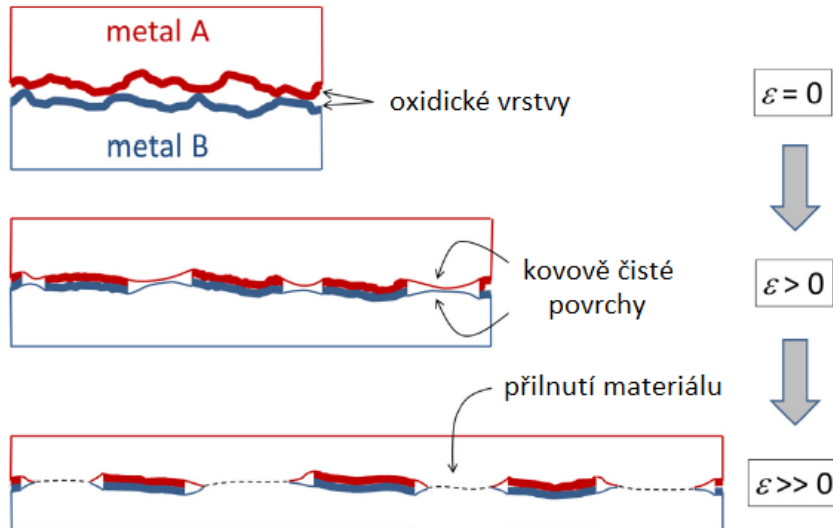


Obrázek 2.1: Konstrukce zařízení pro Cold spray [20]

## 2.2 Mechanismus vzniku povlaku

Během nanášení vrstvy povlaku metodou CS nedochází k natavení deponovaných částic ani substrátu. Mechanismus nanášení metodou CS je tedy výrazně jiný než u běžných metod žárového nanášení. Během těchto procesů jsou deponované částice roztaveny (nebo částečně nataveny) a naneseny na povrch substrátu. Zde jsou částice velmi rychle ochlazeny pod teplotu solidu a vytváří pevné spojení s povrchem. U metody CS je částice nanesena na substrát díky velkým plastickým deformacím v průběhu nárazu. Klíčovým parametrem pro úspěšné nanášení částice je její rychlost před nárazem. Pokud je rychlost částice příliš malá, její kinetická energie není dostatečná pro způsobení velkých plastických deformací nutných k úspěšnému přilnutí částice. Mezní rychlost, při které částice přilnou k povrchu, se nazývá kritická rychlost. Vlivu rychlosti na úspěšné nanášení povlaku bude věnována další podkapitola [21, 22].

V zásadě je základní podmínkou pro úspěšné přilnutí částice na substrát kontakt dvou kovově čistých povrchů na dostatečně velké ploše. Kovově čisté povrchy se k sobě musí přiblížit na atomovou vzdálenost, aby došlo vlivem adhezních sil k přilnutí nanášeného materiálu. V ideálním případě by k tomu nebylo potřeba částici nijak zahřívat ani deformovat. Nicméně v reálné situaci nejsou plochy dostatečně rovinné a částice jsou pokryté oxidickou vrstvou, což zabraňuje kontaktu kovově čistých povrchů. Pro úspěšné přilnutí částice je tedy nutné oxidickou vrstvu porušit. Jedním způsobem, jak toho dosáhnout, jsou velké plastické deformace. Vlivem změny tvaru povrchu dochází k narušení křehké oxidické vrstvy a odhalení kovově čistých povrchů deponované částice a substrátu. Schematicky je tento děj zobrazen na Obrázku 2.2 [21, 22].

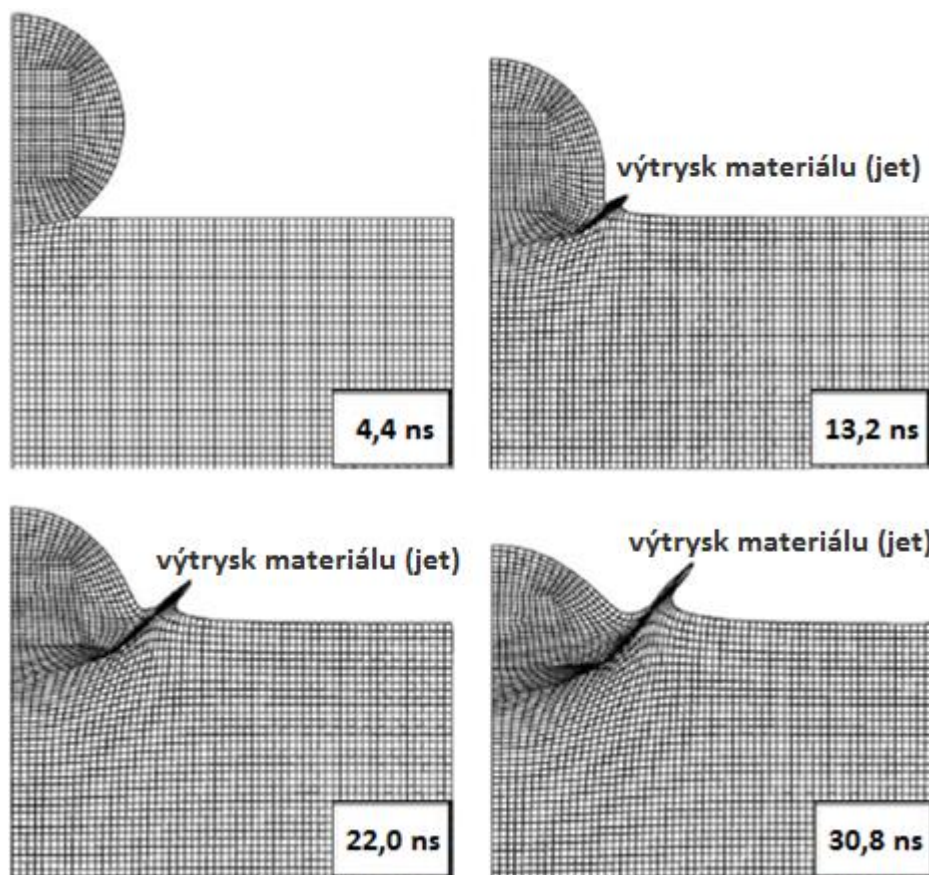


Obrázek 2.2: Schéma narušení oxidických vrstev vlivem velkých plastických deformací [21]

Pomocí simulací dopadající částice metodou konečných prvků se podařilo podrobně popsat deformace kulové částice v průběhu kolmého dopadu na substrát (viz Obrázek 2.3). Částice se při dopadu zplošťuje a v substrátu vzniká kráter. S přibývajícím časem srážky dochází ke zvětšení zploštění částice a prohloubení kráteru v substrátu. Během srážky je většina plastické deformace soustředěna v úzké oblasti okolo rozhraní mezi částicí a substrátem. Pokud je rychlost částice dostatečná, dochází



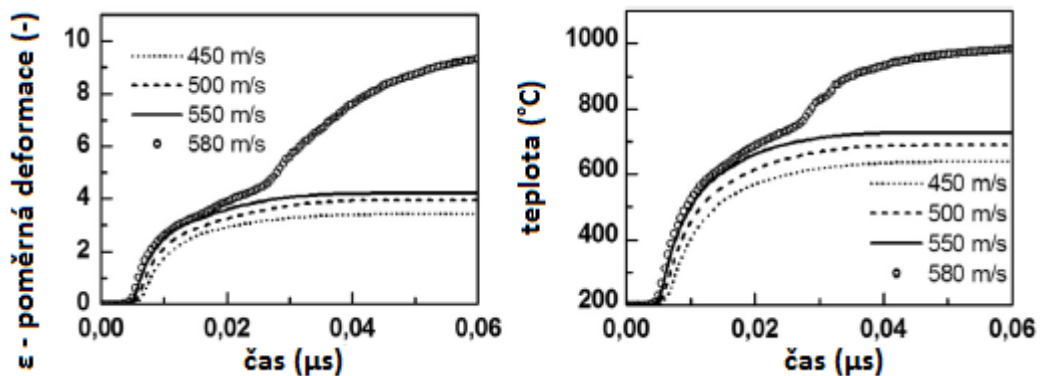
na okraji krátera k výtrysku materiálu částice i substrátu (běžně označován jako jet). Právě v oblasti okraje krátera jsou plastické deformace částice i substrátu největší a dochází zde k přilnutí kontaktních ploch. Při zvýšení rychlosti dopadu částice se tato oblast zvětšuje směrem ke středu dopadové plochy částice. Nikdy ovšem nedojde k přilnutí na celé ploše kontaktu. Okolo středu dopadové plochy jsou deformace vždy výrazně menší a nedojde zde k odhalení kovově čistých povrchů [21].



Obrázek 2.3: Průběh deformace dopadající částice na substrát v závislosti na čase [23]

Celý proces přilnutí částice je velmi krátký (asi 30–50 ns) a dochází při něm k vysoce koncentrovaným lokálním plastickým deformacím (přes 1000%). Tyto skutečnosti ukazují, že takto velké deformace jsou umožněny díky adiabatické stříhové nestabilitě. To bylo ověřeno pomocí simulací a experimentů, kde byla naměřeny změny napětí, deformace a teploty při překročení kritické rychlosti částice v oblasti rozhraní mezi částicí a substrátem (viz Obrázek 2.4). Vše tedy ukazuje na výskyt adiabatické stříhové nestability při deformaci dopadající částice [23].



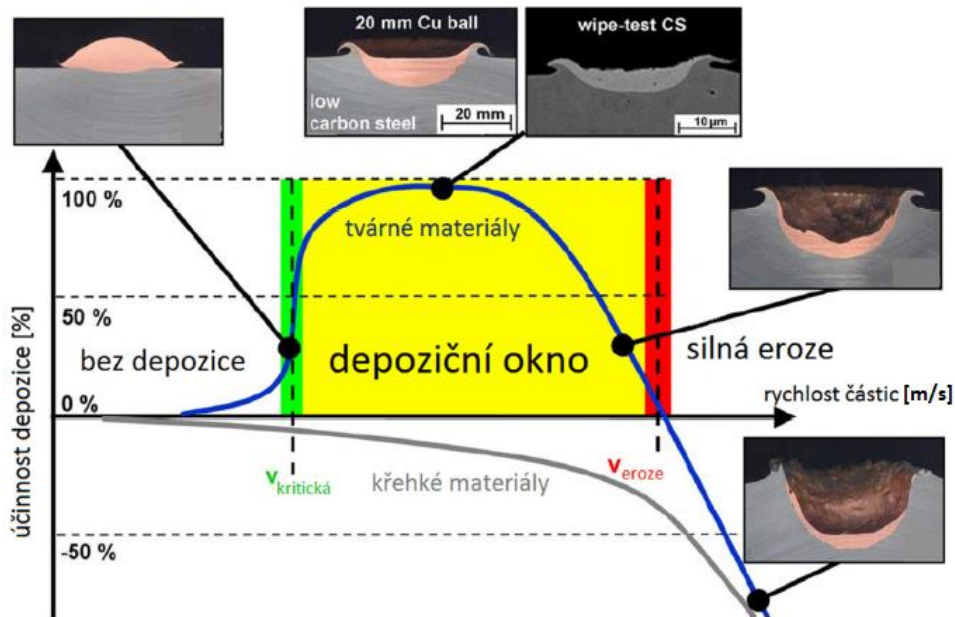


Obrázek 2.4: Závislost teploty a deformace na čase během dopadu částice [23]

U kovů běžně dochází k deformačnímu zpevnění, tzn. že se zvětšením deformace se zvyšuje skluzové napětí v materiálu. Při adiabatických podmínkách se teplo generované plastickou deformací nestihne rozptýlit do okolí a zvýší teplotu okolního materiálu. To způsobí snížení skluzového napětí v materiálu a tím dochází ke snížení meze kluzu a pevnosti materiálu. U ideálního materiálu by došlo k rovnoměrnému rozložení teplot a deformací. U běžného materiálu dochází vlivem nerovnoměrnosti mikrostruktury k lokalizaci deformace. Více deformované oblasti se ještě více zahřejí, což zapříčiní ještě větší deformace. Teplota se v těchto částech může lokálně zvýšit až na teplotu tavení materiálu. To způsobí, že skluzové napětí rychle poklesne téměř na nulu. Tento stav se nazývá adiabatická stříhová nestabilita a její výskyt lze brát jako podmínku postačující pro úspěšné přilnutí částice [23].

## 2.3 Kritická rychlost

Klíčovým parametrem pro úspěšné přilnutí dopadající částice metodou CS je její dopadová rychlost. Pokud je rychlost částice příliš malá, nedojde k dostatečně velkým plastickým deformacím a částice se odrazí zpět. Zavádí se tedy tzv. kritická rychlost, což je mezní rychlost pro přilnutí částice na povrch substrátu. Při dalším zvyšování rychlosti docílíme pevnější vazby mezi deponovanou částicí a substrátem. To ovšem lze pouze do určité meze. Jestliže se přesáhne tzv. erozní rychlost, opět dojde k odrazu částice a erozi substrátu. Interval mezi kritickou a erozní rychlostí je nazýván depoziční okno, ve kterém dochází ke tvorbě povlaku (viz Obrázek 2.5) [24].



Obrázek 2.5: Depoziční okno a vzhled částic mědi po dopadu při různých rychlostech [25]

V poslední době jsou tendence vytvořit co nejpřesnější empirickou rovnici pro výpočet kritické rychlosti. Zatím se nepodařilo vytvořit obecnou rovnici, ale pro běžné plastické konstrukční materiály dosahují existující rovnice dobré shody s experimentálními výsledky. Jednu z používaných empirických rovnic popsal Assadi a kolektiv [21]. Vycházel z předpokladu, že kritickou rychlost ovlivňují hlavně materiálové parametry deponované částice: hustota ( $\rho$ ), mez kluzu ( $\sigma_u$ ), teplota tavení ( $T_m$ ) a teplota při dopadu ( $T_i$ ).

$$v_{cr} = 667 - 14\rho + 0,08T_m + 0,1\sigma_u - 0,4T_i \text{ [m/s]} \quad (2.1)$$

Rovnice ovšem nezahrnuje vliv velikosti dopadající částice, která má na úspěšnost depozice nezanedbatelný vliv. Z toho důvodu není příliš vhodná pro netypické velikosti deponovaných částic. Vliv velikosti částice zahrnuje rovnice, kterou publikoval Schmidt a kolektiv [26].

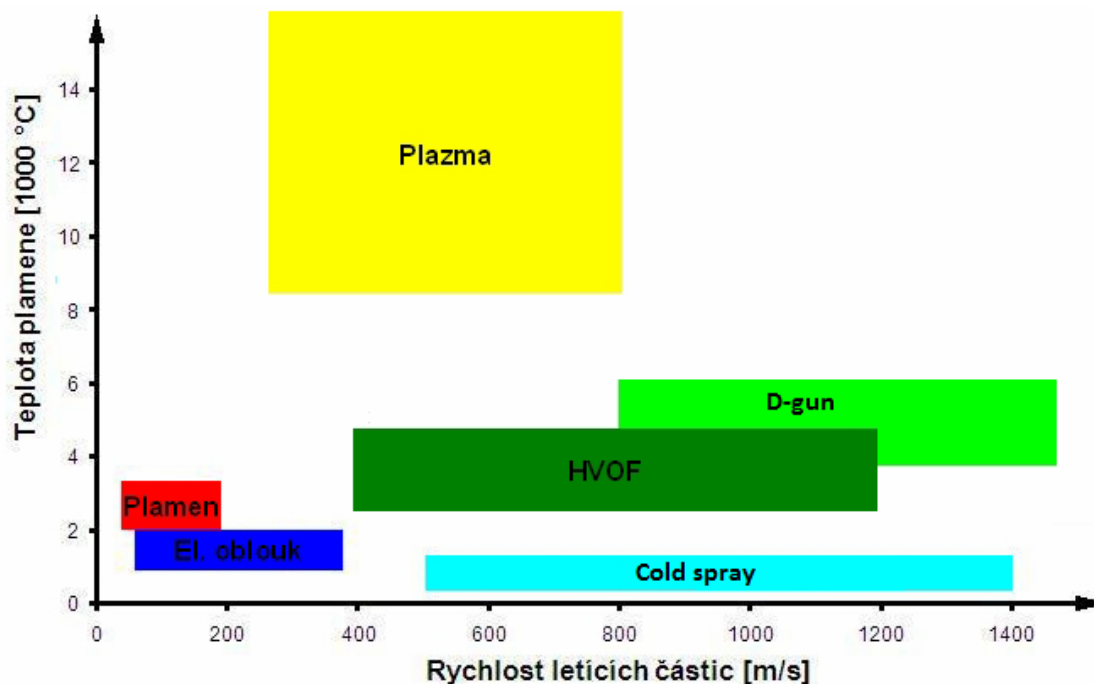
$$v_{cr} = \sqrt{\frac{F_1 \cdot 4 \cdot \sigma_{TS} \cdot \left(1 - \frac{T_i - T_R}{T_m - T_R}\right)}{\rho} + F_2 \cdot C_p \cdot (T_m - T_i)} \text{ [m/s]} \quad (2.2)$$

kde  $\sigma_{TS}$  [Mpa] je mez kluzu v tahu,  $\rho$  [kg/m<sup>3</sup>] je hustota deponované částice,  $C_p$  [Jkg<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>] je měrná tepelná kapacita za konst. tlaku,  $T_m$  [K] je teplota tavení nanášeného materiálu,  $T_R$  [K] je referenční teplota (většinou teplota prostředí),  $T_i$  [K] je teplota částice při dopadu a  $F_1$ ,  $F_2$  jsou mechanické a termické kalibrační koeficienty [-].

Pro výpočet erozní rychlosti deponovaných částic se využívá pouze hrubý odhad pomocí její závislosti na kritické rychlosti. Nejčastěji se její velikost udává jako dvojnásobek velikosti rychlosti kritické. Blíže ji netřeba určovat, protože rychlost nanášení částic při běžném CS procesu je výrazně menší [24].

## 2.4 Srovnání metody CS a běžných metod žárového nanášení

Mezi metody žárového nanášení se kromě CS řadí nástřik plamenem, nástřik elektrickým obloukem, plazmatický nástřik, vysokorychlostní nástřik plamenem (metoda HVOF), detonation gun (D-gun) a další. Technologie nanášení je u každé metody jiná, ale u všech dochází k výraznému zahřátí deponovaných částic. To způsobuje některé nežádoucí vlastnosti výsledné vrstvy, kterým se lze použitím metody CS vyhnout [19].



Obrázek 2.6: Srovnání metod žárového nanášení podle rychlosti částic a teploty procesu [19]

Běžné metody žárového nanášení umožňují nástřik téměř každého materiálu, který má rovnovážný stav taveniny. Pomocí filtračního zařízení lze snadno zachytávat nenanesené částice a následně je recyklovat pro další použití. Výsledné povlaky jsou velmi porézní, mají vysoký obsah oxidů, které vznikají vlivem vysoké teploty při nanášení. V povlacích zůstávají zbytková tahová napětí, která jsou způsobena teplotní roztažností částic při ochlazování. Se zvětšující se tloušťkou povlaku zbytková tahová napětí rostou, což může vést až ke vzniku trhlin nebo separaci povlaku od substrátu. Tyto metody tedy nejsou příliš vhodné pro deponování silnějších vrstev materiálu. Vysoká teplota při nanášení může způsobit mechanické a chemické změny v materiálu, což je často nežádoucí [27].

Materiál nanášený metodou CS si zachovává počáteční chemické vlastnosti a krystalovou strukturu. K mírnému poklesu mechanických vlastností sice dochází, ale ten je výrazně menší než u běžných žárových metod. Velké plastické deformace při deponování částic způsobují nízkou poréznost povlaku (asi 1 %) a zbytková tlaková napětí, která uzavírají drobné trhliny v povlaku a zvyšují tak jeho houževnatost. Metodou CS lze nanášet silné vrstvy materiálu, protože nedochází k tak výraznému smrštění nanesených částic, což způsobuje zbytková tahová napětí v povlaku. Díky nízké teplotě celého procesu je v povlaku nízký obsah oxidů. Lze tedy nanášet i materiály s vysokou afinitou ke kyslíku. Výsledný povlak se vyznačuje vysokou vodivostí. Jako příklad lze

uvést měděný povlak, který si zachovává 85 % původní vodivosti, pokud je nanesen metodou CS a pouze 15 % pokud je nanesen jinou metodou žárového nanášení. Z toho důvodu se metoda CS používá při nanášení vodivých vrstev [27].

Velké plastické deformace na povrchu částice jsou nutné pro úspěšné deponování metodou CS. Z toho důvodu jsou nanášeny hlavně tvárné materiály s dostatečnou tažností. Křehké materiály jsou pro CS obtížně použitelné a většinou se nanášejí ve formě kompozitu s tvárným materiálem, který slouží jako pojivo mezi jednotlivými křehkými fázemi. Metoda CS potřebuje větší průtok procesního plynu (od 0,5 m<sup>3</sup>/min) v porovnání s běžnými metodami žárového nanášení. To není problém v případě použití stlačeného vzduchu, ale v případě použití helia se celý proces značně prodraží. Při nanášení míří tryska pouze na malou oblast substrátu. Není tedy časově ani ekonomicky vhodné používat CS na větší plochy. Problémem metody CS je také časté zanášení trysky a její eroze zevnitř [19, 27].

### 3 INTERMETALIKA

Intermetalika patří do skupiny intermediálních fází. Jsou tvořeny z kovových prvků a nacházejí se uvnitř rovnovážných diagramů tak, že nezasahují do žádné čisté složky diagramu. Mají buď přesně určené stechiometrické složení, nebo se mohou vyskytovat v různě širokých intervalech chemického složení. Jejich krystalická struktura je odlišná od struktury prvků, z nichž vznikly. Krystalizu v nadmřížkových strukturách, které nejčastěji vycházejí z kovových struktur BCC, FCC a HCP. Uspořádaná krystalová nadmřížka vzniká, protože jsou rozdílné vazebné síly mezi navzájem různými atomy a stejnými atomy. Mřížka je uspořádána tak, aby bylo zachováno obklopení atomu atomy jiných prvků. Vazby mezi jednotlivými prvky jsou směsné, tzn. že jsou částečně kovalentní, iontové a kovové [28].

Intermetalika je velmi slibná skupina materiálů. Stejně jako kompozity mají často unikátní kombinaci vlastností. Například tzv. MAX fáze, které tvoří přechod mezi kovy a keramikou, se vyznačují vysokou tuhostí a chemickou odolností. Mají také vysokou pevnost v tlaku (až do 1 GPa). Zároveň jsou odolné vůči teplotním šokům, dobře zpracovatelné a mají větší toleranci k poškození než keramiky. Další významnou skupinou intermetalik jsou aluminidy. Ty vynikají vysokou teplotou tání, zvýšenou oxidační odolností a relativně nízkou hustotou. Toho se využívá ve vysokoteplotních aplikacích hlavně v letectví. Materiály s největší perspektivou pro tyto aplikace jsou aluminidy niklu ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ,  $\text{NiAl}$ ) a železa ( $\text{Fe}_3\text{Al}$  a  $\text{FeAl}$ ) [28].

#### 3.1 Systém Fe-Al

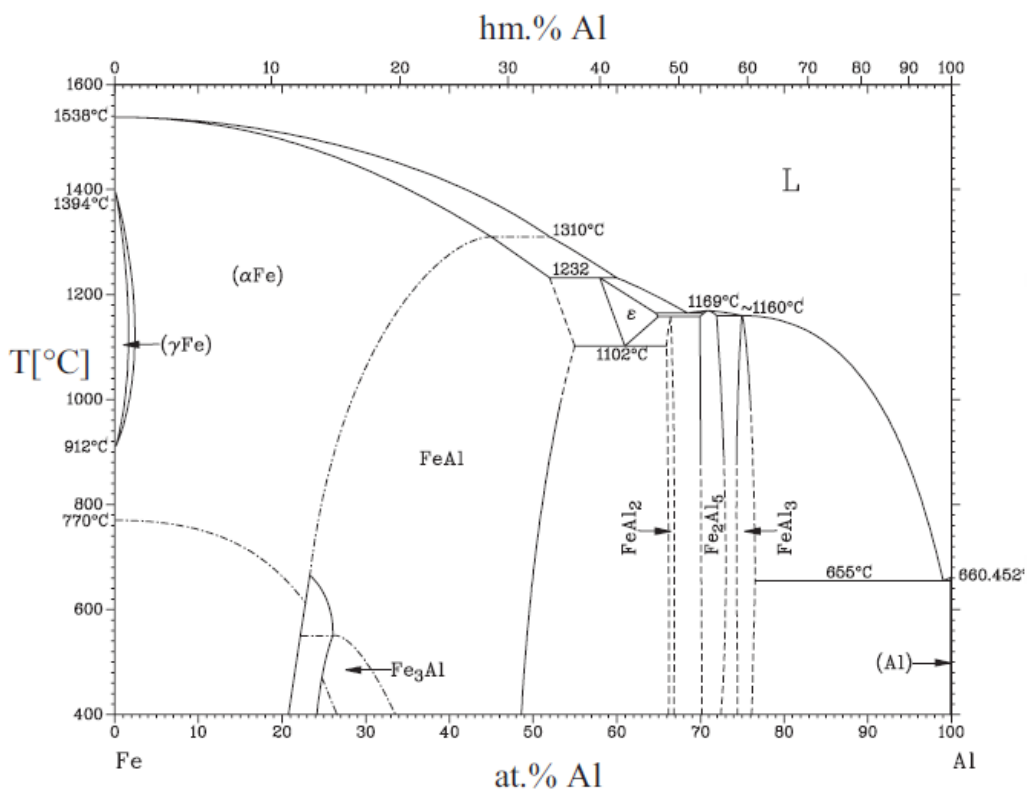
##### 3.1.1 Binární diagram Fe-Al

Binární diagram Fe-Al je výrazný velkým rozdílem mezi teplotami tavení jednotlivých čistých složek. V soustavě dochází ke stabilizaci  $\alpha$ -Fe hliníkem, který patří mezi feritotvorné prvky. Zvětšením oblasti  $\alpha$ -Fe dochází k propojení s oblastí  $\delta$ -Fe. To způsobí uzavření oblasti  $\gamma$ -Fe a vznik tzv. gama smyčky. Hliník se dobře rozpouští v BCC mřížce  $\alpha$ -Fe s maximální rozpustností 45 at.% při teplotě 1310 °C. Naopak Fe je v Al téměř nerozpustné. Můžeme zde najít několik rovnovážných fází, stabilních intermediálních fází a dvě metastabilní fáze. Popis fází v binárním diagramu Fe-Al jsou v Tabulkách 3.1–3.3. Na Obrázku 3.1 je přehled reakcí probíhajících v systému Fe-Al [29].

Význačné body a reakce v systému Al – Fe:

Reakce	Složení [at.% Fe]			Teplota [°C]	Typ reakce
$L + \text{FeAl} \leftrightarrow \varepsilon$	50.7	45.2	~46	1310	Peritektická
$L + \text{FeAl} \leftrightarrow \varepsilon$	60	52	~58	1232	Peritektická
$L \leftrightarrow \varepsilon + \text{Fe}_2\text{Al}_5$	68.5	~70.5	~64.5	1169	Eutektická
$L + \text{Fe}_2\text{Al}_5 + \text{FeAl}_3$	~75	~72	~75	~1160	Neznámá
$L \leftrightarrow \text{FeAl}_3 + (\text{Al})$	99.1	76.6	99.97	655	Eutektická
$\varepsilon + \text{Fe}_2\text{Al}_5 \leftrightarrow \text{FeAl}_2$	~65	~70	~66.5	1156	Peritektoidní
$\varepsilon \leftrightarrow \text{FeAl} + \text{FeAl}_2$	~71	~55	~66	1102	Eutektoidní
$L \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{Al}_5$		71		1169	Kongruentní
$(\alpha\text{Fe}) \leftrightarrow \text{FeAl}$		23.3		660	Trisingulární

Obrázek 3.1: Reakce probíhající v systému Fe-Al [29]



Obrázek 3.2: Binární diagram Fe-Al [29]

Rovnovážné fáze	Teplotní rozsah	Chemické složení	charakteristika
$\alpha\text{-Fe}$	do 1538 °C	do 45 at.% Al	Substituční tuhý roztok hliníku v železe $\alpha$ , BCC
$\gamma\text{-Fe}$	912–1394 °C	do 1,3 at.% Al	Substituční tuhý roztok hliníku v železe $\gamma$ , FCC
Tuhý roztok hliníku	do 660 °C	do 0,03 at.% Fe	Substituční tuhý roztok železa v hliníku, FCC

Tabulka 3.1: Rovnovážné fáze vznikající v binárním diagramu Fe-Al [29]

Metastabilní fáze			
$\text{FeAl}_6$	do 700 °C	do 4,4 at.% Fe	Vzniká při mírné rychlosti ochlazování
$\text{Fe}_2\text{Al}_9$	do 700 °C	do 4,4 at.% Fe	Vzniká při vysoké rychlosti ochlazování

Tabulka 3.2: Metastabilní fáze vznikající v binárním diagramu Fe-Al [29]

Stabilní intermediální fáze			
FeAl	do 1310 °C	36–48 at.% Al	Intermediální fáze vznikající transformací z $\alpha$ Fe, kubicky středěná typu B2
Fe <sub>3</sub> Al	do 552 °C	23–36 at.% Al	Intermediální fáze vznikající sekundární transformací z FeAl,
$\epsilon$	1102–1232 °C	58–65 at.% Al	Vysokoteplotní Intermediální fáze
FeAl <sub>2</sub>	do 1170 °C	66–66,9 at.% Al	Intermediální fáze vznikající z $\epsilon$ fáze
Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	do 1170 °C	70–73 at.% Al	Intermediální fáze tuhnoucí z taveniny
FeAl <sub>3</sub>	do 1157 °C	74,5–76,6 at.% Al	Intermediální fáze s vysokým obsahem Al

Tabulka 3.3 Stabilní intermetalické fáze vznikající v binárním diagramu Fe-Al [29]

### 3.1.2 Významné slitiny v systému Fe-Al

Aluminidy železa jsou významnou skupinou materiálů s uspořádanou BCC mřížkou. Tyto intermetalika vykazují vysokou korozní odolnost, vysokou pevnost a dobrou abrazivnost. V porovnání s oceli mají menší hustotu. Jejich hlavní nevýhodou je nízká houževnatost za pokojových teplot, která je způsobena slabými hranicemi zrn a vysokou hustotou vakancí ve struktuře. U aluminidů je totiž entalpie tvorby vakancí za vysokých teplot velmi nízká, což má za následek jejich nadměrný výskyt ve struktuře. Tím dochází k nárůstu tvrdosti, zvýšení meze kluzu a snížení houževnatosti, protože se vakance chovají jako tuhý roztok bránící pohybu dislokací. Pro snížení množství vakancí je zapotřebí dlouhodobé nízkoteplotní žíhání, kdy výdrže na žíhací teplotě mohou dosáhnout i několika dní. Aluminidy železa jsou vhodné pro aplikace v petrochemickém a automobilovém průmyslu. Často se používají jako ochranné vrstvy na kovových materiálech. Deponovány jsou pomocí plasmových nástřiků, metodou HVOF, nebo metodou Cold spray [30, 31].

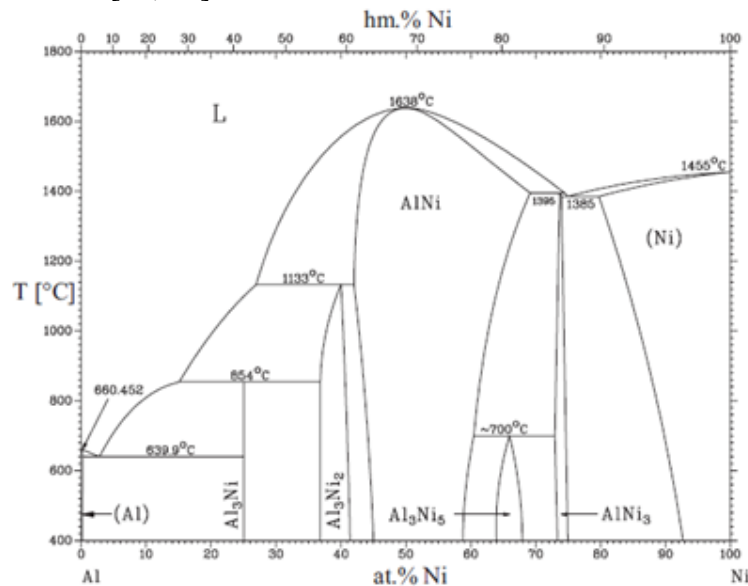
Slitiny na bázi intermetalické fáze FeAl se uplatňují u tepelných výměníků, ve výfukových systémech automobilů, na nádoby chemických systémů a jako ochranné povlaky kovových slitin [30, 31].

Slitiny obsahující fázi Fe<sub>3</sub>Al se používají jako porézní filtry pro plyny s vyšším obsahem síry, dále v pecích, vysoušečích a tepelných výměnících. Fe<sub>3</sub>Al má také vysokou magnetickou permeabilitu, čehož se využívá při výrobě magnetických součástek [30, 31].

## 3.2 Systém Ni-Al

### 3.2.1 Binární diagram Ni-Al

Binární diagram Ni-Al je typický maximem teploty tavení (1638 °C) v oblasti intermediální fáze AlNi při obsahu 50 at.% Ni. Rozpustnost niklu v tuhém roztoku hliníku je velmi omezená a se snížením teploty dochází k ještě většímu poklesu. V tuhém roztoku niklu se hliník rozpouští až do maxima 21,2 at.%. Systém Ni-Al je základem pro superslitiny na bázi niklu. Zvláště fáze NiAl<sub>3</sub> a její eutektická směs Al s NiAl<sub>3</sub> jsou ideální materiály pro vysokoteplotní aplikace. Jako slitina s tvarovou pamětí se používá slitina NiAl bohatá na nikl (~64 at% Ni). Všechny reakce probíhající v diagramu jsou na Obrázku 3.3 a popis všech fází v binárním diagramu je v Tabulkách 3.4–3.5 [29, 31].



Obrázek 3.5 Binární diagram Ni-Al [29]

Reakce	Typ reakce	Teplota [K]
Tavenina ↔ AlNi	Kongruentní	1950,0
FCC ↔ Tavenina + AlNi <sub>3</sub>	Peritektická	1643,4
Tavenina ↔ AlNi + AlNi <sub>3</sub>	Eutektická	1642,2
Tavenina + AlNi ↔ Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub>	Peritektická	1406,5
Tavenina + Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub> ↔ Al <sub>3</sub> Ni	Peritektická	1123,5
AlNi + AlNi <sub>3</sub> ↔ Al <sub>3</sub> Ni <sub>5</sub>	Peritektoidní	972,5
Tavenina ↔ FCC + Al <sub>3</sub> Ni	Eutektická	914,8

Obrázek 3.6: Reakce probíhající v systému Ni-Al [29]

Rovnovážné fáze	Teplotní rozsah	Chemické složení	charakteristika
Tuhý roztok hliníku	do 1455 °C	do 0,11 at.% Ni	Substituční tuhý roztok niklu v hliníku, FCC
Tuhý roztok niklu	do 660 °C	do 21,2 at.% Al	Substituční tuhý roztok hliníku v niklu, FCC

Tabulka 3.4 Rovnovážné fáze vznikající v binárním diagramu Ni-Al [29]



Stabilní intermediální fáze			
Ni <sub>3</sub> Al	do 1385 °C	73-75 at.% Ni	Intermediální fáze se strukturou L1 <sub>2</sub> , která je koherentní s FCC maticí
Ni <sub>5</sub> Al <sub>3</sub>	do 700 °C	64–68 at.% Ni	Intermediální fáze vznikající peritektoidní reakcí, ortorombická mřížka
NiAl	do 1638 °C	44–59 at.% Ni	Intermediální fáze tuhnoucí z taveniny, maximální teplota tavení soustavy Ni-Al, BCC
Ni <sub>2</sub> Al <sub>3</sub>	do 1133 °C	37–42 at.% Ni	Intermediální fáze vznikající peritektickou reakcí, HCP
NiAl <sub>3</sub>	do 854 °C	26 at.% Ni	Intermediální fáze vznikající eutektickou reakcí z taveniny, FCC

Tabulka 3.5 Stabilní intermetalické fáze vznikající v binárním diagramu Ni-Al [29]

### 3.2.2 Významné slitiny v systému Ni-Al

Pro průmysl jsou nejdůležitější slitiny na bázi intermetalických fází NiAl a hlavně Ni<sub>3</sub>Al, které jsou základem pro tzv. niklové superslitiny. Ni<sub>3</sub>Al tvoří v superslitinách koherentní precipitáty, které zpomalují a zachytávají procházející dislokace. Díky tomu si materiál udržuje pevnost i do velmi vysokých teplot. Další výhodou je vysoká korozivzdornost nad teplotou 1200 °C. Nevýhodou fáze Ni<sub>3</sub>Al je její nízká tažnost a při vysokém obsahu této fáze má slitina již spíše kovokeramický charakter. Nelze je tedy zpracovat jinak než přesným litím. Niklové superslitiny nachází využití hlavně v leteckém průmyslu pro teplotně zatížené části proudových motorů [29, 32].

Hlavní předností slitin na bázi NiAl je skvělá korozivzdornost při teplotách od 20 °C až do teploty tání. Díky vysokému obsahu hliníku se povrch pokrývá vrstvou Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, která zamezí další korozi materiálu. Slitiny NiAl mají také dobrou pevnost při vyšších teplotách a jsou tedy ideální pro vysokoteplotní aplikace. Při teplotách kolem 900 °C se projevuje efekt tvarové paměti. Proto se fáze NiAl používá jako základ materiálů s tvarovou pamětí pracujících za vysokých teplot. Při legování železem dochází ke vzniku feromagnetických slitin, které se používají pro výrobu permanentních magnetů [32].

## 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 4.1 Experimentální metody

#### 4.1.1 Světelná mikroskopie

Základním zobrazovacím prostředkem v metalografii stále zůstává světelný mikroskop, který umožňuje získat větší zvětšení, vysoký kontrast a vysokou rozlišovací schopnost při zkoumání metalografického vzorku. Zvětšení je získáno díky soustavě čoček uspořádaných sériově. Pomocí revolverové hlavice lze zvětšení upravovat výměnou různých objektivů. Světelnou mikroskopii limitují optické vady čoček, což jsou: sférická vada (paprsky se neprotínají pouze v jednom bodě), chromatická vada (rozložení bílého světla na barevné složky vlivem různých indexů lomu), astigmatismus (prodloužení obrazu ve směru osy  $x$  nebo  $y$ ). Základní charakteristika optického mikroskopu je Numerická apertura objektivu (viz Rovnice 4.1) [33, 34].

$$A = n \times \sin(\alpha) \quad (4.1)$$

kde  $\alpha$  [rad] je poloviční úhel objektivu a  $n$  [-] je index lomu prostředí mezi objektivem a povrchem metalografického vzorku.

Numerická apertura totiž ovlivňuje rozlišitelnou vzdálenost mikroskopu, což je nejmenší vzdálenost dvou bodů na pozorovaném objektu, které jsou od sebe ještě zřetelně rozlišitelné. Lze ji vyjádřit z Rovnice 4.2 [33, 34].

$$d_{min} = \frac{\lambda}{A} \quad (4.2)$$

kde  $\lambda$  [m] je vlnová délka používaného světla a  $A$  [-] je Numerická apertura objektivu.

Pro zvětšení rozlišitelné vzdálenosti se používá imerzní objektiv, kde se zvětšuje index lomu nalitím oleje mezi objektiv a vzorek. Tím se zvýší rozlišení mikroskopu oproti suchému objektivu, kde paprsky prochází vzduchem. Metalografické vzorky lze zobrazovat ve dvou režimech – ve světlém a tmavém poli. Při zobrazení ve světlém poli jsou do objektivu odraženy paprsky od kolmých a částečně i šikmých ploch. Při zobrazení v tmavém poli jsou do objektivu odraženy pouze paprsky od šikmých ploch [33, 34].

Snímky v této práci byly pořízeny na světelném mikroskopu AxioObserver vyrobený firmou Zeiss. Všechny snímky byly pořízeny ve světlém poli. Při pořizování snímků byla často použita motorizovaná osa  $Z$  mikroskopu. Vytvořila se série snímků, která byla následně softwarem spojena do jednoho ostrého snímku (tzv. proostřování).

#### 4.1.2 Elektronová mikroskopie

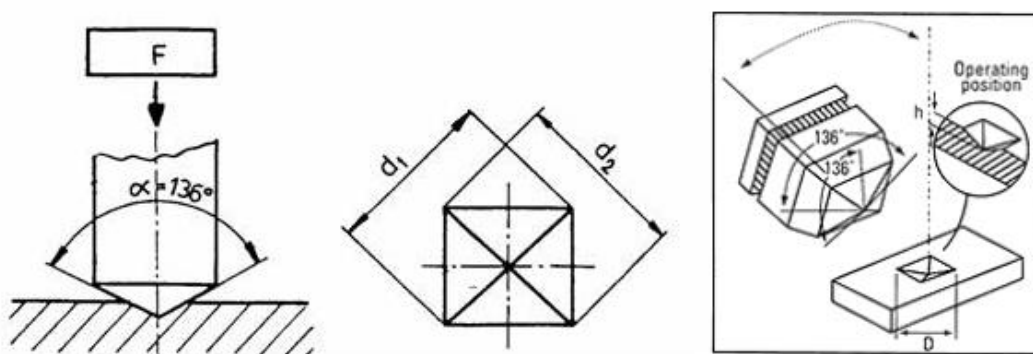
SEM (rastrovací elektronový mikroskop) je velmi užitečný nástroj v metalografii, který v sobě spojuje chemickou a strukturní analýzu. SEM má rozlišení v řádu desítek nanometrů. To je oproti světelné mikroskopii, která disponuje rozlišením v řádu stovek nanometrů, zlepšení o celý řád. Díky tomu SEM umožňuje daleko detailnější analýzu. Vzorky pro SEM musí být z vodivého materiálu. V opačném případě dochází k hromadění elektronů na povrchu a zkreslení výsledného obrazu [34, 35].

Elektrony v rastrovacím elektronovém mikroskopu jsou emitované katodou (wolframové vlákno, LaB<sub>6</sub>, polem emitovaná katoda). Následně jsou pomocí elektrického pole urychleny skrz vakuovou komoru směrem ke vzorku (anoda). Pomocí soustavy magnetických čoček dochází k usměrnění, zaostření a vychylování vzniklého elektronového paprsku. Při dopadu fokusovaného svazku primárních elektronů dochází v určitém objemu látky k pružnému a nepružnému rozptylu. Pružným rozptylem je myšlen děj, kdy jsou elektrony pružně odraženy zpět, přičemž ztrácí velmi malou část své energie. Tyto elektrony jsou označovány jako zpětně odražené (BSE). Během nepružného rozptylu dochází ke ztrátě energie primárních elektronů, která se rozptýlí v pozorovaném objemu materiálu. To umožní vznik sekundárních elektronů (SE), Augerových elektronů a charakteristického rentgenového záření. Princip interakce elektronů s materiálem je stejný jako u elektronového paprsku a je blíže popsán v kapitole 1.2. K zobrazení analyzované vrstvy lze použít všechny typy zmíněných elektronů. Nejlepší kontrast lze získat při použití zpětně odražených elektronů (BSE) [34, 35].

V této bakalářské práci byly snímky pořízeny hlavně pomocí BSE na elektronovém mikroskopu Zeiss ULTRA PLUS.

#### 4.1.3 Měření mikrotvrdosti

Mikrotvrdost jednotlivých fází byla naměřena zkouškou dle Vickerse, která spočívá v kolmém vtlačování indentoru do materiálu určitou silou (0,09807 N–1,961 N) po určitou dobu. Při zkoušce se používá diamantový indentor ve tvaru čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem  $\alpha = 136^\circ$ . Mikrotvrdost se následně určuje z rozměrů uhlopříček  $d_1$  a  $d_2$  vtisku zanechaného indentorem (viz Obrázek 4.1). Platný vtisk by neměl být viditelně zdeformovaný, nesmí při něm dojít k popraskání ani k proboření měřené fáze [36].

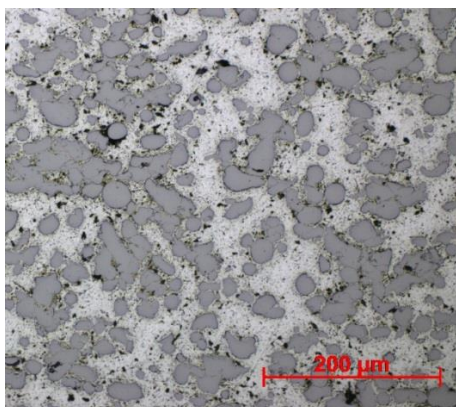


Obrázek 4.1: Princip zkoušky mikrotvrdosti dle Vickerse

Mikrotvrdost v této práci byla měřena na mikrotvrdoměru Leco. Bylo použito nejmenší zatížení HV 0,01, které odpovídá síle  $F=0,09807$  N. Doba zadržení vtisku byla u všech měření  $t = 10$  s. Na každé fázi bylo provedeno několik měření a jako výsledná hodnota mikrotvrdosti byl použit aritmetický průměr změřených hodnot.

## 4.2 Příprava vzorků

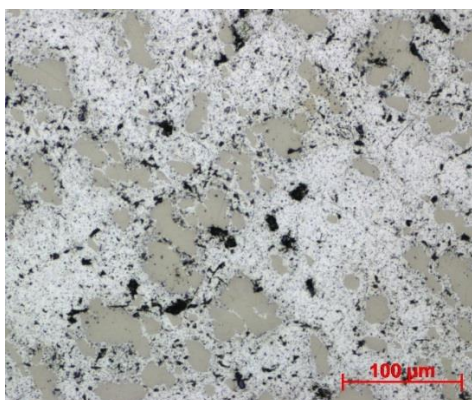
Nástřiky zkoumané v této práci byly připraveny kinetickým napařováním metodou Cold spray na tenký hliníkový plech (viz Obrázek 4.4). Parametry nástřiků a výsledné struktury nástřiků jsou uvedeny níže.



### Parametry nástřiku Fe-Al

- **nosný plyn:** vzduch
- **teplota plynu:** 300 °C
- **tlak plynu:** 15 barů
- **vstupní koncentrace:** 40 at. % Al
- **rychlost posuvu:** 100 mm/s
- **počet přejezdů:** 11

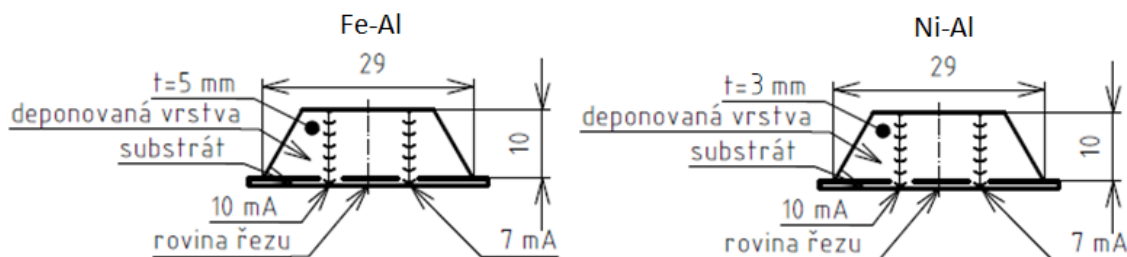
Obrázek 4.2: Struktura nástřiku Fe-Al



### Parametry nástřiku Ni-Al

- **nosný plyn:** dusík
- **teplota plynu:** 400 °C
- **tlak plynu:** 50 barů
- **vstupní koncentrace:** 35 at. % Al
- **rychlost posuvu:** 100 mm/s
- **počet přejezdů:** 9

Obrázek 4.3: Struktura nástřiku Ni-Al



Obrázek 4.4: Schéma přípravy přetavených vzorků zleva: Fe-Al, Ni-Al

Z obou vzorků bylo pomocí rozbrušovací pily chlazené vodou odebrány 2 pláty o tloušťce přibližně 5 mm a 3 mm. U každé sady vzorků byl následně jeden z plátů zalit za tepla v metalografickém lisu do pryskyřice pro lepší manipulaci. Tyto nepřetavené vzorky byly broušeny na poloautomatické metalografické brusce Struers Pedemin 2 za použití SiC brusných papírů o velikosti zrnitosti 500–2400. Jako chladicí médium pro broušení byla použita voda. Následovalo mechanické leštění vzorků na stejném stroji. Jako leštidlo byly použity diamantové pasty s velikostí částic 3  $\mu\text{m}$  a 0,7  $\mu\text{m}$  aplikované na leštící plátno Struers. Vzorky byly v průběhu leštění chlazeny pomocí etanolu. Takto připravené vzorky byly pozorovány na světelném mikroskopu.

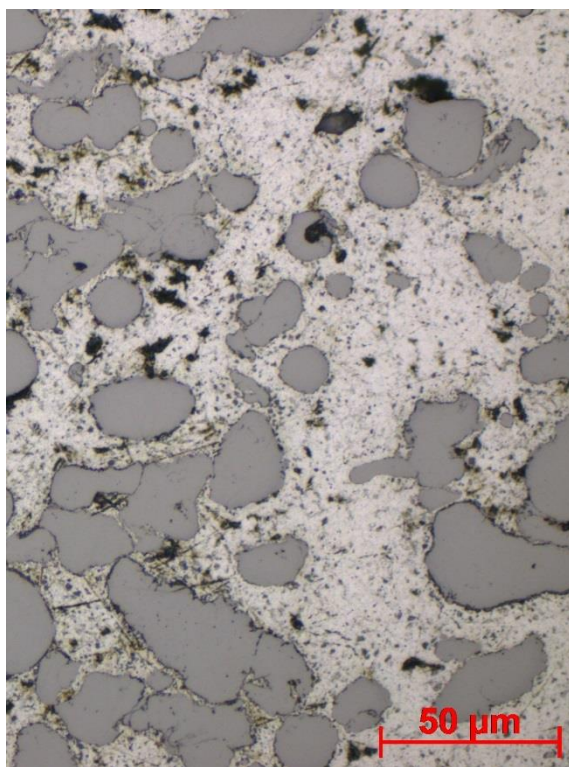
Druhá sada vzorků byla přetavena elektronovým paprskem na přístroji PRO BEAM k26-150. Ze vzorků byl nejdříve odstraněn hliníkový substrát, aby nedošlo k ovlivnění vzorků přebytečným hliníkem. Přetavení probíhalo ve vakuové komoře při tlaku 4,7 kPa. Hlavní napětí mezi vzorkem a elektronovým zdrojem bylo 120 kV a vstupní proud byl nejprve 7 mA pro první přejezd a 10 mA pro druhý přejezd (viz Obrázek 4.4). Šířka paprsku byla 0,5 mm s vychylovací frekvencí 1000 Hz. Paprsek se pohyboval rychlostí 12 mm/s. Přetavené vzorky byly následně rozřezány na rozbrušovací pile chlazené vodou (viz Obrázek 4.4) a zataveny za tepla v metalografickém lisu. Poté následovalo broušení a mechanické leštění na poloautomatické brusce Struers Pedemin 2. Použity byly brusné papíry o velikosti zrnitosti 500–2400 chlazené vodou a pro mechanické leštění pasty s 3  $\mu\text{m}$  a 0,7  $\mu\text{m}$  částicemi, chlazené etanolem. Posledním krokem bylo mechanicko-chemické leštění OPCHEM s leštidlem OP-S a ultrazvukové čištění vzorků v etanolu po dobu 10 minut.

## 4.3 Vzorek Fe-Al

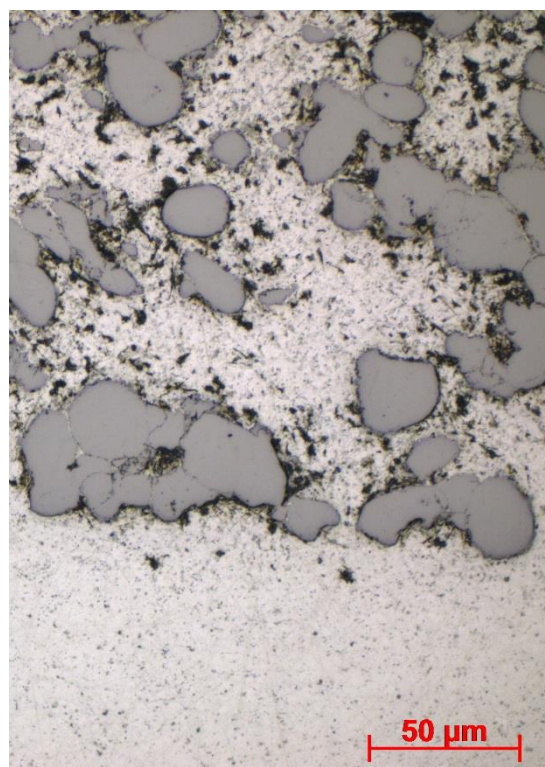
### 4.3.1 Nepřetavený vzorek

Snímek struktury nepřetaveného vzorku nástřiku Fe-Al ze světelného mikroskopu je zobrazena na Obrázku 4.5. Na snímcích ze světelného mikroskopu se částice železa zobrazovaly tmavší, zatímco částice hliníku se zobrazily světlejší. Na BSE snímcích z elektronového mikroskopu tomu bylo naopak. Částice železa mají přibližně původní sférický tvar a jejich velikost se pohybuje mezi 10–50  $\mu\text{m}$ . Částice hliníku jsou velmi deformované a v průběhu nanášení se spojily do matrice obklopující částice železa. Lze tedy předpokládat, že částice železa jsou tvrdší než částice hliníku a parametry nástřiku byly přizpůsobeny spíše jim. To bylo potvrzeno měřením. Mikrotvrdost železných částic je 376 HV<sub>0,01</sub> a hliníkových částic je 27 HV<sub>0,01</sub>. EDS prvková analýza nepřetavené struktury vzorků ukázala, že v nástřiku je 81,6 at.% Al a 18,4 at.% Fe (viz Obrázek 4.7), což je rozdílné od původní koncentrace prášku, která byla 60 at.% Fe a 40 at.% Al. Účinnost deponování částic železa byla tedy výrazně nižší než částic hliníku.

Celková struktura je mírně porézní. Póry jsou relativně malé (< 10  $\mu\text{m}$ ), spíše sférického tvaru. Jejich největší výskyt je v hliníkové matrici, nebo na rozhraní mezi hliníkovými a železnými částicemi. Struktura je jinak velmi kompaktní, nevyskytují se zde žádné trhliny, bubliny, staženiny nebo jiné defekty zhoršující mechanické vlastnosti deponované vrstvy. Nástřík je k hliníkovému substrátu velmi dobře přilnut. Na výbrusu lze jen těžko rozeznat jejich rozhraní (viz Obrázek 4.6).

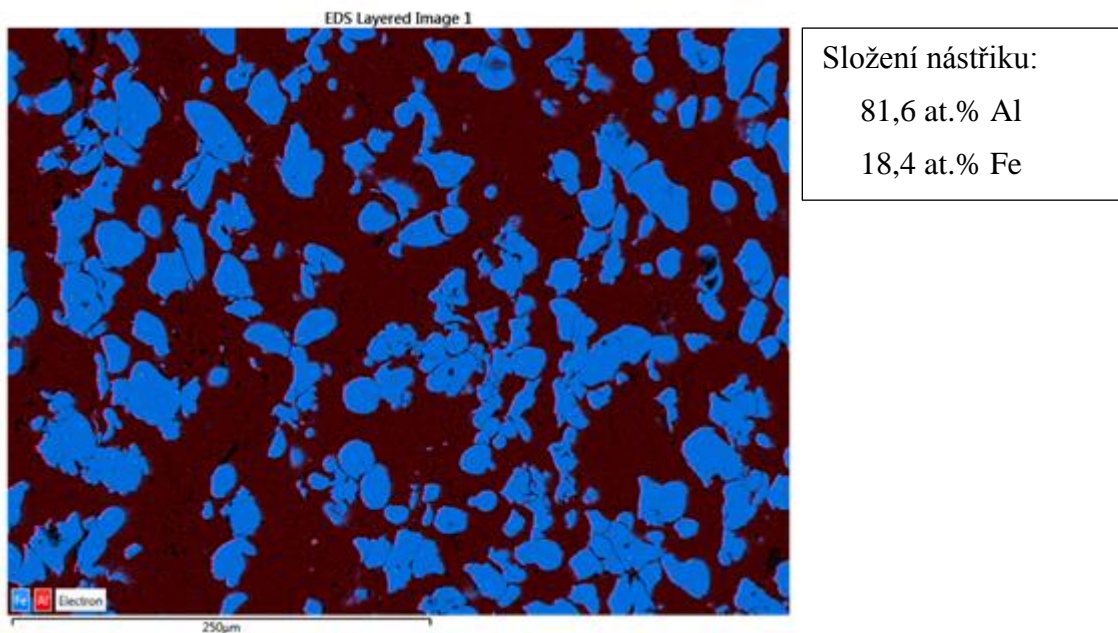


Obrázek 4.5: Nepřetavená struktura vzorku Fe-Al



Obrázek 4.6: Rozhraní mezi nástřikem a substrátem vzorku Fe-Al





Obrázek 4.7: EDS mapa – složení nepřetavené struktury Fe-Al, Fe – modrá, Al – červená

#### 4.3.2 Přetavený vzorek – vstupní proud 7 mA

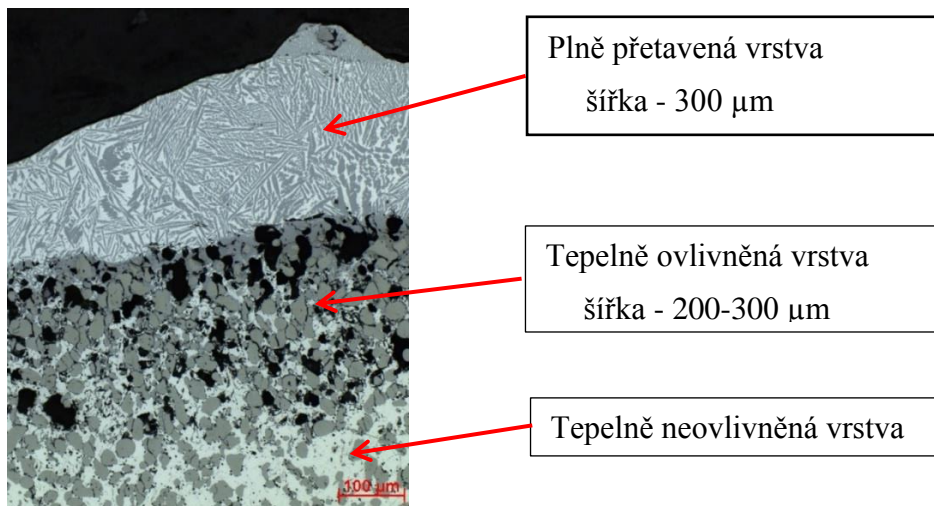
Přetavení deponované vrstvy Fe-Al nebylo úplné. Na vzorku tedy vznikly tři strukturálně odlišné vrstvy: plně přetavená vrstva, tepelně ovlivněná vrstva a tepelně neovlivněná oblast (viz Obrázek 4.8).

Elektronový paprsek plně přetavil vrstvu silnou asi 300 μm. Vlivem velkého tepelného zatížení došlo k vytvoření dlouhých trhlin, často přes celou přetavenou vrstvu. Poréznost vrstvy oproti původní struktuře poklesla. Velikost pórů nepřesahuje 15 μm. Průměrný obsah železa ve struktuře se postupně mění zleva doprava (od povrchu k substrátu) od 25,9 do 28,6 at.% Fe. Díky tomu vznikají dvě odlišné struktury. Blíže původnímu povrchu vzorku byla nalezena eutektická směs intermetalické fáze  $\text{FeAl}_3$  a tuhého roztoku Al s 2,5 at.% Fe. Vlivem rychlého ochlazení vzorku za účelem zkrácení difuzních trajektorií atomů železa v této oblasti vznikla widmannstättenova struktura (viz Obrázek 4.9). S přibývajícím množstvím železa se zvyšuje poměr intermetalické fáze  $\text{FeAl}_3$  ve struktuře a zaniká widmannstättenova struktura (viz Obrázek 4.10). Na straně substrátu, kde byl větší průměrný obsah železa, vznikla jemná struktura s celkovým složením 71,4 at.% Al a 28,6 at.% Fe. Struktura je natolik jemná, že nelze identifikovat jednotlivé fáze směsi (viz Obrázek 4.11).

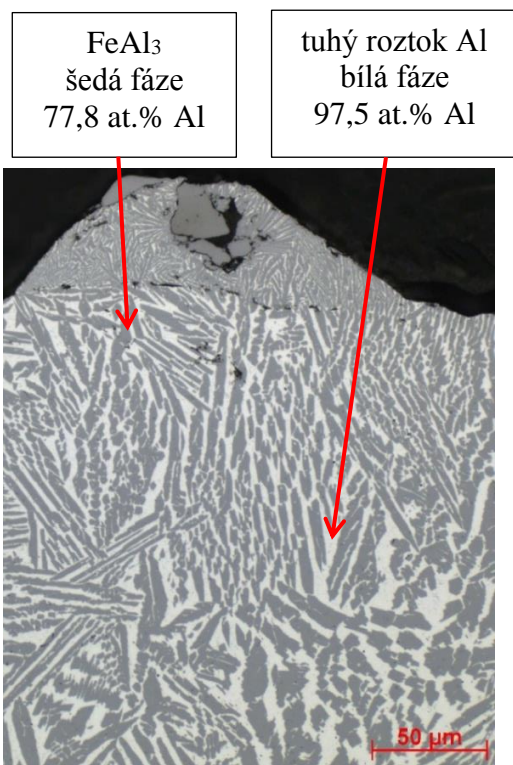
Měření ukázalo, že mikrotvrdoost struktur roste s přibývajícím obsahem železa. U widmannstättenovy struktury, ve které bylo přibližně stejně tuhého roztoku Al a intermetalické fáze  $\text{FeAl}_3$ , byla změřena mikrotvrdoost 225 HV<sub>0,01</sub> (viz Obrázek 4.9). U struktury na Obrázku 4.10 s větším obsahem fáze  $\text{FeAl}_3$  mikrotvrdoost dosahuje 242 HV<sub>0,01</sub>. U struktury na Obrázku 4.11 je mikrotvrdoost 822 HV<sub>0,01</sub>. Struktury byly příliš jemné pro měření jednotlivých fází.

Plně přetavená vrstva plynule přechází v tepelně ovlivněnou vrstvu, která je přibližně 200–300 μm široká. Tato vrstva je vysoce porézní. Průměrná velikost pórů je zhruba

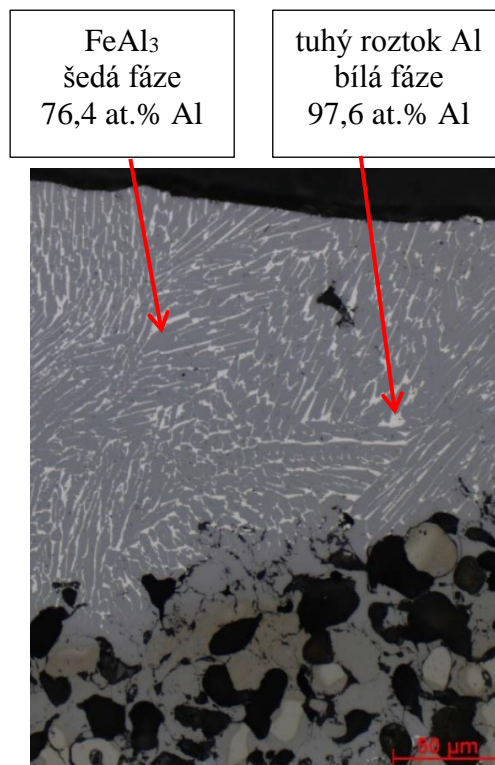
50  $\mu\text{m}$ . Vlivem zvýšení teploty při působení elektronového paprsku došlo k úplnému roztavení hliníkových částic a následnému difuznímu promíchání s částicemi železa. Tím v této vrstvě vzniklo množství různých fází s vysokým obsahem hliníku. EDS prvková analýza odhalila přítomnost nepřetavených částic Fe, substitučního roztoku Al s 1,2 at.% Fe, intermetalických fází  $\text{FeAl}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  a eutektoidní směsi  $\text{FeAl}$  s  $\text{FeAl}_2$  (viz Obrázek 4.12-4.16). V oblasti byla provedena liniová analýza o délce 40  $\mu\text{m}$ . Podél linie vznikly fáze Fe, eutektoidní směs  $\text{FeAl}$  s  $\text{FeAl}_2$  a  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  (světlá, tmavší, nejtmaší). Pomocí mikrotvrdoměru byla změřena mikrotvrdost nepřetavených částic železa, která byla 207 HV<sub>0,01</sub>. Ostatní fáze se nepodařilo naměřit.



Obrázek 4.8: Rozložení tepelně ovlivněných vrstev ve vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 7 mA

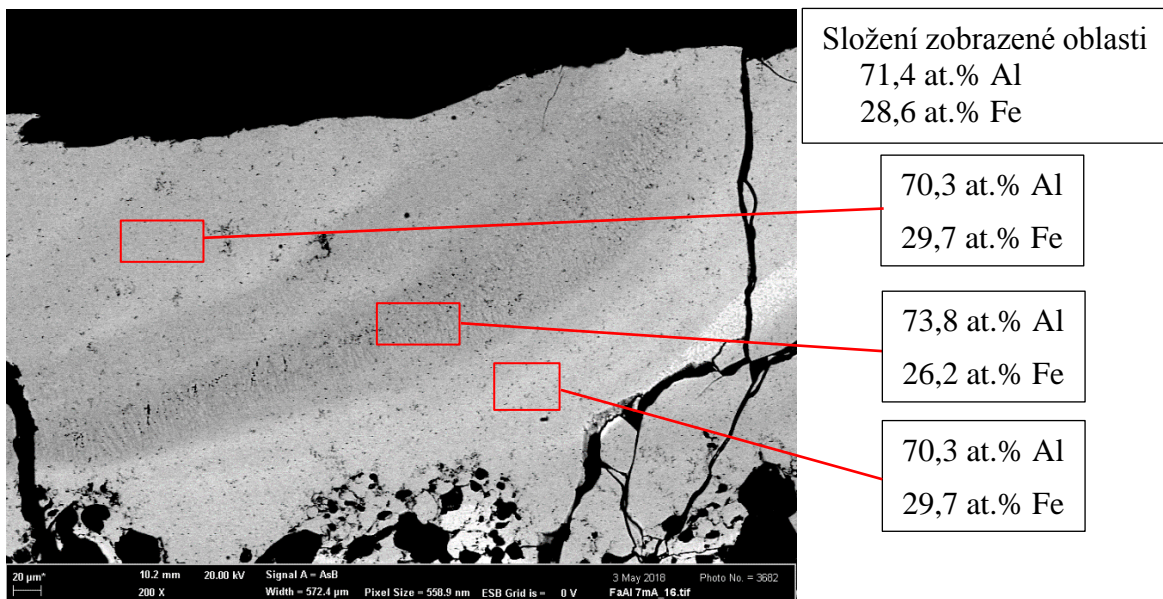


Obrázek 4.9: Plně přetavená vrstva s průměrným obsahem 25,9 at.% Fe

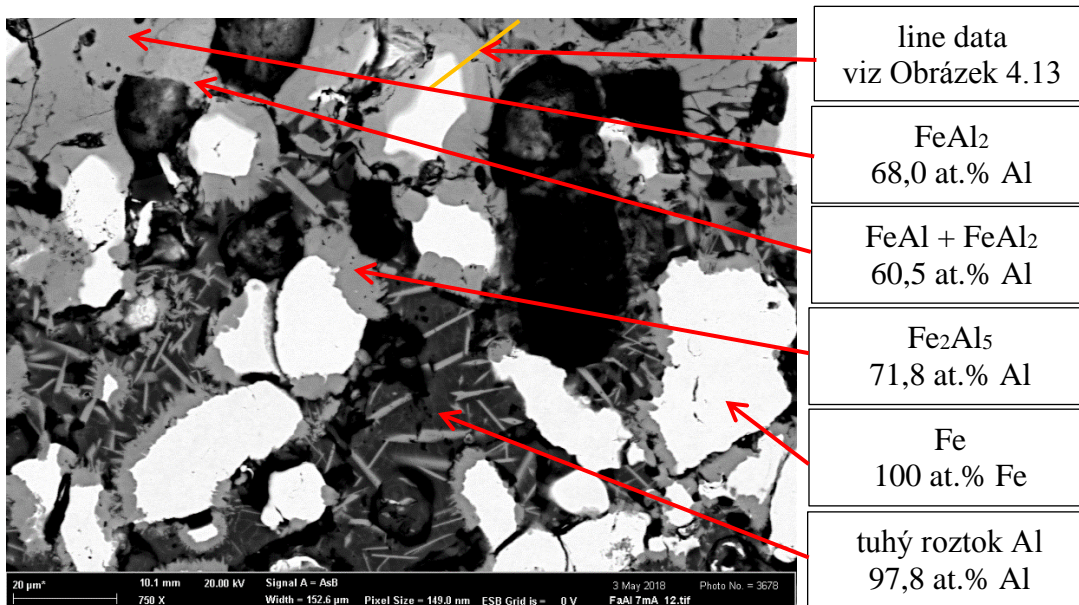


Obrázek 4.10: Plně přetavená vrstva s průměrným obsahem 27,8 at.% Fe

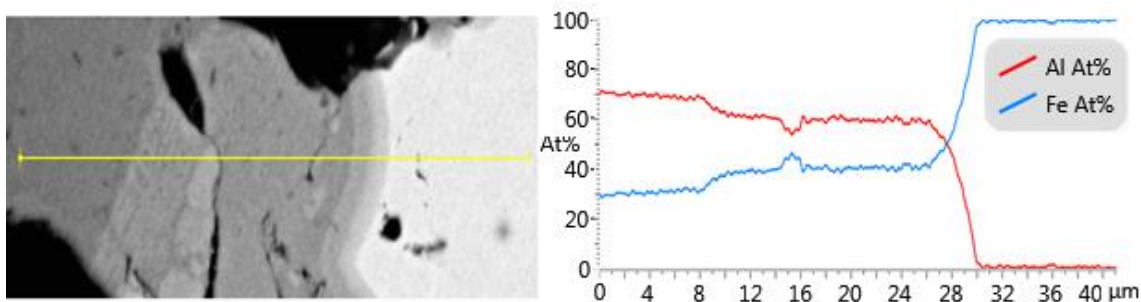




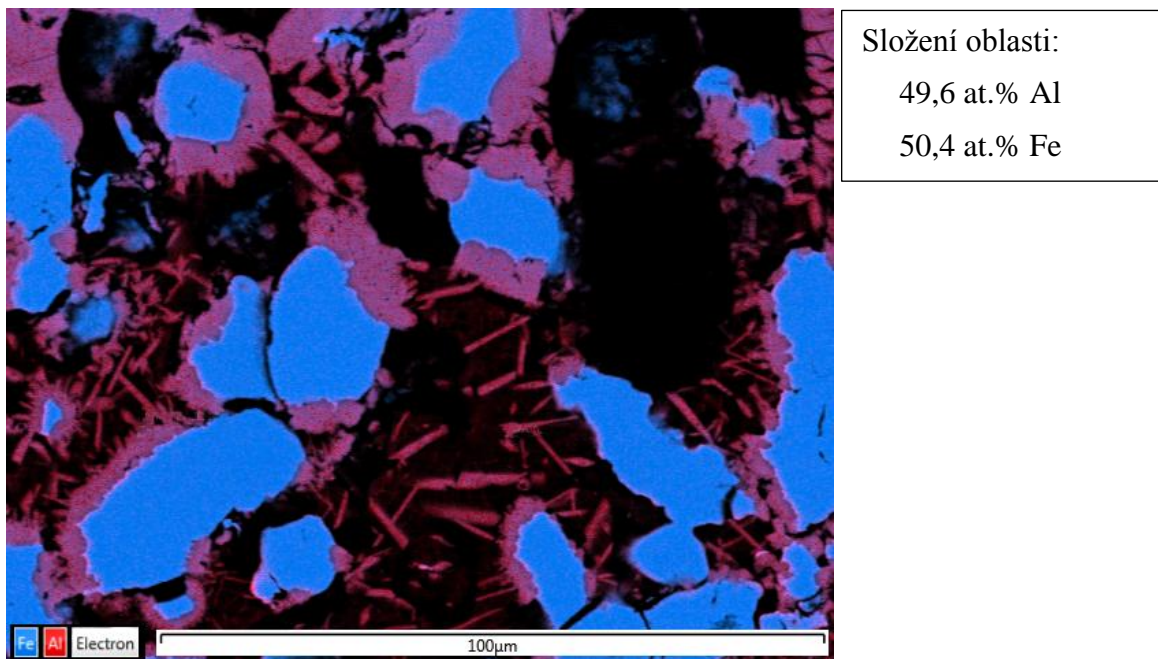
Obrázek 4.11: Plně přetavená vrstva s průměrným obsahem 28,6 at.% Fe



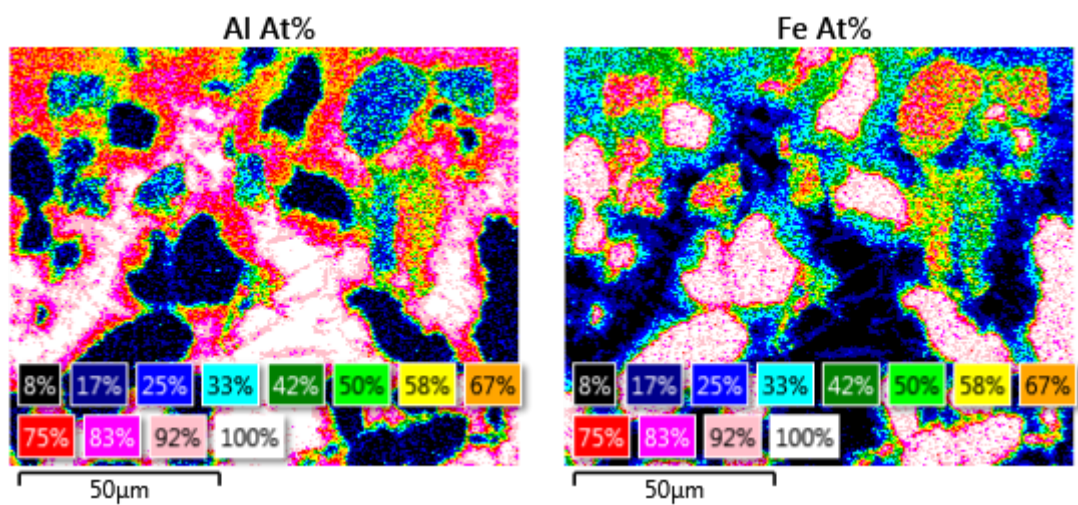
Obrázek 4.12: Tepelně ovlivněná oblast vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 7 mA



Obrázek 4.13: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti



Obrázek 4.14: EDS mapa – složení tepelně ovlivněné oblasti, Fe – modrá, Al – červená



Obrázek 4.15: EDS mapa – množství at.% Al v tepelně ovlivněné oblasti

Obrázek 4.16: EDS mapa – množství at.% Fe v tepelně ovlivněné oblasti

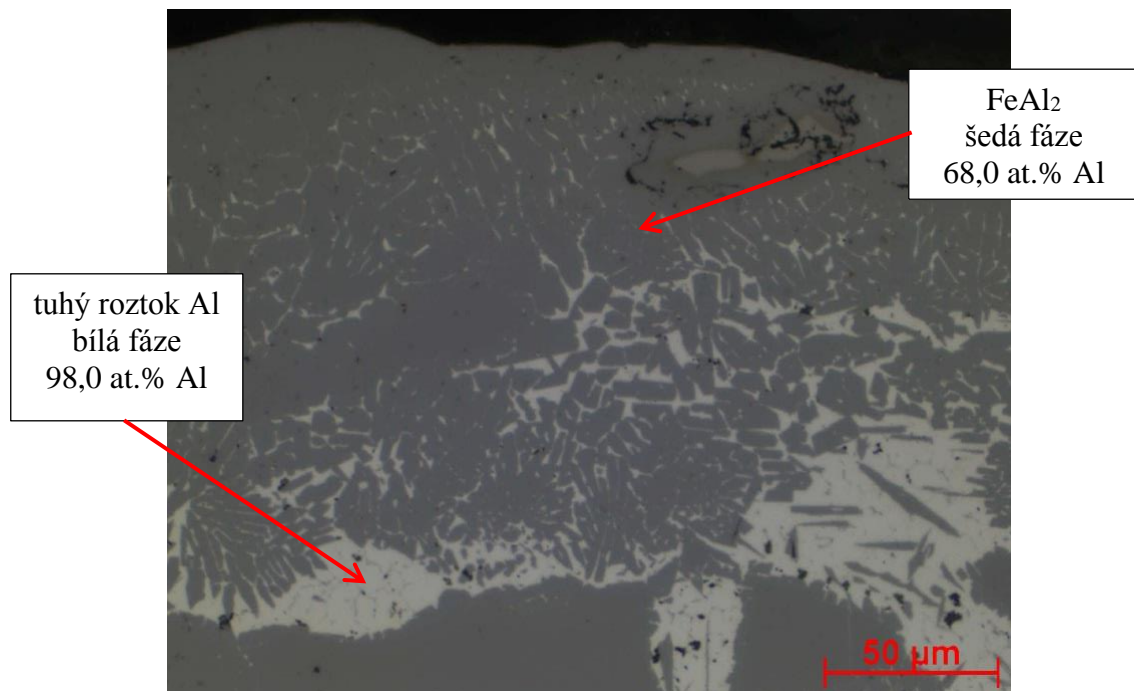


### 4.3.3 Přetavený vzorek – vstupní proud 10 mA

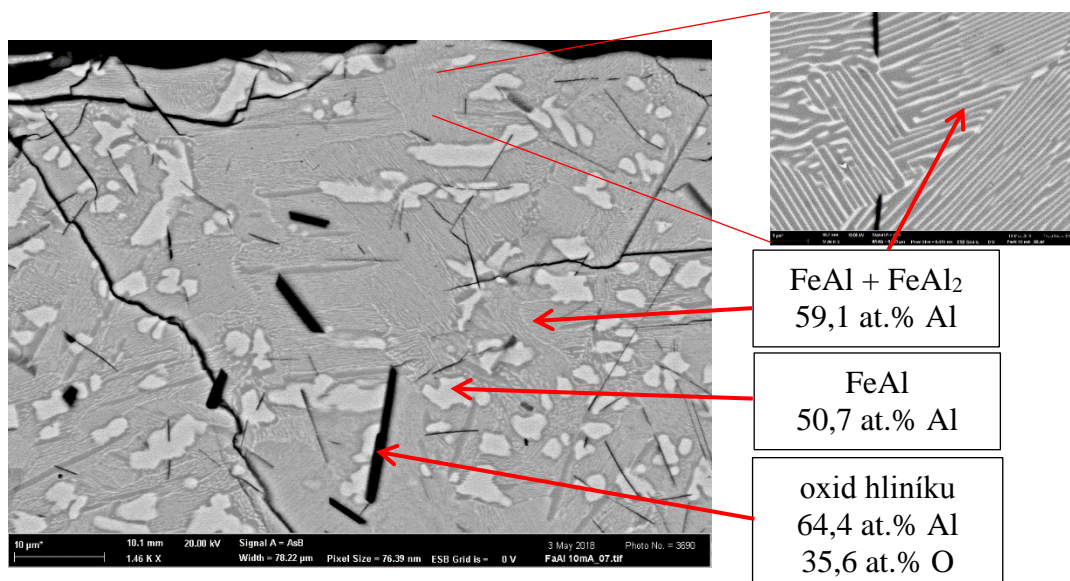
Vzorek byl přetaven 10 mA paprskem. Došlo k roztavení většího objemu materiálu než u přejezdu 7 mA paprskem. Velké tepelné zatížení vzorku způsobilo zkřehnutí tepelně ovlivněné oblasti a následné odlomení velké části přetavené vrstvy během řezání vzorku. V průběhu přetavení proběhla v části vzorku sekundární aluminotermická reakce, která způsobila další ohřev vzorku.

Plně přetavená vrstva 10 mA paprskem vykazuje známky velkého tepelného zatížení. Vyskytuje se zde mnoho trhlin. Přetavená struktura je téměř bez pórů a bublin. EDS prvková analýza odhalila dvě strukturálně i fázově odlišné oblasti. Na okrajích vzorku, kde byla přetavená vrstva nejtenčí, vznikly fáze  $\text{FeAl}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\text{FeAl}_2$  a tuhý roztok Al s 2 at.% Fe (viz Obrázek 4.17). Ve středu vzorku, kde bylo více taveniny a větší množství železa, se vytvořila ucelená směs intermetalické fáze  $\text{FeAl}$  s eutektoidem  $\text{FeAl}$  a  $\text{FeAl}_2$  (viz Obrázek 4.18). Vzniklý eutektoid má velmi jemnou strukturu s lamelami širokými přibližně 200 nm. V celém objemu střední části vzorku vznikly monokrystaly oxidu hliníku, které jsou rovnoměrně rozesety ve struktuře. Mikrotvrdotost eutektoidu dosahuje 1046 HV<sub>0,01</sub> a mikrotvrdotost intermetalické fáze dosahuje  $\text{FeAl}$  755 HV<sub>0,01</sub>.

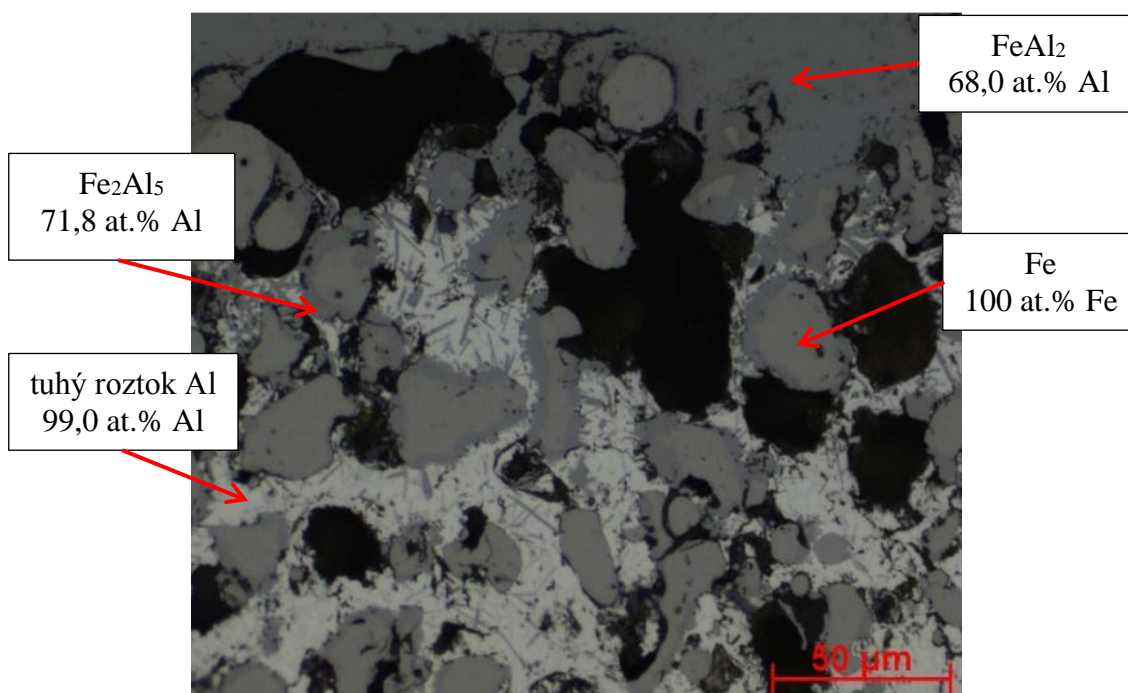
Poréznost tepelně ovlivněné oblasti vzrostla oproti vzorku přetaveného 7 mA paprskem, stejně jako vzrostla i průměrná velikost pórů. Největší póry dosahují velikosti až 100  $\mu\text{m}$ . To je nejspíše hlavní důvod snížení pevnosti celé oblasti, což vedlo k rozpadu při řezání. Složení tepelně ovlivněné oblasti je velmi podobné jako u vzorku přetaveného elektronovým paprskem s proudem 7 mA (viz Obrázek 4.19). Měřením mikrotvrdotosti bylo zjištěno, že nepřetavené železné částice v této vrstvě mají mikrotvrdotost 125 HV<sub>0,01</sub>.



Obrázek 4.17: Plně přetavená vrstva – okraj vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 10 mA



Obrázek 4.18: Plně přetavená vrstva – střed vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 10 mA



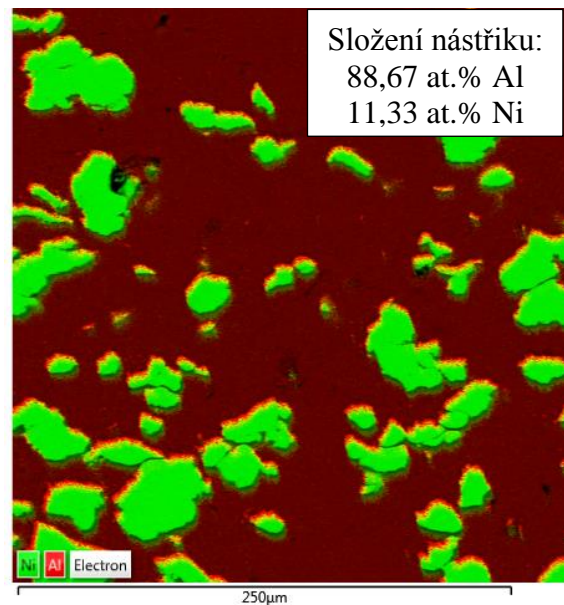
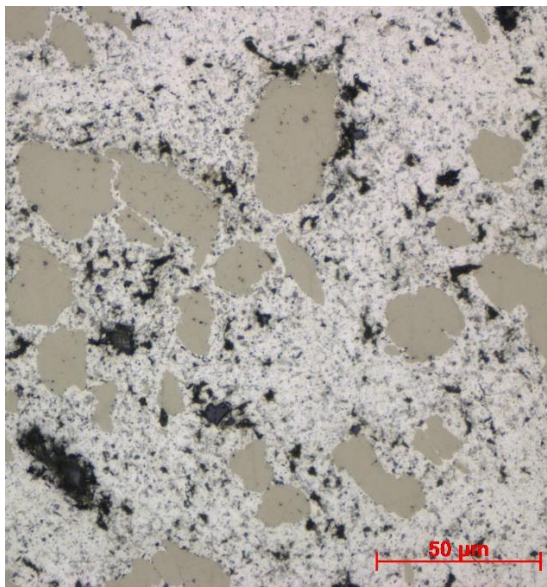
Obrázek 4.19: Tepelně ovlivněná oblast vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 10 mA

## 4.4 Vzorek Ni-Al

### 4.4.1 Nepřetavený vzorek

Na Obrázku 4.20 je snímek nepřetavené struktury Ni-Al ze světelného mikroskopu. Na snímku světelného mikroskopu se částice niklu zobrazily světle hnědou barvou a částice hliníku bílou barvou. Na BSE snímcích elektronového mikroskopu se tmavě zobrazily částice hliníku a světlou částice niklu. Deformace niklových částic byla výrazně menší než hliníkových částic. Hliníkové částice se vlivem velké deformace spojily do matrice obklopující niklové částice. To souhlasí s měřením mikrotvrdosti, která byla 244 HV<sub>0,01</sub> u niklových částic a 49 HV<sub>0,01</sub> u hliníkových částic. Velikost niklových částic je 10–50 μm, u hliníkových částic to nelze určit. Pomocí EDS prvkové analýzy nepřetavené vrstvy bylo zjištěno, že obsah hliníku je 88,7 at.% a obsah niklu je 11,3 at.% (viz Obrázek 4.21). Původní koncentrace prášku byla 35 at.% Al a 65 at.% Ni. Účinnost deponování niklových částic tedy byla výrazně nižší než hliníkových částic.

Poréznost struktury je relativně malá. Průměrná velikost pórů je přibližně 10 μm a jsou rovnoměrně rozloženy v hliníkové matrici. Niklové částice jsou porézní minimálně. Parametry nástřiku byly zvoleny správně, protože ve struktuře nejsou žádné trhliny a jiné větší defekty. Přilnutí k substrátu je velmi dobré, což bylo ověřeno při odstraňování substrátu před přetavováním elektronovým paprskem.



Obrázek 4.20: Nepřetavená struktura vzorku Ni-Al

Obrázek 4.21: EDS mapa – složení nepřetavené struktury, Ni – zelená, Al – červená

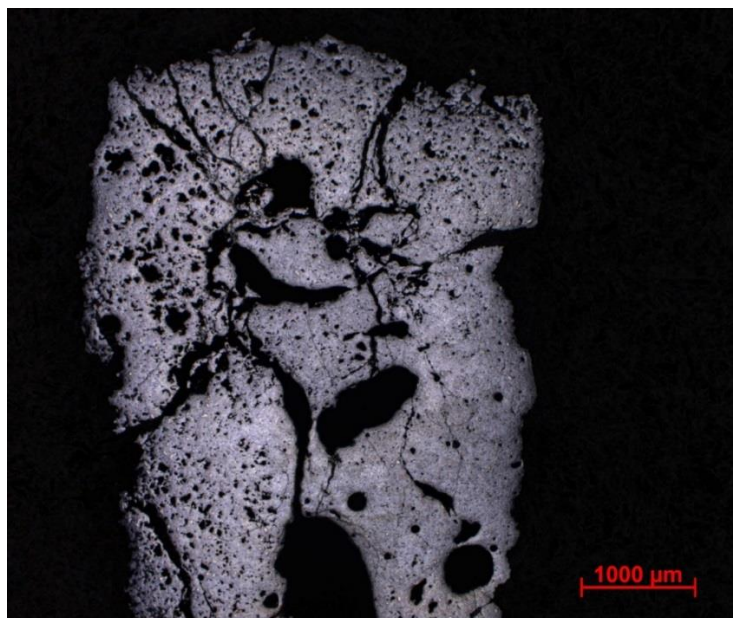


#### 4.4.2 Přetavený vzorek – vstupní proud 7 mA

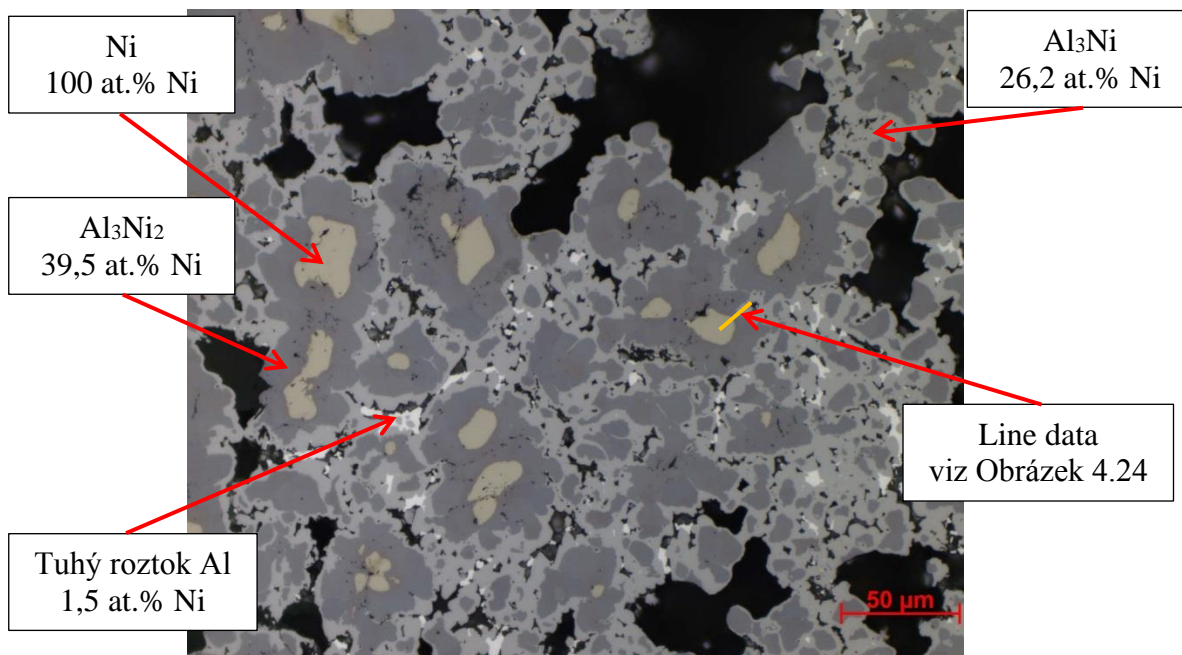
U deponované vrstvy Ni-Al se přetavil celý objem vzorku (viz Obrázek 4.22). Nedošlo tedy k vytvoření přechodné tepelně ovlivněné vrstvy. To bylo způsobeno hlavně menší tloušťkou vzorku, která byla 3 mm místo 5 mm jako u vzorku Fe-Al.

Vzorek vykazuje velké poškození vlivem tepelného zatížení. V celém objemu je velké množství trhlin, které jsou i několik milimetrů dlouhé. Celý vzorek je velmi porézní. Ve středu vzorku vznikly velké póry o průměru 1–2 mm. Na okrajích vzorku jsou póry menší s rozměry 100–200  $\mu\text{m}$  (viz Obrázek 4.22). V celém objemu vzorku se také objevují staženiny na rozhraní jednotlivých zrn nově vzniklých fází. Ty se pravděpodobně vytvořily, protože nově vzniklé fáze mají menší objem než původní fáze. EDS prvková analýza ve skruktuře objevila zbytky niklových částic, u kterých nedošlo k úplnému roztavení (viz Obrázek 4.25). Další fáze vyskytující se v mikrostruktuře jsou  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}$  a substituční tuhý roztok Al s 1,5 at.% Ni. Intermetalické fáze  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  a  $\text{Al}_3\text{Ni}$  jsou v mikrostruktuře soustředně uspořádány kolem původních niklových částic (viz Obrázek 4.23). Přes tyto fáze byla měřena liniová analýza, kde byly zjištěny fáze Ni,  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  a  $\text{Al}_3\text{Ni}$ : světlá, tmavší a nejtmavší (viz Obrázek 4.24). Lokálně došlo v některých oblastech s vyšším obsahem niklu k většímu difuznímu promíchání a vzniklo zde malé množství intermetalických fází  $\text{AlNi}$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}_5$  a  $\text{AlNi}_3$ , které mají vyšší obsah niklu (viz Obrázek 4.26). V této oblasti byla zhotovena liniová analýza s délkou 60  $\mu\text{m}$ , kde byly zjištěny fáze  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ ,  $\text{Al}_3\text{Ni}_5$  a  $\text{AlNi}_3$ : tmavá, světlejší a nejsvětlejší (viz Obrázek 4.27).

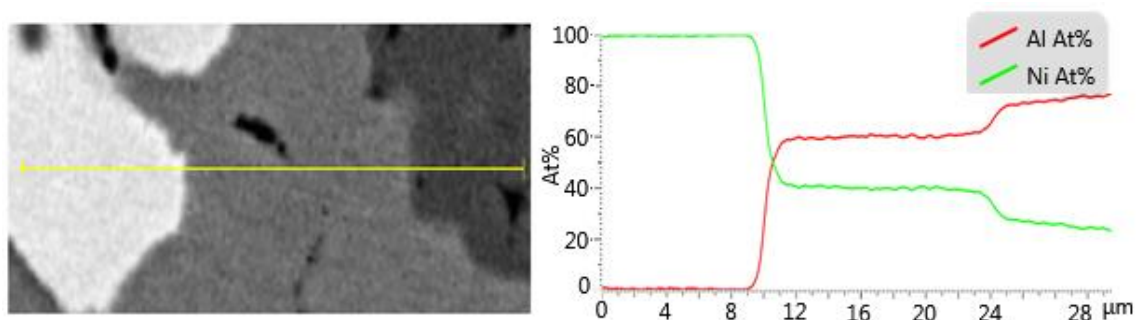
Měření mikrotvrdomosti ukázalo, že mikrotvrdomost zbytků niklových částic je 202 HV0,01 a mikrotvrdomost intermetalické fáze dosahuje 1008 HV0,01. Ostatní fáze se vzhledem k jejich nízké tvrdosti a malým rozměrům nepodařilo naměřit.



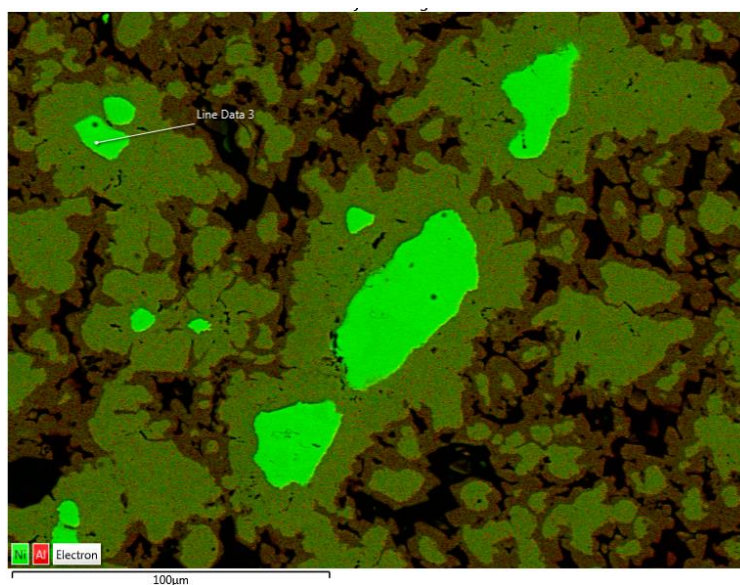
Obrázek 4.22: Vzhled přetaveného vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 7 mA



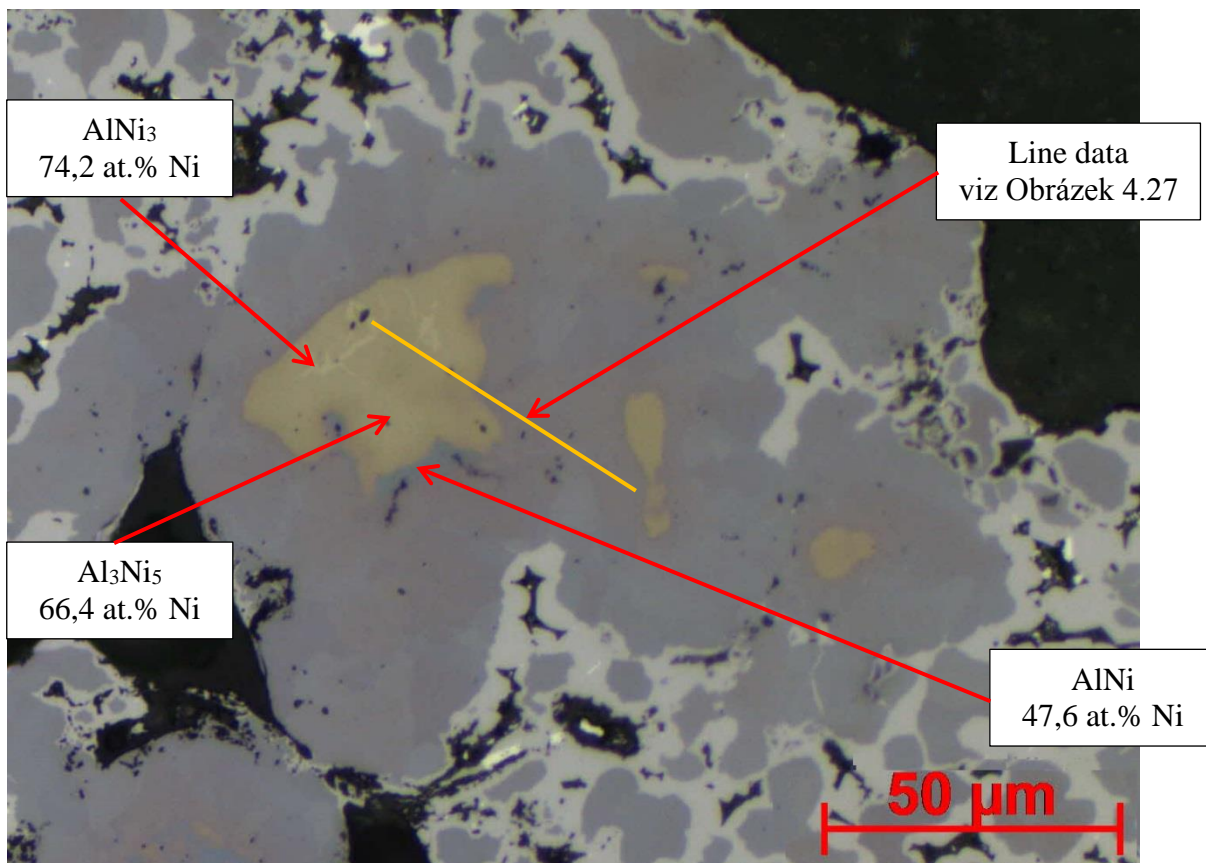
Obrázek 4.23: Přetavená struktura vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 7 mA



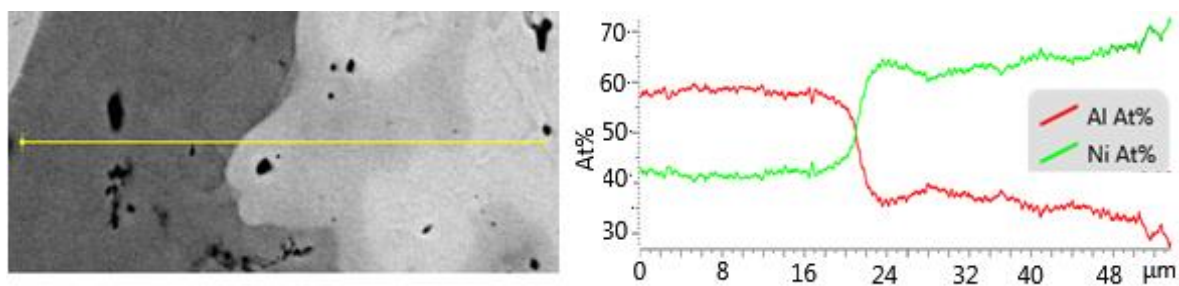
Obrázek 4.24: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti



Obrázek 4.25: EDS mapa – složení přetavené struktury Ni-Al, Ni – zelená, Al – červená



Obrázek 4.26: Lokální oblast s vyšším obsahem niklu



Obrázek 4.27: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti

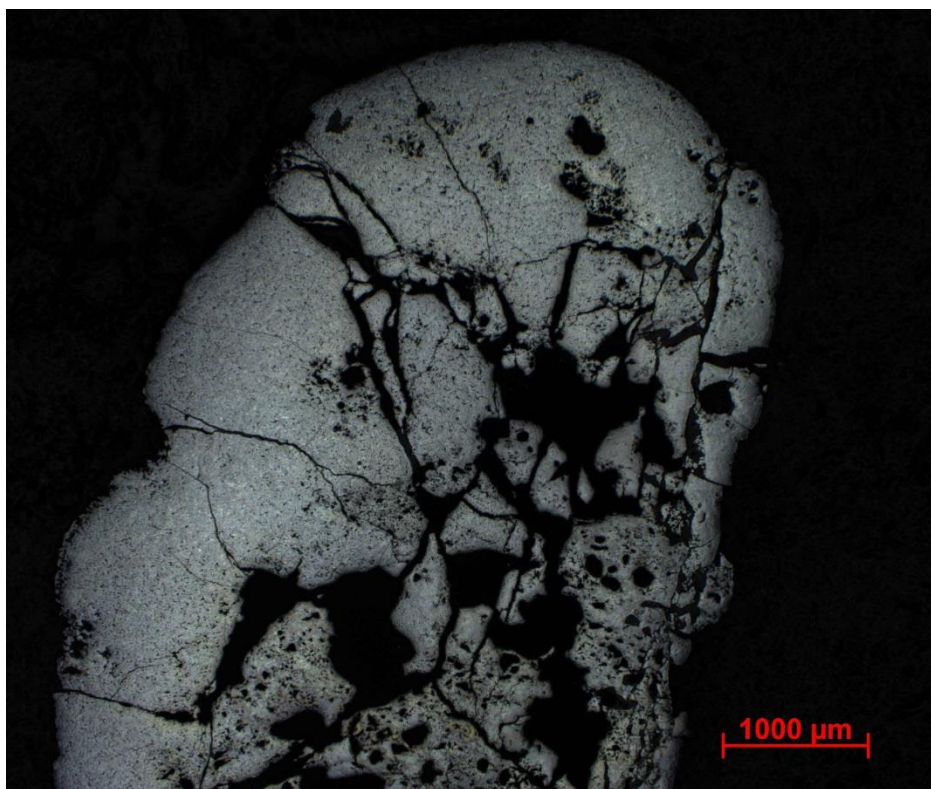


#### 4.4.3 Přetavený vzorek – vstupní proud 10 mA

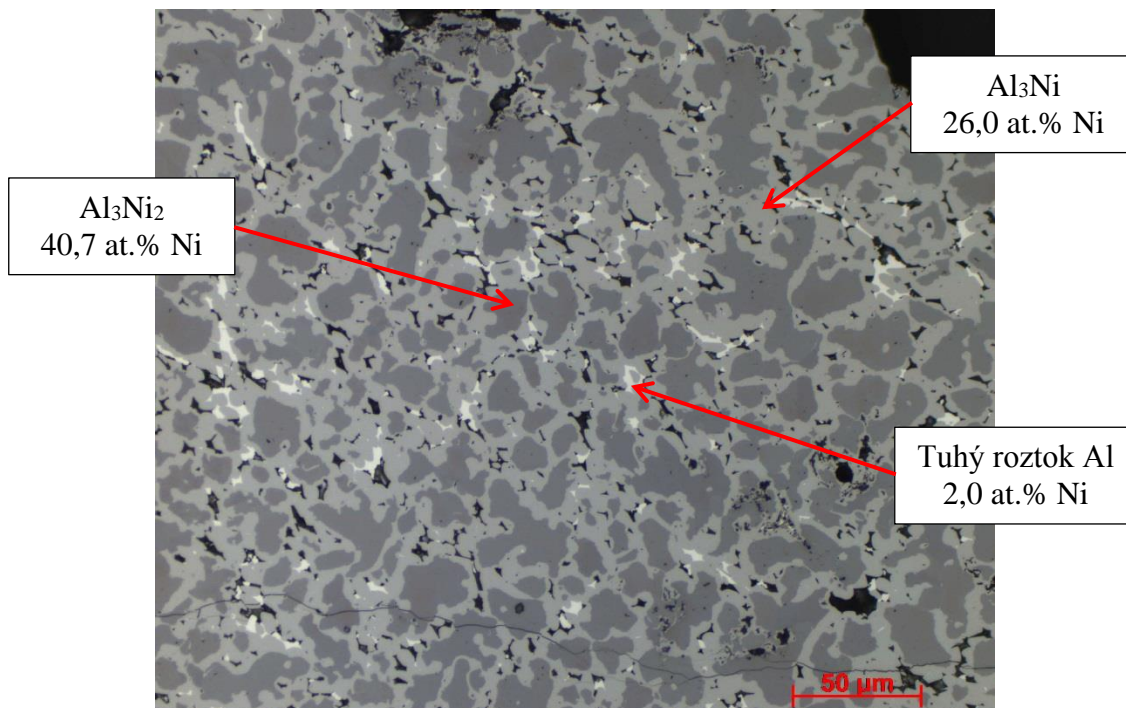
Stejně jako u vzorku přetaveného 7 mA paprskem se přetavil celý objem vzorku (viz Obrázek 4.28). Vlivem vysoké teploty ve vzorku došlo k zapálení sekundární aluminotermické reakce hliníku, která způsobila další ohřev vzorku.

Ve vzorku je velké množství pórů. Nejvíce porézní je opět střed vzorku, kde se vytvořily póry o průměru až 1 mm. Nejméně porézní část vzorku je oblast přetavená elektronovým paprskem. V celé struktuře je velké množství staženin na rozhraní nově vzniklých zrn. Ve vzorku se vytvořilo velké množství trhlin, což vedlo k propojení větších pórů (viz Obrázek 4.28).

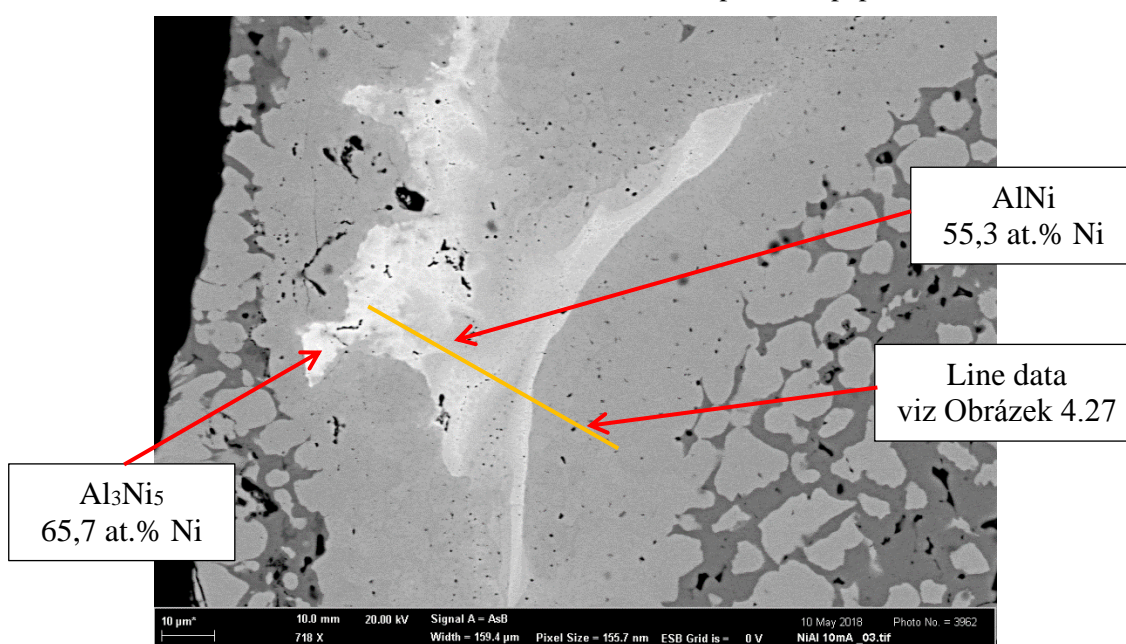
Při přetavení 10 mA paprskem došlo k úplnému roztavení niklových částic. Při EDS prvkové analýze bylo zjištěno, že mikrostruktura vzorku přetaveného 10 mA paprskem je tvořena převážně směsí intermetalických fází  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  a  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Fáze  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  vznikala v místech původních niklových částic a je obklopena fází  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , která má nižší obsah niklu (viz Obrázek 4.29). Ve struktuře byly dále nalezeny malé částice ( $< 15 \mu\text{m}$ ) substitučního tuhého roztoku Al s 2 at.% Ni. Na vzorku byly objeveny lokální oblasti s větším obsahem niklu, kde došlo k difuznímu promíchání a vzniku intermetalických fází  $\text{NiAl}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Al}_5$  a  $\text{AlNi}_3$  (viz Obrázek 4.30). V oblasti byla ještě změřena liniová analýza o délce  $60 \mu\text{m}$ , kde se zobrazily fáze  $\text{Al}_3\text{Ni}_5$ ,  $\text{AlNi}$  a  $\text{Al}_3\text{Ni}_2$ : světlá, tmavší a nejtmaší (viz Obrázek 4.31).



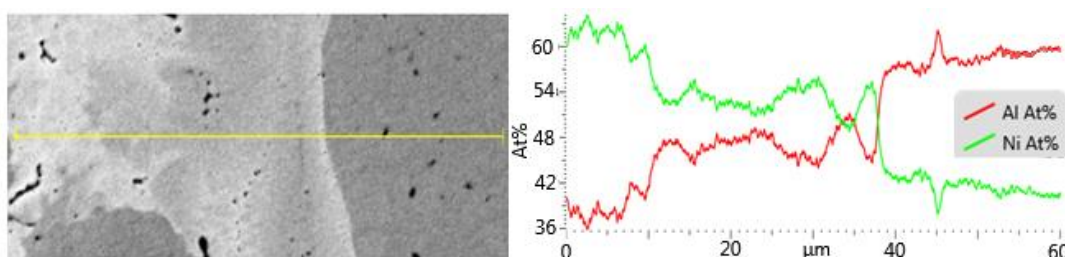
Obrázek 4.28: Vzhled přetaveného vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 10 mA



Obrázek 4.29: Přetavená struktura vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 10 mA



Obrázek 4.30: Lokální oblast s vyšším obsahem niklu



Obrázek 4.31: : Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti

## 5 ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce bylo hodnocení vlivu přetavení elektronovým paprskem na binární směsi deponované metodou Cold spray. V bakalářské práci byly hodnoceny nástřiky směsí Fe-Al a Ni-Al, které byly přetaveny elektronovým paprskem při dvou různých proudcích 7 mA a 10 mA.

Nepřetavený vzorek Fe-Al měl obsah 18,4 at.% Fe. Struktura byla mírně porézní s póry převážně v hliníkové matici a na rozhraní fází. Póry byly relativně malé (< 15  $\mu\text{m}$ ). Ve struktuře nebyly žádné trhliny. Byla naměřena mikrotvrdość 376 HV<sub>0,01</sub> u železných částic a 27 HV<sub>0,01</sub> u hliníkové matrice.

Po přetavení vznikly tři odlišné oblasti: přetavená, tepelně ovlivněná a tepelně neovlivněná oblast. V přetavené vrstvě vzniklo množství nových intermetalických fází. Ve všech případech došlo ke zvýšení mikrotvrdości struktury oproti nepřetavenému stavu. Nejvyšší mikrotvrdość byla naměřena u lamelární eutektoidní směsi FeAl a FeAl<sub>2</sub>, která dosahovala 1046 HV<sub>0,01</sub>. V tepelně ovlivněné oblasti naopak mikrotvrdość částic klesala. U nepřetavených částic železa klesla mikrotvrdość z původních 376 HV<sub>0,01</sub> na 125 HV<sub>0,01</sub> při přetavení 10 mA paprskem. Vlivem rychlého ochlazení došlo k vytvoření trhlín v celém vzorku, což by pravděpodobně šlo minimalizovat pomalejším ochlazením vzorku. Poréznost přetavené vrstvy oproti původnímu stavu klesla. V tepelně ovlivněné oblasti se poréznost naopak zvýšila a došlo ke zvětšení pórů. To bylo nejspíše způsobeno roztavením pouze hliníkové matrice, která měla výrazně nižší teplotu tavení než částice železa. Hliník následně difundoval do železných částic, což mělo za následek vznik velmi porézní struktury s částicemi železa obklopenými aluminidy železa.

Složení nepřetaveného vzorku Ni-Al bylo 11,3 at.% Ni a 88,7 at.% Al. Struktura byla mírně porézní a nevyskytovaly se v ní žádné trhliny nebo jiné defekty. Póry se vyskytovaly převážně v hliníkové matici a na rozhraní fází. Velikost pórů nepřesahovala 15  $\mu\text{m}$ . Mikrotvrdość původních fází byla 244 HV<sub>0,01</sub> u niklových částic a 49 HV<sub>0,01</sub> u hliníkové matrice.

U vzorku Ni-Al došlo k přetavení celého objemu. Vzniklá struktura byla tvořena převážně směsí intermetalických fází Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> a Al<sub>3</sub>Ni. Při přetavení 7 mA paprskem zůstaly ve struktuře ještě zbytky částic niklu. Mikrotvrdość vzniklých fází byla vyšší než původní struktury. Nejvyšší mikrotvrdość měla intermetalická fáze Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>, která dosahovala 1008 HV<sub>0,01</sub>. Ve vzorku bylo velké množství trhlín vzniklých rychlým ochlazením vzorku. Po přetavení byla porézní hlavně střední a spodní oblast vzorku. Velikost pórů narostla a největší póry dosahovaly průměru až 1 mm. V celé struktuře bylo navíc velké množství staženin na hranicích nově vzniklých zrn.

Přetavením povlaku binární směsi vzniklo množství nových intermetalických fází. V obou případech vznikly fáze s mikrotvrdoostí přes 1000 HV<sub>0,01</sub> (eutektická směs FeAl a FeAl<sub>2</sub>, intermetalická fáze Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>). Toho lze využít například pro tvorbu povlaků s vysokou ořezavzdorností. Dále vznikaly fáze s vysokým obsahem hliníku, které se pokrývají vrstvou Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a lze je využít k zvýšení korozivzdornosti povlaku. Zástupcem této skupiny je například intermetalická fáze FeAl. Během procesu přetavení ale dochází

k velkému tepelnému zatížení materiálu a vzniku množství trhlin ve struktuře. Zvláště oslabení tepelně ovlivněné oblasti vysokou porézností může způsobit odtrhnutí celé přetavené vrstvy. Pro další použití je tedy nutné celý proces optimalizovat, aby se předešlo degradaci struktury.

## LITERATURA

- [1] WEĞLOWSKI, M.St., S. BŁACHA a A. PHILLIPS. Electron beam welding – Techniques and trends – Review. *Vacuum*. 2016, **130**(Supplement C), 72–92. ISSN 0042-207X.
- [2] SCHULTZ, H. *Electron Beam Welding*. B.m.: Elsevier Science, 1994. Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. ISBN 978-1-84569-878-2.
- [3] JÁNSKÝ, Pavel, Jakub ZLÁMAL, Bohumila LENCOVÁ, Martin ZOBAČ, Ivan VLČEK a Tomáš RADLIČKA. Numerical simulations of the thermionic electron gun for electron-beam welding and micromachining. *Vacuum*. 2009, **84**(2), 357–362. ISSN 0042-207X.
- [4] ŽÁK, Jan. *Teorie svařování: Určeno pro posl. fak. strojní*. B.m.: MON, 1988. ISBN 972-1-35876-647-2.
- [5] SABCHEVSKI, Svilen, Georgi MLADENOV, Sebastian WOJCICKI a J DABEK. An analysis of electron guns for welding. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 1999, **29**, 1446.
- [6] ZOBAČ, L. *Urychlovací elektrická čočka | Speciální technologie* [online]. [vid. 2017-11-04]. Dostupné z: <http://ebt.isibrno.cz/knihy/prirucka/urychlovaci-elektricka-cocka>
- [7] HAWKES, P.W. a E. KASPER. *Principles of Electron Optics: Basic Geometrical Optics*. B.m.: Elsevier Science, 2017. ISBN 978-0-08-102257-3.
- [8] VOLKER, Adam, Uwe CLAUß a Dietrich DOBENECK. *Electron beam welding: The fundamentals of fascinating technology*. Germany: pro - beam AG & Co. KGaA, 2011. ISBN 962-0-12-254876-3.
- [9] ZHU, Lin, Jiefeng WU, Zhihong LIU a Jianguo MA. Design of Electron Beam Welding Vacuum Chamber for Collar Rings in CFETR Windows. *Journal of Fusion Energy*. 2017, **36**(4–5), 127–133. ISSN 0164-0313, 1572-9591.
- [10] YUE, Wei Wei, Yi Mei SONG, Dong Bo ZHOU, Cai LIAO a Dan Ping LIU. The Optimization Design of Vacuum Chamber in Vacuum Electron Beam Welding Machine. *Advanced Materials Research*. 2012, **490–495**, 1699–1703. ISSN 1662-8985.

- [11] MELEKA, A.H. *Electron-beam Welding: Principles and Practice*. B.m.: McGraw-Hill for the Welding Institute, 1971. ISBN 925-0-32-587926-3.
- [12] VON PIRANI, M. *Production of homogeneous bodies from tantalum or other metals*. [online]. [vid. 2018-02-04]. Dostupné z: <https://www.google.com/patents/US848600>
- [13] BUCHWALDER, Anja, Eugen HEGELMANN, Philipp HENGST a Rolf ZENKER. Studies on the influence of electron beam deflection techniques on the quality and properties of surface alloyed cast Al material with Cu based additive. *Surface and Coatings Technology*. 2017, **329**(Supplement C), 262–271. ISSN 0257-8972.
- [14] DUPÁK. *Electron beam welding of stainless steel with tungsten, tantalum and molybdenum*. 2003. B.m.: Elsevier Science, 2003. ISBN 985-0-04-102327-3.
- [15] REAY, D., C. RAMSHAW a A. HARVEY. *Process Intensification: Engineering for Efficiency, Sustainability and Flexibility*. B.m.: Elsevier Science, 2013. Isotopes in Organic Chemistry. ISBN 978-0-08-098305-9.
- [16] FORM, Electron Beam Melting - EBM Process, Additive Manufacturing. *Arcam AB*, 2015, **4**, 56–62. ISSN 1201-2896.
- [17] MORIDI, Atieh, Mostafa HASSANI-GANGARAJ, M GUAGLIANO a Ming DAO. Cold spray coating: Review of material systems and future perspectives. *Surface Engineering*. 2014, **30**, 369–395. ISSN 0521-0497.
- [18] POPYRIN, Anatolii, Vladimir KOSAREV, Sergey KLINKOV, Anatolii ALKHIMOV a Vasily M. FOMIN. *Cold Spray Technology*. B.m.: Elsevier, 2006. ISBN 978-0-08-046548-7.
- [19] DAVIS, Joseph R. *Handbook of Thermal Spray Technology*. B.m.: ASM International, 2004. ISBN 978-0-87170-795-6.
- [20] CIZEK, Jan. *Thermally sprayed bio-ceramic coatings: a study on process parameters influence on coating properties*. [online]. B.m., 2010 [vid. 2018-03-15]. Thesis. b.n. Dostupné z: <https://dr.ntu.edu.sg/handle/10356/47238>
- [21] ASSADI, H., H. KREYE, F. GÄRTNER a T. KLASSEN. Cold spraying – A materials perspective. *Acta Materialia*. 2016, **116**, 382–407. ISSN 1359-6454.
- [22] ASSADI, Hamid, Frank GÄRTNER, Thorsten STOLTENHOFF a Heinrich KREYE. Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia*. 2003, **51**(15), 4379–4394. ISSN 1359-6454.
- [23] GRUJICIC, M, C. L ZHAO, W. S DEROSSET a D HELFRITCH. Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process. *Materials & Design*. 2004, **25**(8), 681–688. ISSN 0261-3069.



- [24] ALHULAIFI, Abdulaziz a Gregory BUCK. A Simplified Approach for the Determination of Critical Velocity for Cold Spray Processes. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2014, **23**. ISSN 0521-4259.
- [25] SCHMIDT, Tobias, Hamid ASSADI, Frank GÄRTNER, Horst RICHTER, Thorsten STOLTENHOFF, Heinrich KREYE a Thomas KLASSEN. From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2009, **18**(5–6), 794–801. ISSN 1059-9630.
- [26] SCHMIDT, Tobias, Frank GÄRTNER, Hamid ASSADI a Heinrich KREYE. Development of a generalized parameter window for cold spray deposition. *Acta Materialia*. 2006, **54**(3), 729–742. ISSN 1359-6454.
- [27] SMITH, M.F. Comparing cold spray with thermal spray coating technologies. In: 2007, s. 43–61. ISBN 978-1-84569-181-3.
- [28] SAUTHOFF, G. *Intermetallics*. B.m.: VCH, 1995. ISBN 978-3-527-29320-9.
- [29] MICHNA, Štefan. *Encyklopedie hliníku*. Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005. ISBN 978-80-89041-88-6.
- [30] STOLOFF, N. S. Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science and Engineering: A*. 1998, **258**(1), 1–14. ISSN 0921-5093.
- [31] WESSEL, James K. a Vinod SIKKA. Intermetallics. In: *Handbook of Advanced Materials*. B.m.: Wiley-Blackwell, 2004, s. 149–163. ISBN 978-0-471-46518-8. Dostupné z: doi:10.1002/0471465186.ch5
- [32] AGARWAL, D. C. Nickel and Nickel Alloys. In: *Handbook of Advanced Materials* [online]. B.m.: Wiley-Blackwell, 2004 [vid. 2018-05-03], s. 217–270. ISBN 978-0-471-46518-8. Dostupné z: doi:10.1002/0471465186.ch7
- [33] ZINA, Pavloušková. *Světelná mikroskopie* [online]. [vid. 2018-05-02]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/sm/Uvod.html>
- [34] PTÁČEK, Luděk et al. *Nauka o materiálu. I. 2. opr. a rozš. vyd.* Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003, xii, 516 s. ISBN 80-7204-283-1.
- [35] KUBÍNEK, Roman, Klára ŠAFÁŘOVÁ a Milan VŮJTEK. *Elektronová mikroskopie*. [vid. 2018-05-24]. Dostupné z: <https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/granty/elmikro.pdf>
- [36] DOLEŽAL, Pavel a Bohumil PACAL. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů*. [online]. [vid. 2018-04-24]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/hmsm/index.htm>

# SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1.1: Rozložení hustoty výkonu [2] .....	3
Obrázek 1.2: Tepelně zasažená oblast [1] .....	3
Obrázek 1.3: Působení elektrického pole [2].....	4
Obrázek 1.4: Působení magnetického pole [2] .....	4
Obrázek 1.5: Konfigurace systému elektronové svářečky [1].....	4
Obrázek 1.6: Vliv prostorového náboje na trajektorii elektronů [3].....	6
Obrázek 1.7: Elektromagnetická čočka [8].....	7
Obrázek 1.8: Elektromagnetický deflektor [8] .....	7
Obrázek 1.9: Rozptyl paprsku při tlaku 500 mbar (nalevo a při tlaku 50 mbar (napravo) [8].....	7
Obrázek 1.10: Interakce elektronů s materiálem [11].....	9
Obrázek 2.1: Konstrukce zařízení pro Cold spray [20] .....	12
Obrázek 2.2: Schéma narušení oxidických vrstev vlivem velkých plastických deformací [21].....	13
Obrázek 2.3: Průběh deformace dopadající částice na substrát v závislosti na čase [23] .....	14
Obrázek 2.4: Závislost teploty a deformace na čase během dopadu částice [23].....	15
Obrázek 2.5: Depoziční okno a vzhled částic mědi po dopadu při různých rychlostech [25].....	16
Obrázek 2.6: Srovnání metod žárového nanášení podle rychlosti částic a teploty procesu [19].....	19
Obrázek 3.1: Reakce probíhající v systému Fe-Al [31].....	19
Obrázek 3.2: Binární diagram Fe-Al [29].....	20
Obrázek 3.3: Binární diagram Ni-Al [29].....	22
Obrázek 3.4: Reakce probíhající v systému Ni-Al [29].....	22
Obrázek 4.1: Princip zkoušky mikrotvrdosti dle Vickerse .....	25
Obrázek 4.2: Struktura nástřiku Fe-Al.....	26
Obrázek 4.3: Struktura nástřiku Ni-Al.....	26
Obrázek 4.4: Schéma přípravy přetavených vzorků zleva: Fe-Al, Ni-Al.....	26
Obrázek 4.5: Nepřetavená struktura Fe-Al .....	28



Obrázek 4.6: Rozhraní mezi nástřikem a substrátem vzorku Fe-Al .....	28
Obrázek 4.7: EDS mapa - složení nepřetavené struktury Fe-Al, Fe-modrá, Al - červená .....	29
Obrázek 4.8: Rozložení tepelně ovlivněných vrstev ve vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 7 mA .....	30
Obrázek 4.9: Plně přetavená vrstva s průměrným obsahem 25,9 at.% Fe.....	30
Obrázek 4.10: Plně přetavená vrstva s průměrným obsahem 27,8 at.% Fe.....	30
Obrázek 4.11: Plně přetavená vrstva s průměrným obsahem 28,6 at.% Fe.....	31
Obrázek 4.12: Tepelně ovlivněná oblast vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 7 mA .....	31
Obrázek 4.13: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti .....	31
Obrázek 4.14: EDS mapa – složení tepelně ovlivněné oblasti, Fe – modrá, Al – červená .....	32
Obrázek 4.15: EDS mapa – množství at.% Al v tepelně ovlivněné oblasti.....	32
Obrázek 4.16: EDS mapa – množství at.% Fe v tepelně ovlivněné oblasti.....	32
Obrázek 4.17: Plně přetavená vrstva – okraj vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 10 mA..	33
Obrázek 4.18: Plně přetavená vrstva – střed vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 10 mA ..	34
Obrázek 4.19: Tepelně ovlivněná oblast vzorku Fe-Al, proud el. paprsku 10 mA .....	34
Obrázek 4.20: Nepřetavená vrstva vzorku Ni-Al .....	35
Obrázek 4.21: EDS mapa – složení tepelně nepřetavené struktury, Ni – zelená, Al – červená .....	35
Obrázek 4.22: Vzhled přetaveného vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 7 mA .....	36
Obrázek 4.23: Přetavená struktura vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 7 mA .....	37
Obrázek 4.24: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti .....	37
Obrázek 4.25: EDS mapa – složení přetavené struktury Ni-Al, Ni – zelená, Al – červená .....	37
Obrázek 4.26: Lokální oblast s vyšším obsahem niklu u vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 7 mA] .....	38
Obrázek 4.27: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti .....	38
Obrázek 4.28: Vzhled přetaveného vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 10 mA .....	39
Obrázek 4.29: Přetavená struktura vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 10 mA .....	40
Obrázek 4.30: Lokální oblast s vyšším obsahem niklu u vzorku Ni-Al, proud el. paprsku 10 mA .....	40

Obrázek 4.31: Lineární analýza chemického složení, zleva: zobrazení analyzovaného místa, graf chemického složení měřené oblasti ..... 40

## SEZNAM TABULEK

Tabulka 1.1	Přehled používaných vývěv [4] .....	8
Tabulka 3.1	Rovnovážné fáze vznikající v binárním diagramu Fe-Al [29] .....	20
Tabulka 3.2	Metastabilní fáze vznikající v binárním diagramu Fe-Al [29] .....	20
Tabulka 3.3	Stabilní intermetalické fáze vznikající v binárním diagramu Fe-Al [29].	21
Tabulka 3.4	Rovnovážné fáze vznikající v binárním diagramu Ni-Al [29] .....	22
Tabulka 3.5	Stabilní intermetalické fáze vznikající v binárním diagramu Ni-Al [29].	23

## SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

EP	Elektronový paprsek
CS	Cold spray
SE	Sekundární elektrony (Secondary Electrons)
BSE	Zpětně odražené elektrony (Back Scattered Electrons)
AE	Augerovy elektrony
HVOF	Vysokorychlostní nástřik plamenem
D-gun	Detonation gun
BCC	Kubická prostorově středěná krystalová mřížka
FCC	Kubická plošně středěná krystalová mřížka
HCP	Šesterečná prostorově středěná krystalová mřížka
SEM	Rastrovací elektronový mikroskop
at. %	Atomová procenta