



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

VLASTNOSTI MATERIÁLŮ S POVRCHOVÝMI VRSTVAMI NANÁŠENÝMI KINETICKOU DEPOZICÍ

PROPERTIES OF MATERIALS WITH SURFACE LAYERS APPLIED BY KINETIC DEPOSITION

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Marek Doubrava

ŠKOLITEL

SUPERVISOR

doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

BRNO 2024

ABSTRAKT

Práce se zabývala depozicí slitiny Inconel 713LC pomocí technologie Cold Spray, při použití dusíku jako pracovního plynu a měla za cíl posoudit vhodnost této kombinace materiálu a technologie jako nástroje pro opravu opotřebovaných součástí. Analýza prášku odhalila problémy s jeho deponovatelností, a to především vysoké tvrdosti (450 ± 31 HV_{0,02}) a přítomnosti aglomerátů. Ty byly pomocí optimalizace procesních parametrů z velké části odstraněny, což rezultovalo v možnost tvorby nástříků s tloušťkou až 900 μm , disponující tvrdostí ~ 800 HV₁, porozitou 0,04 % v as-sprayed stavu a 0,01 % ve stavu po tepelném zpracování. V průběhu optimalizace depozičních parametrů rostla také kohezní pevnost samotných nástříků, která byla studována pomocí měření nano i makro tvrdosti a Scratch testu. Nástříky byly schopné odolat iniciaci trhlin při tvorbě vtisku se zatížením 5 kg (HV₅). V rámci zkoušek adhezní pevnosti bylo dosaženo maximální hodnoty 65,5 MPa při tloušťce nástříku 300 μm , který byl deponován na leštěný substrát. S rostoucí tloušťkou nástříku však adhezní pevnost klesala. Jednou z vhodných povrchových úprav substrátu pro získání kvalitního rozhraní bylo broušení s výslednou hodnotou drsnosti povrchu Ra 0,2 μm . Nástřík o tloušťce 876 μm na substrátu IN713LC vykazoval minimální adhezní pevnost 18,8 MPa. V případě kvalitního rozhraní substrát/nástřík je právě toto rozhraní nejslabším článkem systému a dochází zde k iniciaci únavových trhlin. Pokud rozhraní kvalitní není, k iniciaci dochází na vadách pod povrchem substrátu. V žádném z případů nebylo dosaženo stavu, kdy by se poškození iniciovalo na povrchu nástříku nebo na vadách pod jeho povrchem. Ve specifických případech bylo možné pozorovat pozitivní vliv tlakových napětí, které se indukovaly během depozice v systému substrát/nástřík. Fraktografická analýza dále odhalila a pomohla popsat oblast šíření únavových trhlin v nástřících.

ABSTRACT

The study focused on the deposition of Inconel 713LC alloy using Cold Spray technology, with nitrogen as the working gas, aimed to assess the suitability of this material and technology for repairing worn components. Initial power analysis identified potential problems with sprayability, primarily due to high hardness (450 ± 31 HV_{0,02}) and the presence of agglomerates. These issues were largely mitigated through optimization of deposition parameters, resulting in the ability to create coatings with a thickness of up to 900 μm , exhibiting a hardness of ~ 800 HV₁, porosity of 0,04 % in the as-sprayed state, and 0,01 % after heat treatment. During the optimization of deposition parameters, the cohesive strength of the coatings also improved, as studied through measurements of nano- and macro-hardness and Scratch tests. Notably, the coatings were capable of resisting crack initiation under a load of 5 kg (HV₅). Maximum value of adhesion strength (65,5 MPa) was achieved with a coating thickness of 300 μm deposited onto polished substrate. However, adhesion strength decreased with increasing coating thickness. Grinding, resulting in a substrate surface roughness of Ra 0,2 μm , was identified as one of the suitable surface treatments for achieving a high-quality interface. A coating of 876 μm in thickness on an IN713LC substrate exhibited a minimum adhesion strength of 18,8 MPa. Regarding fatigue properties,

in cases where the substrate/coating interface was of high quality, this interface was the weakest link of the system, and fatigue cracks initiated there. Conversely, if the interface was not of high quality, initiation occurred at defects beneath the substrate surface because the system acted like there is no interface. In no case did damage initiate on the coating surface or within subsurface defects. In specific instances, the positive influence of compressive stresses induced during deposition in the substrate/coating system was observed. Fractographic analysis further identified and described the region of fatigue crack propagation within the coatings.

KLÍČOVÁ SLOVA

Cold Spray, Inconel 713LC, Aditivní výroba, Optimalizace, Adhezní pevnost, Mechanické vlastnosti, Rozhraní

KEYWORDS

Cold Spray, Inconel 713LC, Additive manufacturing, Optimization, Adhesion strength, Mechanical properties, Interface

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

DOUBRAVA, Marek. *Vlastnosti materiálů s povrchovými vrstvami nanášenými kinetickou depozicí* [online]. Brno, 2024 [cit. 2024-06-23]. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/154851>. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Libor Pantělejev.

PROHLÁŠENÍ AUTORA O PŮVODNOSTI PRÁCE

Prohlašuji, že jsem dizertační práci vypracoval samostatně pod vedením mého školitele doc. Ing. Libora Pantělejeva, Ph.D. s využitím uvedené literatury.

Marek Doubrava

OBSAH

1	Úvod	8
2	Současný stav poznání	9
2.1	Cold spray technologie.....	9
2.1.1	Vlastnosti, přednosti a nedostatky CS.....	9
2.2	Princip depozice	11
2.2.1	Kritická rychlost	11
2.2.1	Simulace kritické rychlosti.....	12
2.2.2	Vliv vrstvy oxidů na mechanismus spojování.....	13
2.2.3	Interakce částice a substrátu	16
2.3	Mechanismy spojování, jejich uplatnění a výskyt	18
2.3.1	Metalurgické spojení	18
2.3.2	Mechanické zakotvení.....	18
2.3.3	Prolínání materiálů na rozhraní	19
2.3.4	Vliv tvrdosti vstupních materiálů na mechanismy spojování	21
2.4	Pracovní plyny v CS.....	24
2.5	Principy a úskalí akcelerace prášku	25
2.5.1	Ucpávání trysky a návrhy řešení	26
2.6	Depoziční efektivita	28
2.7	Bow Shock efekt	29
2.8	Tepelné zpracování prášku jako vstupního materiálu	30
2.9	Hodnocení vlastností materiálů deponovaných pomocí CS.....	32
2.9.1	Zbytková napětí.....	32
2.9.2	Adhezní pevnost.....	34
2.9.3	Evaluaace adheze/koheze pomocí Scratch Testu.....	39
2.9.4	Zkoušky tvrdosti.....	43
2.9.5	Únavové vlastnosti materiálů deponovaných pomocí CS.....	44
3	Cíle dizertační práce	46
4	Experimentální část dizertační práce	47
4.1	Experimentální metody	47

4.2	Analýza vstupního prášku Inconel 713LC.....	53
4.3	CS jako nástroj pro opravy opotřeбенých součástí.....	57
4.4	Metodika pro precizní výpočet depoziční efektivity	62
4.5	Optimalizace SD	64
4.6	Optimalizace SS a trysky	83
4.7	Zkoušky adhezní pevnosti	86
4.8	Hodnocení adheze/koheze pomocí Scratch Testu	102
4.9	Zkoušky tvrdosti	108
4.10	Zkoušky únavových vlastností.....	116
5	Závěr	136
	Seznam použité literatury	139
6	Seznam použitých zkratk	157
7	Přílohy	159

1 ÚVOD

Technologie Cold Spray (CS) je považována za nejmladší technologii patřící do rodiny žárových nástřiků. Její pole působnosti je však mnohem širší, a to zejména díky široké škále materiálů, které dokáže zpracovat, šetrnosti k životnímu prostředí, rychlosti depozice a nízkému tepelnému ovlivnění jak substrátu, tak samotného prášku coby vstupního materiálu. CS technologie byla uplatněna v mnoha aplikacích, a to především v odvětvích automotive, aerospace a také armádě. Z hlediska samotné aplikace je CS technologie využívána k vytváření nástřiků s lepšími užitnými vlastnostmi, než kterými disponuje substrát. Jedná se hlavně o: i) otěruvzdorné (pístnice pro lineární pohony), ii) korozi-vzdorné a iii) opravné nástřiky nestrukturálních komponent (targety pro PVD) nebo iv) výrobu volně stojících součástí (raketové trysky) a v) prototypování [1–7].

Díky potenciálu, kterým CS technologie disponuje, je vyvíjena velká snaha o pochopení a vysvětlení jevů, které se při CS depozici různých materiálů a jejich kombinací vyskytují. Základním principem metody je urychlení částic prášku nad kritickou rychlost, která je závislá na morfologii prášku a jeho fyzikálních a mechanických vlastnostech. Schopnost urychlit prášek dále závisí na fyzikálních vlastnostech samotného pracovního plynu. Plyn (dusík, helium) je ohříván až na 1200 °C v komoře, ze které proudí do de Lavalovy dýzy, před kterou je pomocí přetlaku do proudu plynu přiveden prášek. Geometrie, materiál a délka trysky jsou dalšími parametry, ovlivňující rychlost částic prášku, které ještě neopustily trysku, tj. nedopadly na substrát, kde následně tvoří nástřik. Vzdálenost trysky a substrátu je sekundární parametr, jehož vliv stále není plně objasněn. Kvalitu rozhraní a samotného nástřiku určují zvolená kombinace materiálu prášku a substrátu spolu s depozičními parametry, jako jsou trajektorie depozice, předehřev substrátu nebo morfologie jeho povrchu před samotnou depozicí [2, 8–13].

Při depozici slitin typu Inconel, v této práci konkrétně Inconel 713LC (IN713LC), dochází často k potížím způsobeným především nedostatečným urychlením částic prášku pomocí dusíku coby pracovního plynu. Moderní CS zařízení pracující na hranici svých technických možností (50 bar, 1100 °C) pro získání kvalitního IN713LC nástřiku narážejí na potíže, které jsou s tímto materiálem a vysokou teplotou spojené. První z nich je ucpávání trysky, ke kterému může docházet i navzdory vodnímu chlazení. Tento jev způsobuje nucené zastavení procesu depozice nebo v krajním případě znehodnocení trysky. Výsledná nízká depoziční efektivita má za následek omezenou schopnost vytvářet depozit v podobě objemných nástřiků. V důsledku toho existuje nízký počet studií publikovaných v literatuře, které se zabývají mechanickým a obzvláště únavovým testováním takto připravených materiálů. Přitom základní mechanické, ale i únavové zkoušky jsou cestami jak materiály a součásti s nanesenými vrstvami hodnotit z hlediska jejich potenciálního využití v průmyslových aplikacích [14–19].

Tato práce se zabývá depozicí slitiny IN713LC pomocí technologie CS, optimalizací depozičních parametrů a komplexním hodnocením mikrostrukturních a mechanických charakteristik takto připravených nástřiků. Cílem bylo validovat tuto technologii a studované systémy nástřiku a substrátu pro možnou implementaci v průmyslu.

2 SOUČASNÝ STAV POZNÁNÍ

2.1 Cold spray technologie

2.1.1 Vlastnosti, přednosti a nedostatky CS

Technologie Cold Spray (CS), neboli studená kinetická depozice, patří do rodiny žárových nástřiků, a to zejména z důvodu schopnosti tvorby nástřiku na zvoleném substrátu. Technologie žárového nanášení potřebují pro úspěšnou depozici materiálu jak energii kinetickou, stejně jako CS, tak i energii tepelnou. Tepelná energie dodaná hořením paliva (např. petrolej, etylen, kyslík) umožňuje deponovat širokou škálu materiálů, například i keramiku, což je pomocí technologie CS velice obtížné. Teplota pracovního plynu při High Velocity Oxygen Fuel (HVOF) procesu dosahuje až 3300 °C [12, 20]. Z toho vyplývá, že kovové i keramické částice prášku, coby vstupního materiálu, mění alespoň na povrchu své skupenství z pevného na kapalné. Roztavené částice dopadají na substrát nebo již vytvořený nástřik, kde díky rapidnímu odvodu tepla velice rychle tuhnou, což vede k několika základním nevýhodám, které ve srovnání s CS hrají v neprospěch ostatních žárových nástřiků [4, 12].

Roztavení částic prášku během depozice způsobuje vypařování jednotlivých prvků, oduhličení, oxidaci nebo změnu chemického složení v závislosti na zvoleném materiálu. Během rapidního ochlazování dochází ke změně fázového složení, kdy vznikají nerovnovážné fáze s často nežádoucími vlastnostmi. Dále se vytvářejí primárně tahová napětí v nástřiku, a to v důsledku odlišných tepelných vlastností substrátu a nástřiku jako jsou koeficient teplotní roztažnosti a tepelná vodivost. Tahová napětí zhoršují zejména únavové vlastnosti nástřiku a mohou v krajním případě způsobit i jeho delaminaci [4, 12, 20, 21].

Technologie CS tepelnou energii k úspěšné depozici v porovnání s ostatními technologiemi z rodiny žárových nástřiků nepotřebuje. Nejdůležitějším aspektem je totiž energie kinetická, nikoliv tepelná a částice prášku tak v průběhu depozice setrvávají pouze v pevném stavu („solid state“). Proud procesního plynu při CS depozici dosahuje sice teplot až 1200 °C, ale částice prášku v něm setrvávají příliš krátkou dobu na to, aby došlo k jejich natavení, natož roztavení. Díky tomu je možné zpracovávat materiály, které jsou citlivé na výšku teploty (např. nanostrukturní, amorfni), snadno oxidující (Al, Cu, Ti) nebo je chceme nanést na podobně choulostivý substrát. Vzhledem k povaze CS technologie je výsledný nástřik z hlediska fázového složení totožný s fázovým složením prášku, což bylo již v literatuře i během vlastního výzkumu potvrzeno [17, 22–24]. Struktura nástřiků je homogenní, téměř bez vad a pórů a výsledné mechanické vlastnosti ve stavu as-sprayed (po depozici) jsou považovány za anizotropní. Navíc, vrstvy připravené touto technologií obsahují tlaková napětí, která vedou ke zvýšení únavové životnosti [4, 12, 20].

Velmi důležitým faktorem, který zajišťuje úspěšnost depozice jednotlivých částic je jejich rychlost. Její nadkritická hodnota je zajištěna použitím de Lavalovy, konvergentně/divergentní dýzy, v níž je pracovní plyn unášející částice prášku urychlován na nadzvukovou rychlost. Pro vysvětlení funkce de Lavalovy dýzy je možné říci, že převádí tepelnou energii ohřátého pracovního plynu v konvergentní části, na kinetickou energii

jak plynu, tak částic v části divergentní, ve které je teplota pracovního plynu nižší. Částice prášku kinetickou energii, a tudíž rychlost přebírají a po opuštění trysky dopadají na zvolený substrát, kde se plasticky deformují, a pojí se jednak se substrátem, ale následně také mezi sebou [25]. Plastická deformace částic prášku při dopadu na substrát je tedy nedílnou a klíčovou součástí tvorby nástřiku. Částice prášku dosahují rychlostí až 1400 m/s, což převyšuje ostatní technologie z rodiny žárových nástřiků. Díky absenci oxidace během depozice disponují CS vrstvy vysokou adhezní pevností rozhraní substrát/nástřik a také kohezní pevností (v rámci nástřiku). Další výhodou ve srovnání s ostatními metodami žárového stříkání je možnost depozice teoreticky neomezené tloušťky vrstvy, což má za následek rostoucí popularitu této technologie v oblasti aditivní výroby. Při použití optimálních depozičních parametrů je možné dosahovat u široké škály materiálů (Cu, Ni, Pt atd.) depoziční efektivity přesahující 99 %, přičemž i rychlost depozice například Cu, Ni nebo NiCr činí více než 10 kg/h [1, 3]. Vysoké depoziční efektivity a rychlosti depozice je také možno dosáhnout u Ti a jeho slitin. Příkladem takového procesu může být výroba ventilu z titanu, který byl deponován na hliníkový substrát, který byl následně odleptán. Depozice trvala 4,5 hodiny a během ní bylo deponováno 27 kg titanu, z čehož bylo 5–10 % následně obrobena pro získání finálního tvaru se stanovenou přesností. Princip aditivní výroby dokáže ve srovnání s konvenčními metodami výrobu součástí, jak urychlit, tak zefektivnit z pohledu spotřebované energie i materiálu [26].

Technologie z rodiny žárových nástřiků dokážou snadno a efektivně vytvářet nástřiky z keramiky. Často se jedná o materiály na bázi WC, Cr₃C₂, Yttrium Stabilized Zirconia (YSZ) nebo Zirconia Toughened Alumina (ZTA), které je možné deponovat po roztavení v proudu plynu pomocí dodané tepelné energie. Mezi nevýhody technologie CS však patří právě omezená možnost deponovat keramické materiály z důvodu jejich inherentní neschopnosti plasticky se deformovat při nárazu na substrát. Jednou z možností, jak keramické částice deponovat, je vytvořit kompozitní prášek, ve kterém budou obsaženy jak částice keramiky, tak částice kovu, které plní roli plasticky deformovatelné matrice. Jednou z aplikací jsou kompozitní brzdové kotouče na bázi titanu určené pro brzdové systémy automobilů splňující normu EURO 7 [21, 27, 28].

Teplota pracovního plynu se při depozici pohybuje v rozmezí 400 až 1200 °C a tlak v rozmezí 20 až 50 barů, na základě čehož je nutné vybírat i vhodný substrát. Ten musí mít dostatečnou tepelnou i mechanickou odolnost, a proto se obvykle jako substrát nepoužívají polymery nebo keramické pěny. Vhodným substrátem jsou zpravidla kovové slitiny s minimální tloušťkou 1 mm anebo keramiky [4, 8, 29].

V rámci potenciální implementace v průmyslu a konkurenceschopnosti ve srovnání s konvenčními metodami výroby, je technologie CS šetrnější k životnímu prostředí, a to zvláště z důvodu spotřeby pouze dusíku nebo helia a elektrické energie bez emise jakýchkoliv spalín. Díky vysoké depoziční efektivitě je výroba velice rychlá a relativně přesná, což přináší jisté konkurenční výhody ve srovnání například s technologiemi z rodiny PBF („Powder Bed Fusion“). Největší oblibě se těší kombinace technologie CS s obráběním ve formě tzv. hybridní výroby [30]. Rychlost depozice a přesnost obrábění jako výhody obou metod společně vytváří efektivní nástroj pro výrobu součástí z několika materiálů s vynikajícími mechanickými vlastnostmi, rychlejší výrobou nebo pouze opravou, a hlavně redukcí materiálového odpadu.

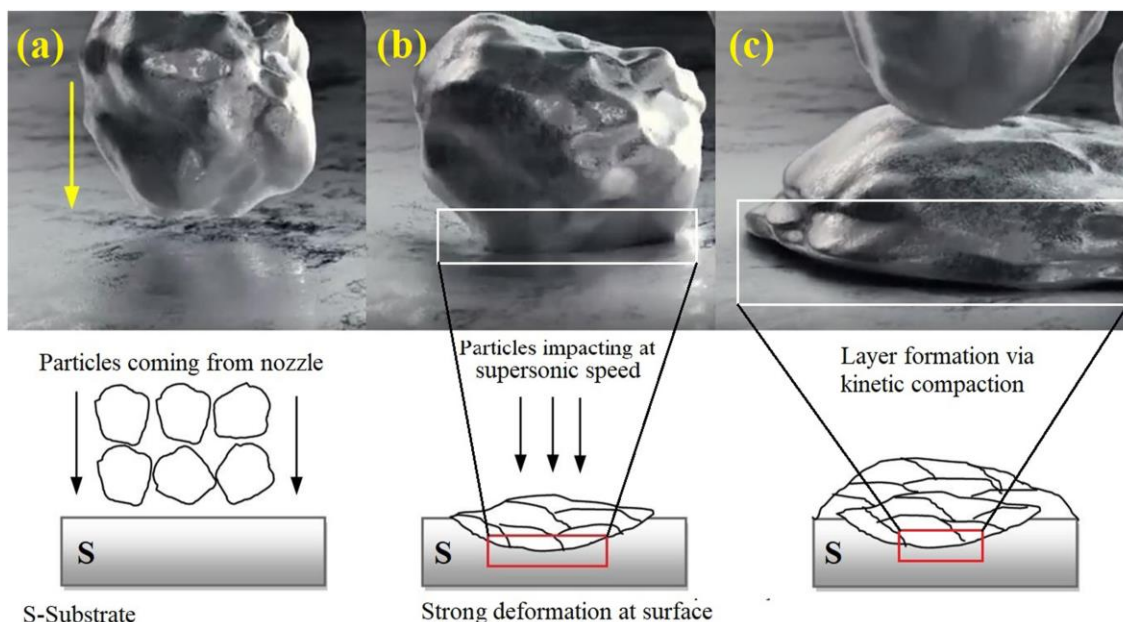
Již nyní je této možnosti využíváno napříč průmyslovými odvětvími. Firma Impact Innovations vyvinula linku pro výrobu korozivzdorného nádobí vhodného pro indukci, zatímco americká armáda ve spolupráci s vývojáři z VRC a Titomic využívají hybridní výrobu pro balistickou ochranu a výzbroj armádních obrněných vozidel [8, 31–33]. Spolupráce výrobců a vývojářů technologie CS s armádami (USA, Velká Británie) vede k revoluci v taktice boje. Již nyní existují CS konfigurace schopné převozu, které je možné použít na bojišti v rámci rychlé výroby strategicky důležité součásti pro potřeby dojetí na základnu. Generální nebo rozsáhlejší opravy budou dále prováděny na základnách, kde jsou již nyní instalovány kontejnery obsahující CS zařízení s veškerým příslušenstvím [34–36].

2.2 Princip depozice

Metodu nebo technologii CS je také možné označit jako nadzvukovou depozici v pevné fázi, což jak bylo uvedeno v předcházející kapitole je jedním z důvodů její rostoucí popularity. Hlavními výhodami CS jsou rychlost depozice, přesnost, udržitelnost, nízká zátěž pro životní prostředí a možnost opravovat degradované, a také vytvářet nové volně stojící součásti („free standing parts“) [1].

2.2.1 Kritická rychlost

G. Prashar a H. Vasudev [1] popisují tvorbu nástřiku jako následek dopadu urychlených částic v tuhém stavu na substrát (**obr. 1a**), kde je kinetická energie částic transformována na plastickou deformaci částice a jejího okolí (**obr. 1b**). Díky plastické deformaci a tepelné energii, která po dopadu vzniká, dochází k tvorbě vazby mezi částicí a substrátem a také dalšími částicemi (**obr. 1c**). Částice, které byly úspěšně deponovány, se nazývají splaty [1].



Obr. 1: Schéma principu tvorby nástřiku [1].

Rychlost částic prášku před dopadem je jedním z nejdůležitějších faktorů úspěšné depozice. Obecně je přijímán fakt, že existuje unikátní kritická rychlost (v_c) pro stanovenou sadu parametrů (materiál, velikost, tvar a teplota částic atd.), nad kterou dochází k plastické deformaci částic a následné depozici [37–40]. Výzkumný tým z Helmut Schmidt University

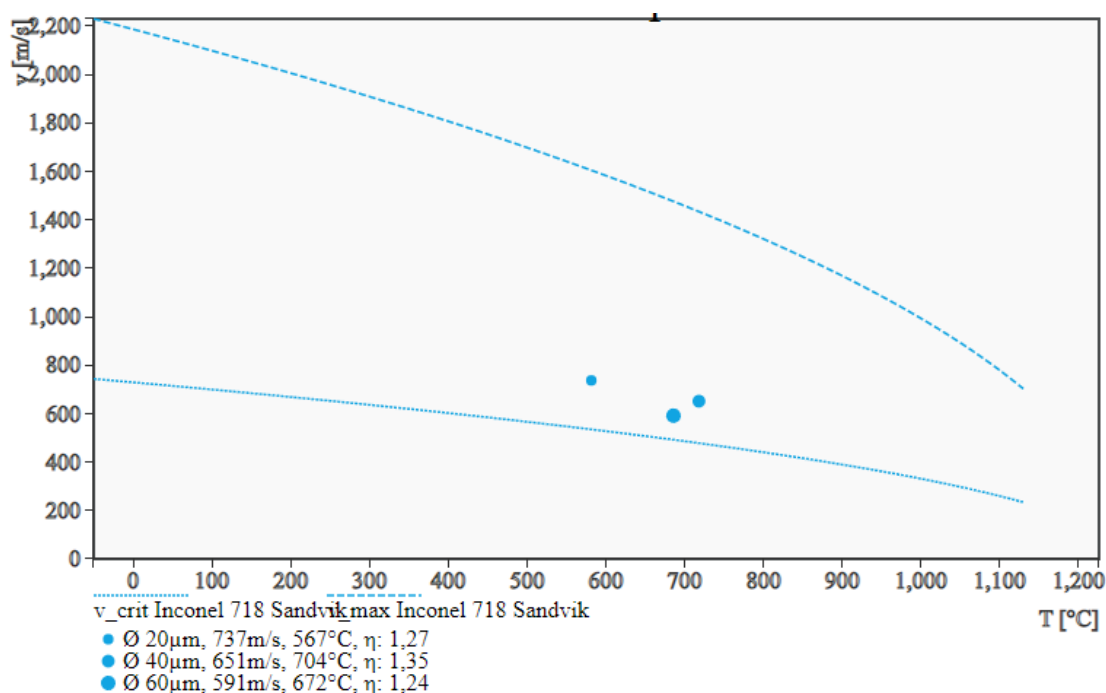
(Hamburg, Německo) v roce 2009 předložil rovnici (**rov. 1**), která umožňuje výpočet kritické rychlosti (v_c), které by částice měly v závislosti na materiálu, velikosti a teplotě dosáhnout [2, 41].

$$v_c = 0,64 \times \sqrt{\left[\frac{16 \times \sigma_{TS}}{\rho_p \times (T_m - 293)} + c_p \right] \times (T_m - T_{pi})} \quad [\text{m/s}], \quad (1)$$

kde c_p je měrná tepelná kapacita částic v $[\text{J} \times \text{kg}^{-1} \times \text{K}^{-1}]$, T_m je teplota tavení v $[\text{K}]$, ρ_p je hustota materiálu částic v $[\text{kg} \times \text{m}^{-3}]$, σ_{TS} je pevnost v tahu materiálu částic v $[\text{MPa}]$ a T_{pi} je teplota částic při dopadu v $[\text{K}]$ [2].

2.2.1 Simulace kritické rychlosti

Rychlost, s jakou by měly částice dopadat na substrát, je omezena zdola rychlostí kritickou (v_c), ale také shora, a to rychlostí erozní (v_{er}). Pokud částice nedosahují rychlosti kritické, dochází na substrátu k lehké erozi a žádné depozici částic, pokud však částice dosahují rychlostí vyšších než rychlost erozní, dochází na substrátu k velice silné erozi vedoucí k jeho destrukci. Mezi těmito dvěma rychlostmi, které jsou teplotně závislé, existuje pro každý materiál tzv. depoziční okno. Příklad depozičního okna můžeme vidět na **obr. 2**, které bylo pomocí softwaru KSS (Kinetic Spray Solution) vytvořeno pro Inconel 718 [40, 41].



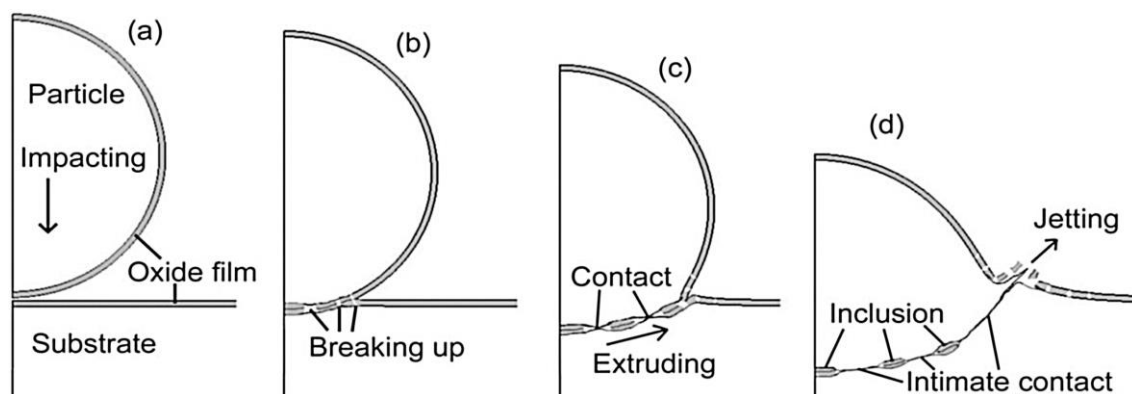
Obr. 2: Depoziční okno pro Inconel 718 [40, 41].

V proudu pracovního plynu dosahují různě tvarované částice s odlišnými průměry různých stupňů ohřevu a rychlostí, jak je možné pozorovat na **obr. 2**. V tomto případě se jednalo o sférické částice s různou velikostí, což rezultovalo v odlišné skutečné rychlosti, jmenovitě 737; 651 a 591 m/s pro částice s průměry 20; 40 a 60 μm . S rostoucí skutečnou teplotou jednotlivých částic klesá jejich kritická rychlost nutná pro depozici (v_c , dolní křivka), a tím také roste parametr η (éta), který se vypočítá jako poměr skutečné rychlosti částic a rychlosti kritické. Parametr η je ukazatelem kvality nástřiku a pro úspěšnou depozici musí být vždy větší

než 1 [40, 41].

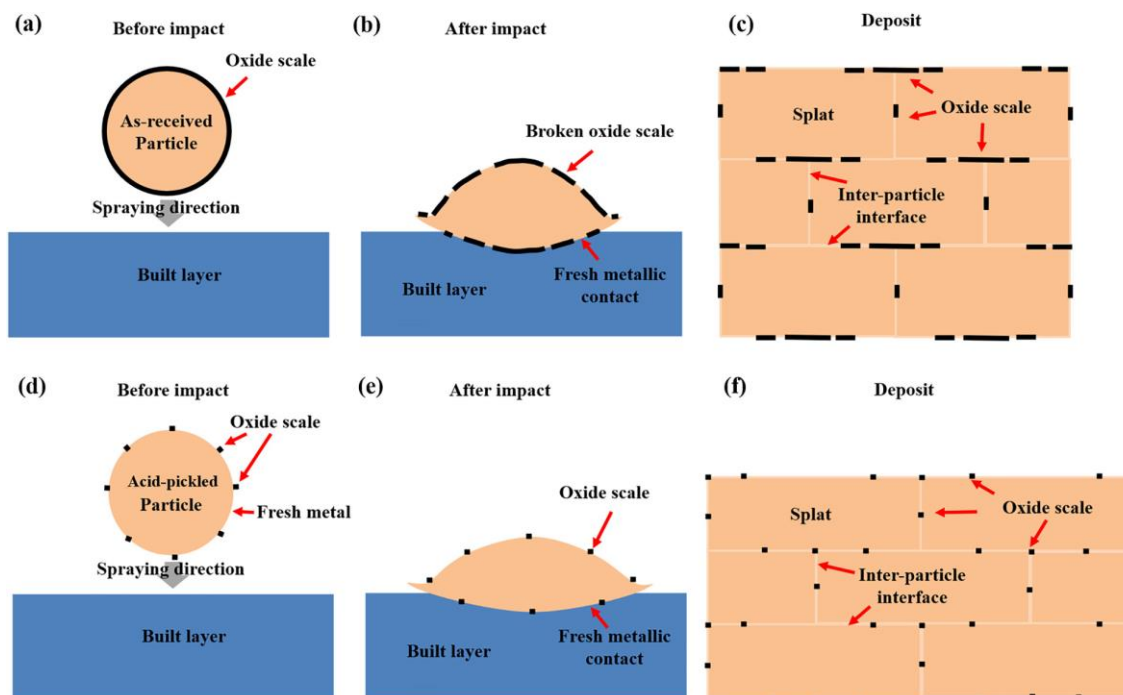
2.2.2 Vliv vrstvy oxidů na mechanismus spojování

Důležité je podotknout, že rovnice 1 nebere v potaz vliv substrátu (tvrdosti, morfologie, tvaru, výskytu oxidů) a ani vliv samotné morfologie částic [42]. Nezanedbatelný vliv na úspěšnost depozice má výskyt vrstvy oxidů na částicích a samotném substrátu, což výpočetně dokázali a ověřili Yin et al.[37] v roce 2012 za použití mědi a AA6061-T6 jako vstupních prášků, které byly deponovány na substrát z korozivzdorné oceli (SS, tvrdý) nebo mědi (Cu, měkký). Bylo prokázáno, že v obou případech, ať už při depozici na měkký či tvrdý substrát, dochází při rychlosti částic vyšší než 300 m/s ke kompletnímu rozbití vrstvy oxidů. Tento fakt je důležitý pro úspěšnost depozice, stále je však nutné, aby částice vykazovaly rychlost vyšší než v_c , což v tomto případě nebylo splněno. Důkazem toho byla přítomnost úlomků vrstvy oxidů na rozhraních substrátů (SS, Cu) a splatů, které zde vlivem nízké dopadové rychlosti zůstaly. V případě SS substrátu, který díky své vyšší tvrdosti způsobil, že větší část kinetické energie byla přeměněna na plastickou deformaci dopadajících částic AA6061, bylo nalezeno menší množství oxidů na rozhraní substrát/splat než v případě substrátu z Cu. Tento fakt je přisuzován tomu, že částice prášku prošly výraznější plastickou deformací, která způsobila společně s lokálním ohřevem materiálu urychlení a tok materiálu na rozhraní, jenž pomáhá formou výronu („jetting“) vyčistit vytvářené rozhraní od oxidů (**obr. 3**) [37, 43]. V tomto případě, kdy dochází k intimnímu kontaktu materiálu prášku a substrátu, se jedná o metalurgické spojování („*metallurgical bonding*“) neboli mikrosvařování („*microwelding*“) [44, 45]. Obdobně při svařování výbuchem, tedy také s využitím vysoké kinetické energie, je tvorba výronu často považována za jedno z kritérií pro tvorbu vazby mezi materiály [46].



Obr. 3: Schéma destrukce vrstvy oxidů a tvorba výronu [43].

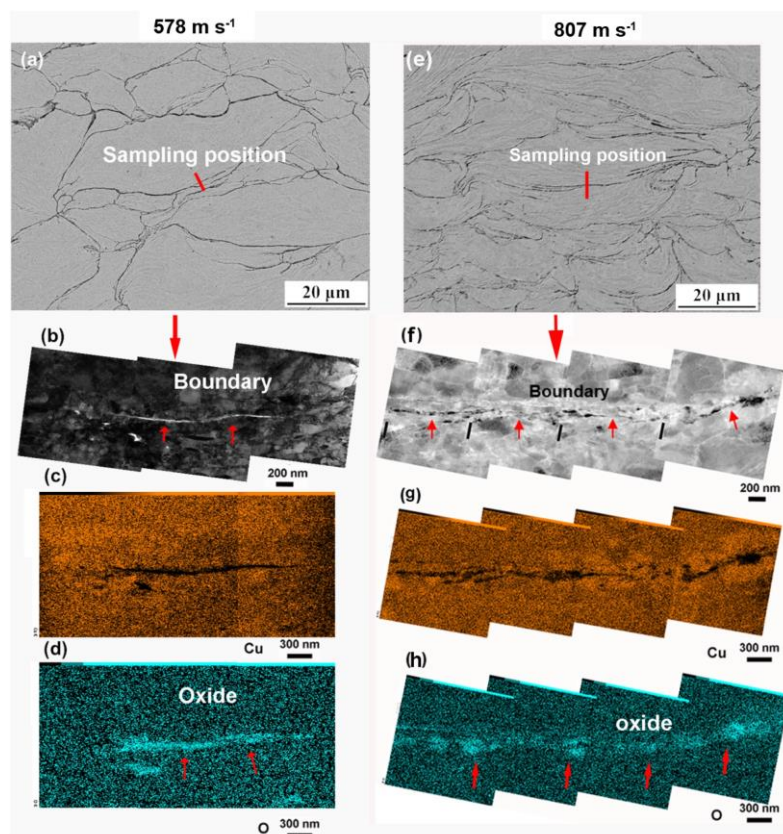
V závislosti na tloušťce oxidické vrstvy se mění nejen kritická rychlost pro úspěšnou depozici, ale také výsledná kvalita nástřiku z hlediska adhezní a kohezní pevnosti, tepelné a elektrické vodivosti nebo Youngova modulu pružnosti. Efektivního snížení negativního vlivu oxidů je možné dosáhnout například leptáním částic. Tento přístup, podobně jako zvýšení depozičních parametrů vede ke zvýšení kvality nástřiku, a to zejména díky změně distribuce a morfologie oxidů v nástřiku (**obr. 4**) [47].



Obr.4: Vliv tloušťky oxidické vrstvy a množství oxidů na povrchu částic na jejich rozdělení v mikrostruktuře nástřiku [47].

Z praktického hlediska pravděpodobně nebude nikdy možné dosáhnout nástřiku bez oxidů. Povrch částic prášku je na tvorbu nové oxidické vrstvy velice náchylný, a to instantně po jejím odleptání. Možností, jak snížit negativní účinky oxidů v nástřiku je například použití vyšších depozičních parametrů, obzvláště teploty. Zvyšování teploty, na rozdíl od zvyšování tlaku, využívá synergického efektu zvyšování rychlosti plynu, a tudíž také částic. Spolu s větším ohřevem částic vedou k vyšší plastické deformaci částic, lepšímu efektu čištění rozhraní od oxidů, vyšší depoziční efektivně a celkově vyšší kvalitě nástřiku a rozhraní. Helium se jako pracovní plyn používá pro zvýšení zejména rychlosti částic při depozici, a to již při nižších hodnotách teploty a tlaku než v případě dusíku. Pokud však srovnáme helium a dusík, kdyby byly částice urychleny na stejnou rychlost, právě vyšší teplota dusíku a jeho schopnost lépe předávat teplo částicím zaručí i vyšší depoziční efektivitu [47, 48].

Efektivní metodou, jak odhalit přítomnost a studovat morfologii oxidů v nástřiku, je skenovací transmisní elektronová mikroskopie (STEM), díky které je možné získat mapy rozložení chemického složení, v tomto případě mapy z lamel určených pro transmisní elektronovou mikroskopii připravených pomocí iontového odprašování a leštění („*Focused Ion Beam*“, FIB). Díky této metodice jsme schopni sledovat změnu množství a morfologie oxidů v oblastech mezi splaty, například v závislosti na použitém pracovním plynu, depozičních parametrech, a tudíž výsledné rychlosti částic (**obr. 5**) [47–49].



Obr. 5: Morfologie nástriku a oxidů v oblastech mezi splaty v závislosti na rychlosti částic Cu při depozici (SEM, STEM) [49].

Li et. al ve své práci [49] dále hodnotili změnu distribuce a morfologie oxidů pomocí měření elektrické a tepelné vodivosti. Výsledky také korelovaly s depoziční efektivitou, pevností v tahu a Youngovým modul pružnosti, což odhalilo následující skutečnosti. Dusík při teplotě 500 °C a tlaku 50 bar dokázal urychlit částice na 578 m/s, to vedlo k depoziční efektivitě 58 %. Nástriek dosahoval Youngova modulu pružnosti o hodnotě 50,1 GPa a meze pevnosti v tahu pouhých 25,8 MPa, přičemž elektrická vodivost dosahovala hodnoty 48 % IACS (International Annealed Copper Standard) a tepelná vodivost hodnoty 204 W/m×K. Zvýšení teploty a tlaku pracovního plynu na 800 °C a 50 barů rezultovalo v homogennější disperzi oxidů (**obr. 5**) a snížení jejich negativních dopadů na DE a kvalitu nástriku. Rychlost částic při depozici dosahovala 804 m/s a DE 95 %. Pevnost v tahu vzrostla téměř šestinásobně na 148,5 MPa a Youngův modul pružnosti na 90,4 GPa. I elektrická a tepelná vodivost zaznamenaly nárůst a to na 78 % IACS a 295 W/m×K. Z hlediska mechanismů porušení při tahové zkoušce vykazovaly vzorky deponované nízkými parametry pouze dekohezi po hranicích splatů bez jakýchkoliv známek plastické deformace. Lomové plochy nástriků deponovaných za použití vyšších parametrů již vykazovaly v oblastech kvalitního metalurgického spojení jemnou jamkovou morfoloii charakteristickou pro nízkoenergetické tvárné porušení [49].

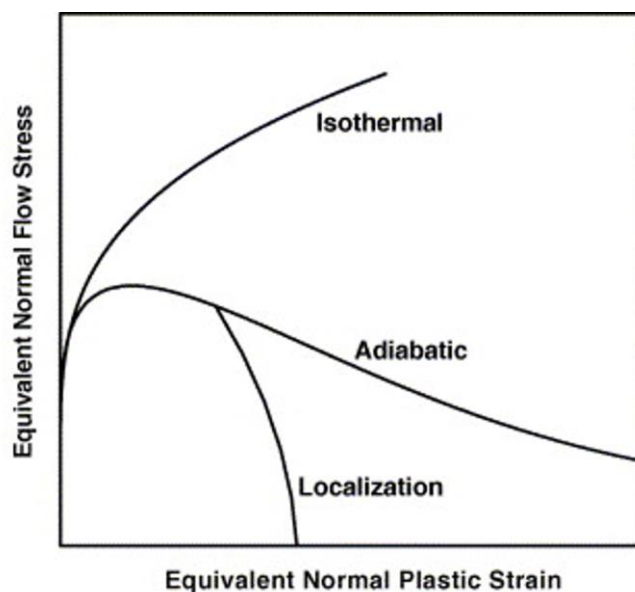
2.2.3 Interakce částice a substrátu

Adiabatická smyková nestabilita

Prvním, kdo studoval a detailně popsal adiabatickou smykovou nestabilitu („*adiabatic shear instability*“, ASI) a tvorbu adiabatických smykových pásů, byl T. Wright v roce 1994 [50]. Popsané závěry a informace posloužily před téměř dvaceti lety k předložení postulátu o adiabatické smykové nestabilitě jako o příčině vazby při dopadu částic na substrát [38, 39]. Postulát byl formulován na základě simulací provedených za použití metody konečných prvků (MKP). Následně získal velkou podporu vědecké obce a byl dále podporován i množstvím dalších simulací [10, 40, 51, 52]. Z experimentálního hlediska však tento postulát nebyl definitivně potvrzen. Adiabatické smykové pásy, jakožto důsledek adiabatické smykové nestability, by tudíž měly být pozorovatelné na každé CS deponované částici („*splatu*“). Část vědecké obce se proto snaží na základě simulací a experimentů blíže popsat, co se během dopadu a deformace částice děje a potvrdit, případně vyvrátit, zda je adiabatická smyková nestabilita opravdu nutná pro tvorbu vazby [53–55]. Prozatím je experimentálně potvrzeno následující:

- i) nadkritická rychlost je nutná pro vznik a působení adiabatické smykové nestability spojené s velkými deformacemi na rozhraní,
- ii) tvorba výronu není podmíněna přítomností a působením adiabatické smykové nestability,
- iii) adiabatická smyková nestabilita nastává v okamžiku dopadu částice a hraje roli při tvorbě vazby,
- iv) adiabatická smyková nestabilita není univerzálním mechanismem pro tvorbu vazby [38, 39, 53–55].

Při izotermických podmínkách dochází při deformaci ke zpevňování, a tudíž je pro vznik další deformace potřebné působit vyšším napětím (**obr. 6**). Při adiabatických podmínkách dochází díky teplu disipovanému v průběhu samotné deformace k odpevnění materiálu, a proto napětí nutné pro další deformaci klesá. V reálných materiálech však díky fluktuacím napětí, deformace a teploty dochází k tomu, že deformace a ohřev jsou lokalizovány pouze do malého objemu (tzv. adiabatických smykových pásů), což umožňuje, aby napětí nutné pro plastickou deformaci kleslo na nulu (**obr. 6**) [39].



Obr. 6: Schéma vývoje napětí nutného pro deformaci v závislosti na externích podmínkách, dle [39].

Interakce prášku se substrátem

Tvorba nástřiku začíná okamžikem, kdy částice prášku s nadkritickou rychlostí dopadá na substrát. Kinetická energie je z části předána povrchu substrátu, dochází ke tření, elastické deformaci, tvorbě a působení napěťových polí, a také k plastické deformaci jak částice, tak substrátu. Délka rozhraní obou povrchů se v průběhu deformace zvyšuje a dochází tak k narušení původně kontinuální vrstvy oxidů na obou površích (**obr. 3, 4**) [20, 38–40, 52].

S plastickou deformací je nedílně spojen ohřev deformovaného objemu a jeho blízkého okolí. Vlivem plastické deformace dochází v částici ke zvyšování hustoty dislokací, deformačnímu zpevňování a nárůstu napětí nutného pro další deformaci. Následně tepelná energie začne ovlivňovat materiál částice v úzkém pásu blízko rozhraní tak, že teplotně aktivované mechanismy odpevnění převáží vliv deformačního zpevnění a napětí nutné pro další deformaci klesne na nulu (kritérium pro ASI). Plastická deformace lokalizovaná do adiabatických smykových pásů bude dále velice snadno probíhat a bude urychlovat materiál na rozhraní částice a substrátu nebo na rozhraní splat/částice ve formě výronu, a to spolu s částmi oxidické vrstvy [20, 38–40].

Tvorba výronu pomáhá vyčistit nově vznikající rozhraní od oxidů a zajišťuje tak vyšší podíl obnažené plochy obou materiálů. Taková plocha je považována za aktivní a právě zde v průběhu výše zmíněného procesu dochází k tvorbě metalurgické vazby (mikrosvařování) viz **obr. 3** [20].

2.3 Mechanismy spojování, jejich uplatnění a výskyt

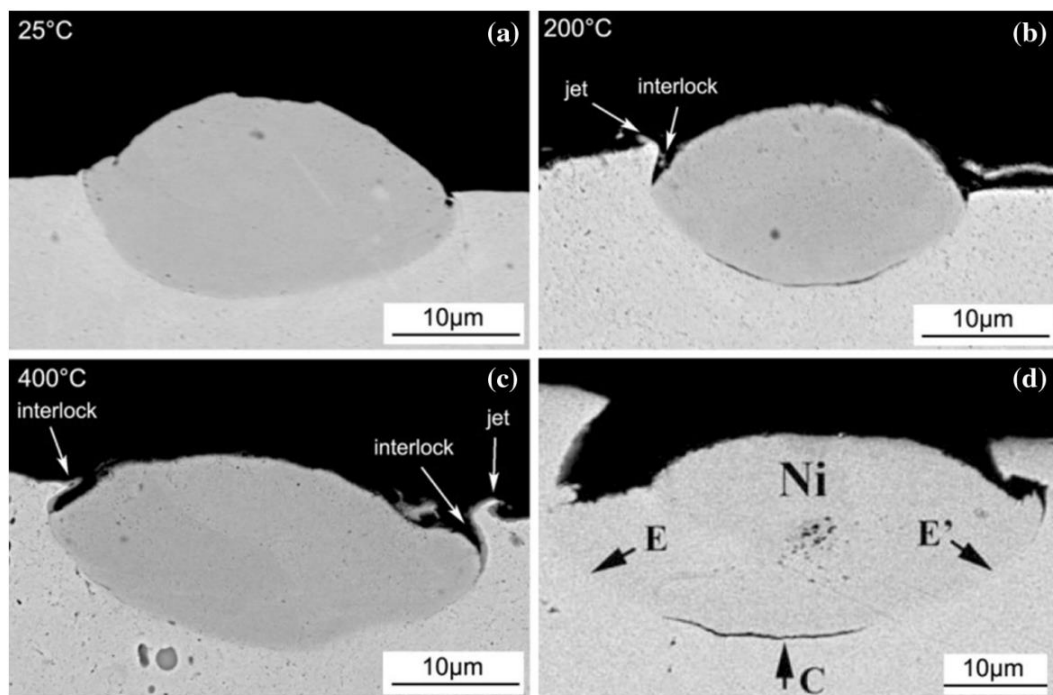
2.3.1 Metalurgické spojení

V předchozích kapitolách již byly nastíněny vazebné mechanismy a probírány podmínky tvorby vazeb a procesy, které na ně mají vliv. Nyní budou vazebné mechanismy popisovány podrobně a aktuálně s ohledem na literaturu a různé kombinace materiálů zpracovaných pomocí technologie CS. Hlavním mechanismem vazby částic k substrátu (adheze) a částic mezi sebou (koheze) je považováno metalurgické spojení, nazývané také jako mikrosvařování, které se uplatňuje bez výhrad ve všech případech a kombinacích materiálů deponovaných pomocí technologie CS. Mikrosvařování je obecně považováno za chemickou vazbu mezi atomy různých materiálů. Jeho vliv je výraznější v případech, kdy je substrát leštěný nebo broušený právě ve srovnání se substrátem tryskaným, kdy s vyšší drsností substrátu nabývá na významnosti mechanické zakotvení [1, 6, 7, 37–41, 44, 45, 51–58].

2.3.2 Mechanické zakotvení

V návaznosti na metalurgické spojení, coby primárního mechanismu se však mohou v určitých případech a specifických kombinacích materiálů prášku a substrátu vyskytovat i další minoritní mechanismy, které dále zvyšují adhezní pevnost rozhraní, popřípadě kohezní pevnost nástríku. Prvním z těchto pomocných mechanismů je mechanické zakotvení („*mechanical interlocking*“), které se často uplatňuje ve spojitosti s ostatními technologiemi žárového nanášení, a to zejména při depozici nástríků na bázi keramiky [20, 21]. Při použití ostatních procesů, jejichž depozice probíhá v tekutém stavu, je adhezní pevnost rozhraní a kohezní pevnost nástríku tvořena synergií několika mechanismů, a to jak mechanických, tak fyzikálních, chemických a také metalurgických. Pro vysokou adhezi je mechanické zakotvení stěžejní. Povrch substrátu by měl mít určitou drsnost povrchu, a proto se před depozicí substráty často tryskají (pískují). Díky tomu získá substrát větší plochu, na které může docházet ke spojení a vznikají tak i údolí, do kterých mohou roztavené částice prášku penetrovat, ztuhnout a vytvořit tak se substrátem mechanickou kotvu [21, 45, 59].

Princip tvorby mechanické kotvy je stejný i pro technologii CS, pouze s tím rozdílem, že v tomto případě nedochází k tavení částic a k tvorbě mechanické kotvy musí dojít penetrací pevných částic do podpovrchových vrstev substrátu nebo do již deponované vrstvy nástríku (**obr. 7**) [57]. Proto se tento mechanismus uplatňuje zejména v případech, kdy jsou částice prášku tvrdší než substrát (Ni/Cu, Cu/Al) anebo je substrát před samotnou depozicí podroben přehřevu či modifikaci morfologie povrchu (zvýšení drsnosti). Přehřevem substrátu se zabývali například Yin et al. [44], a to při depozici částic Ni na Cu substrát. Na **obr. 7** můžeme pozorovat, že při depozici na Cu substrát za pokojové teploty nedochází k penetraci částic do podpovrchové vrstvy substrátu a také k tvorbě mechanické kotvy nebo výrazného výronu. K těmto jevům dochází až se zvyšující se teplotou, konkrétně na 200 °C a 400 °C (**obr. 7b,c,d**). Na **obr. 7b,d** můžeme dále pozorovat přítomnost nespojitosti na rozhraní substrát/splat, která na rozdíl od vzniklé kotvy bude adhezní pevnost rozhraní snižovat.

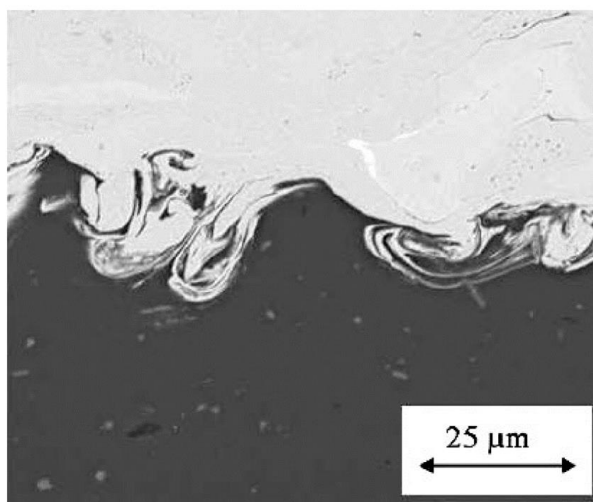


Obr. 7: Mikrostruktura splate Ni na Cu substrátu za rozdílných teplot substrátu (SEM):
a) 25 °C, b) 200 °C, c) 400 °C, d) 400 °C [44, 60].

Fukamoto et al. [61] publikovali zjištění, že předehřev substrátu napomáhá úspěšné depozici částic, a to především při tvorbě první vrstvy. Zvýšená teplota substrátu, na který dopadají částice, snižuje jejich kritickou rychlost a také podporuje čištění rozhraní substrát/částice od oxidů a umožňuje vyšší míru metalurgického spojení. Další studie zabývající se depozicí Cu/Cu, Cu/AA5083, Cu/Al₂O₃, Cu/Fe, Fe/Cu a Mg/Al experimentálně potvrzují zjištění, že předehřev substrátu dále pozitivně ovlivňuje tvorbu mechanického zakotvení, a tudíž zvyšuje adhezní pevnost rozhraní a také kvalitu samotného nástřiku [27, 62–64].

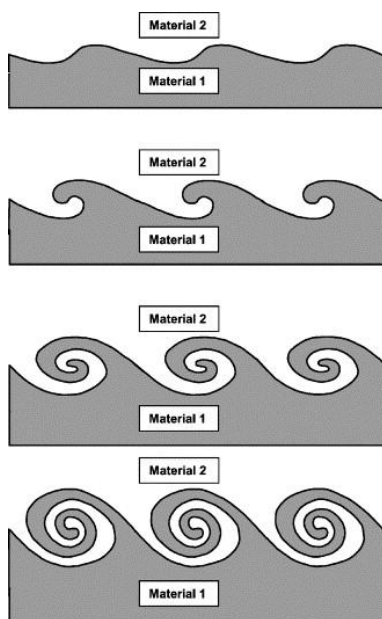
2.3.3 Prolínání materiálů na rozhraní

Druhým minoritním mechanismem, který se uplatňuje při depozici specifické kombinace materiálů pomocí technologie CS je mixování nebo prolínání materiálů na rozhraní („*interface mixing or intertwinning*“). Prvním, kdo tento mechanismus popsal, byl V. Champagne [65], a to na rozhraní materiálů Cu/Al. Masivní promíchání obou materiálů můžeme pozorovat na **obr. 8**.



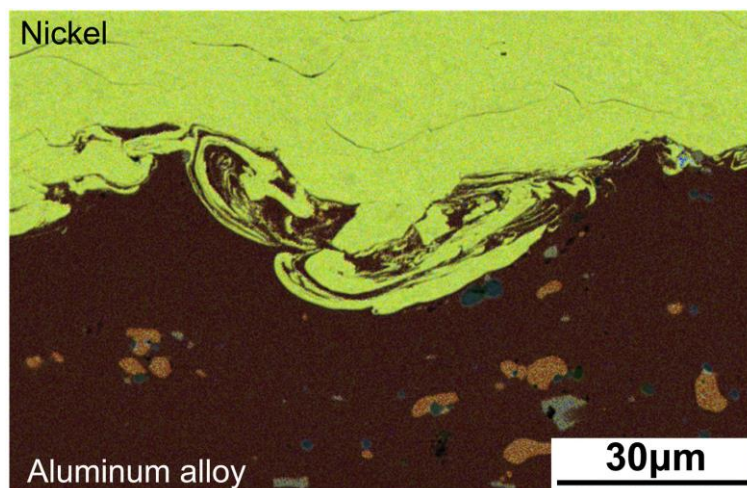
Obr. 8: Mechanismus prolínání materiálů na rozhraní Cu/Al (SEM) [65].

Vznik a působení tohoto mechanismu byly připisovány fenoménu Kelvin-Helmholtzovy nestability (**obr. 9**), kdy se dva viskózní materiály chovají téměř jako tekutiny. Oba se pohybují souběžně, ale s odlišnou rychlostí, a tudíž dochází k tvorbě vln a vírů, které rezultují ve formaci geometricky velice složitého rozhraní s vysokou adhezní pevností (**obr. 9**) [20, 45, 65, 66].



Obr. 9: Schéma vzniku vln a vírů na základě Kelvin-Helmholtzovy nestability na rozhraní dvou viskózních materiálů [66].

Y. Xie et al. [45] studovali v roce 2018 prolínání materiálů, ke kterému docházelo na rozhraní Ni/AA2024. Při depozici byla naměřena teplota v blízkosti rozhraní nepřesahující teplotu nutnou pro rekrytalizaci Ni. Z experimentálních výsledků je možné tedy usuzovat, že v tomto případě došlo k masivnímu prolínání materiálů na rozhraní pouze na základě plastické deformace za studena, bez jakéhokoliv náznaku viskózního toku. Vysoká smyková napětí působící na částice Ni způsobila protažení zrn v jednotlivých částicích ve směru namáhání, což odhalila EBSD (Electron Backscatter Diffraction) analýza. Docházelo také k dynamické rekrytalizaci a porušování jednotlivých částic, které bylo pro prolnutí materiálů na rozhraní nutné (**obr. 10**).



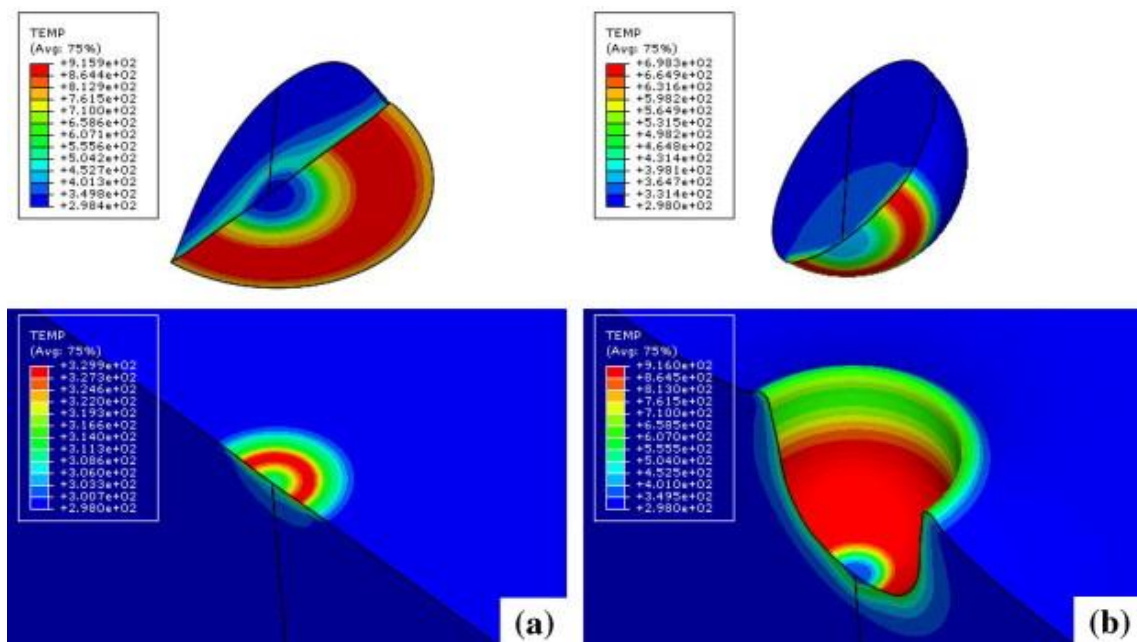
Obr. 10: Masivní prolínání materiálů na rozhraní Ni/Al po CS depozici [45].

2.3.4 Vliv tvrdosti vstupních materiálů na mechanismy spojování

Bae et al. [52] ve své práci studovali 22 materiálů, které byly vybrány na základě jejich fyzikálních a mechanických vlastností a rozdělili je dle tvrdosti do čtyř skupin (částice/substrát). Jmenovitě se jednalo o měkká/měkký, tvrdá/tvrký, měkká/tvrký a tvrdá/měkký. Na základě metody konečných prvků simulovali a experimentálně ověřovali chování částic při dopadu na substrát v těchto čtyřech systémech. Výpočty byly prováděny pro sférické částice o průměru 25 μm a takto získané hodnoty kritických rychlostí se téměř shodovaly s výsledky experimentů. Rozdíly mezi hodnotami vypočtenými a experimentálními je možné přisuzovat efektu velikosti částic, kdy vstupní prášek má určitou distribuci velikostí částic, ne pouze jednu hodnotu [40].

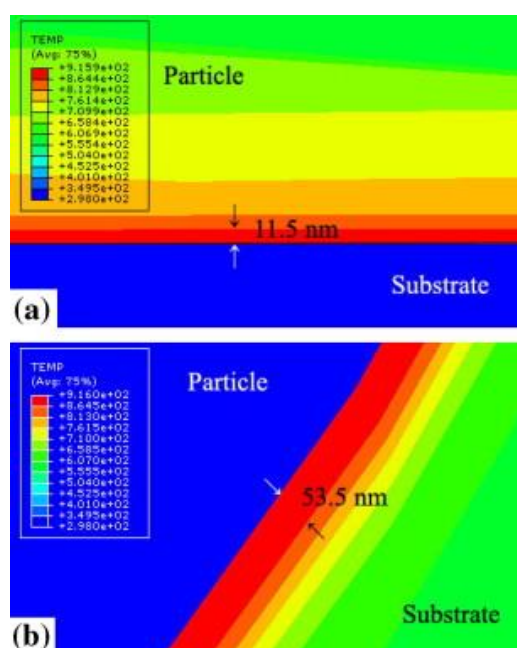
Rovnice 1 pro výpočet kritické rychlosti nebere v potaz substrát, na který má být částice deponována. Práce [52] nastiňuje tuto problematiku jako velice významnou a ukazuje tepelnou kapacitu a hustotu materiálu prášku jako velice důležité parametry pro možnost porovnání velikosti kritické rychlosti uvažovaného materiálu prášku, a tudíž volbu optimálních depozičních parametrů. Metodika je ukázána na příkladu Cu ve srovnání s Al a Ti. Měď je ideální modelový materiál pro CS a její kritická rychlost se při depozici na Cu substrát pohybuje kolem 550 m/s. Kritická rychlost pro depozici Al/Al je 775 m/s a pro Ti/Ti 865 m/s. Tento nárůst ve srovnání s Cu/Cu může být odůvodněn právě relativně nízkou hustotou a vyšší tepelnou kapacitou [38, 52].

V případě kombinací měkká/tvrký a tvrdá/měkký bylo pozorováno, že se kinetická energie transformuje zejména na plastickou deformaci měkkého materiálu, ať už substrátu nebo částice. Měkké částice Al nejsou schopny penetrovat povrch ocelového substrátu, zatímco částice Ti deformují Al substrát velice výrazně (**obr. 11**). Dále bylo pozorováno snížení kritické rychlosti, a to v systémech Al/ocel (365 m/s) a Ti/Al (665 m/s), což je úzce spojeno se změnou mechanických vlastností substrátu ve srovnání s depozicí Al/Al a Ti/Ti [52, 57, 67].



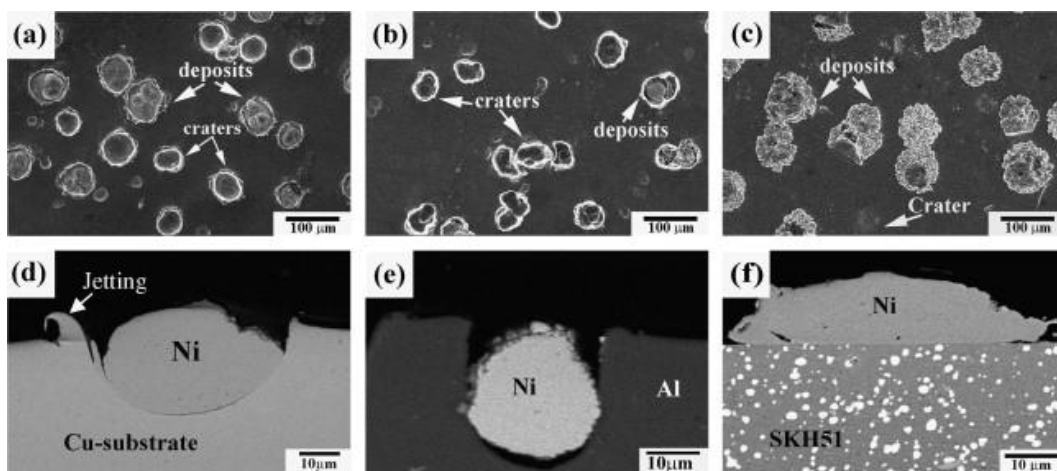
Obr. 11: Deformační a teplotní profily částice a substrátu po dopadu částice: a) Al/ocel (365 m/s), b) Ti/Al (655 m/s) [52].

V oblasti kontaktu částice a substrátu dochází k lokálnímu zvýšení teploty, které může v určitém případě vést i k tavení materiálu v blízkosti tohoto rozhraní. Alkhimov et al. [68] již výpočetně dokázali, že pro Al při dopadu na tvrdý substrát tato skutečnost nastává, přičemž je možné v souladu s literaturou pokládat tento fenomén za pozitivní, protože by měl podporovat vznik pevného metalurgického spojení [69]. Pokud dochází k depozici tvrdé částice na měkký substrát, je ohřev výraznější zejména co se týče tloušťky takto ovlivněné vrstvy. V případě kombinace Al/ocel se jednalo o 11,5 nm, ale v případě Ti/Al o 53,5 nm (obr. 12) [52].



Obr. 12: Výsledek simulace ukazující tloušťku roztavené vrstvy v případě: a) Al/ocel, b) Ti/Al [52].

V návaznosti na tloušťku roztavené vrstvy v blízkosti rozhraní částice/substrát, je také pro úspěšnou depozici důležité na jak velké kontaktní ploše se tato vrstva nachází. Dle Wu et al. [67] je pro vysokou adhezni pevnost splatů důležitý také čas, po který je kontakt roztavených ploch udržen. Pro stanovení míry vlivu jednotlivých aspektů provedli Bae et al. [52] simulaci, při které byly deponovány částice Ni ($\varnothing$ 35 μm) na substráty z Cu, hliníkové slitiny AA6061-T6 a rychlořezné oceli SKH51 (ekvivalent oceli ČSN 19830) a následně tuto simulaci experimentálně ověřili. Vzhledem k předchozí kategorizaci se v těchto případech jednalo o skupiny: Ni/Cu (měkká/měkký), Ni/AA6061 (tvrdá/měkký) a Ni/SKH51 (měkká/tvrdý). Výsledky experimentu založeného na analýze dopadu jedné částice („Single particle impact analysis“) reprezentuje **obr. 13**. Pro tuto analýzu byla při depozici nastavena vysoká rychlost pohybu trysky. Cílem experimentu totiž nebylo vytvořit kompaktní vrstvu nástřiku na substrátu, ale mít po depozici možnost pozorovat jednotlivé splaty a krátery.



Obr. 13: Fotografie povrchu substrátu (a-c), řezy jednotlivých splatů po dopadu (d-f), a,d) substrát Cu, b,e) substrát AA6061, c,f) substrát ocel SKH51 (SEM) [52].

Z **obr. 13** je zřejmé, že v případech substrátu Cu a SKH51 došlo k výrazné plastické deformaci dopadajících částic Ni (**obr. 13d-f**). Na **obr. 13a,c** je možné pozorovat převahu počtu splatů nad počtem kráterů, což koreluje s faktem, že poměr deponovaných částic („bond ratio“) byl v těchto případech 63 % pro Ni/Cu a 52 % při Ni/SKH51. V případě Ni/AA6061 byl tento poměr pouhých 33 %. Tak nízký poměr je možné spojit s faktem, že výrazná plastická deformace dopadajících částic je nutná pro jejich úspěšnou depozici. Poměr deponovaných částic byl vypočítán jako počet deponovaných částic podělený celkovým počtem částic, které dopadly (krátery plus splaty) [52].

Dle výsledků modelování pomocí MKP dosahovaly teploty tavení tenké vrstvy substrátu, a to v případě kombinací Ni/Cu a Ni/AA6061. V případě depozice Ni/SKH51 však docházelo k tavení tenké vrstvy částice Ni. Výše zmíněné poměry deponovaných částic byly ovlivněny zejména velikostí kontaktní plochy a dobou kontaktu ploch. Ve všech třech případech byla doba kontaktu téměř shodná a pohybovala se v rozmezí 80 až 85 ns. S rostoucí plochou kontaktu částic a substrátu však razantně rostl výše zmíněný poměr deponovaných částic. Z porovnání simulace a experimentu je možné vyvodit, že úspěšná depozice mezi odlišnými materiály částice a substrátu je závislá na: i) míře deformace jednotlivých materiálů, ii) teplotě jednotlivých materiálů na rozhraní po dopadu částice, iii) ploše kontaktu a iv) době kontaktu. Pokud je doba kontaktu částice a substrátu příliš krátká, nemusí dojít

ke splnění podmínek pro spojení a částice se tak odrazí [38, 52].

2.4 Pracovní plyny v CS

Pracovní plyny, které se v rámci CS technologie používají, vynikají několika specifickými vlastnostmi. Jsou charakteristické vysokou rychlostí zvuku (nízkou molekulovou hmotností), přičemž musí splňovat podmínku nehořlavosti, nesmí být explozivní nebo toxické, protože dochází k jejich ohřevu (až 1200 °C) a jsou vystavovány tlaku až 75 bar. Pracovní plyny, které nezpůsobují oxidaci prášku, jsou ve většině případů upřednostňovány před plyny jako je vzduch nebo přehřátá pára. Z těchto důvodů jsou nejčastěji používány dusík (N₂) a helium (He). Oba plyny jsou běžně komerčně dostupné, velkým rozdílem je však jejich pořizovací cena a také potřebné příslušenství a technické zázemí. Cena dusíku byla v roce 2011 přibližně 0,94 \$/m³, zatímco cena helia byla 5,77 \$/m³ [70, 71].

Z ekonomického hlediska má právě volba a cena pracovního plynu nejvyšší vliv na výslednou cenu součásti, vzorku nebo experimentu. Na první pohled se může zdát, že několikanásobně vyšší cena helia způsobí vyřazení tohoto plynu ze seznamu pro potenciální využití. Helium však ve srovnání s dusíkem dokáže, díky téměř třikrát vyšší rychlosti zvuku (~1000 m/s), urychlovat částice prášku na mnohem vyšší rychlosti, a to za použití nižšího tlaku. To má za následek vyšší depoziční efektivitu, kvalitu rozhraní a nástřiku a také možnost úspěšně deponovat materiály, které nelze pomocí dusíku deponovat vůbec nebo s obtížemi. Nevýhodou helia je také jeho nízká molekulová hmotnost a fakt, že jeho spotřeba je při depozici vyšší než při použití dusíku, ačkoliv jeho nízká molekulová hmotnost (4 g/mol) je příčinou jeho vysoké rychlosti zvuku. Helium také disponuje nižší viskozitou, což vede k nižšímu odporu při jeho proudění a umožňuje tak více urychlovat částice prášku. Specifickými výhodami dusíku jsou jeho vyšší tepelná vodivost a kapacita, díky kterým lépe předává tepelnou energii částicím prášku. Díky rychlosti zvuku ~350 m/s a molekulové hmotnosti 28 g/mol je dusík stále komerčně nejpoužívanějším pracovním plynem. Další možností snížení výrobní ceny při použití helia jako pracovního plynu je jeho recyklace, případně jeho přimíchávání do dusíku, například v poměru 95/5 hm. % (N/He). I smíchání těchto plynů pomáhá zvýšit depoziční efektivitu a kvalitu nástřiku [6, 70–73].

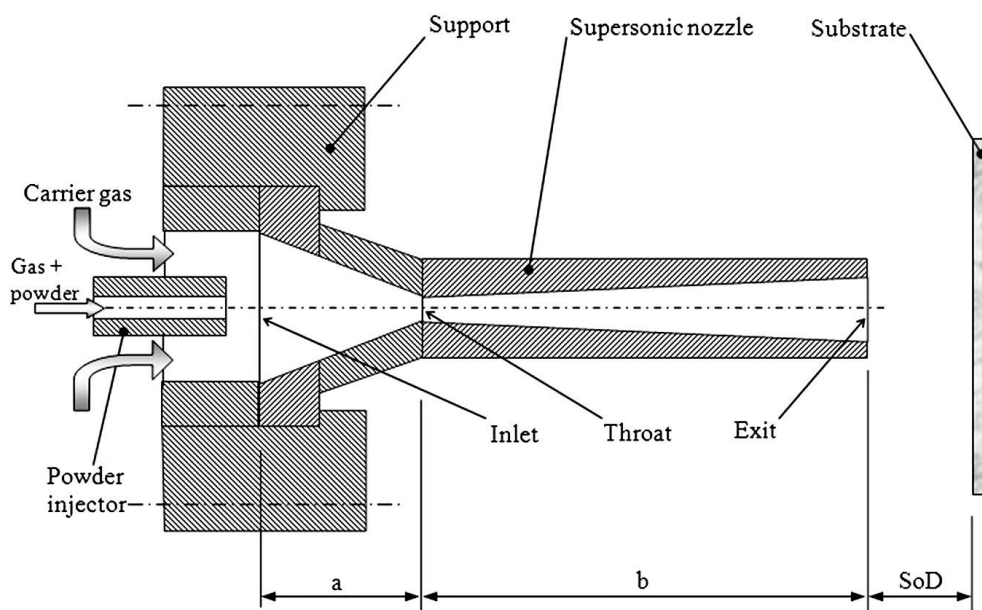
W.Wong et al. [74] ve své studii porovnávali depozici prášku IN718 na rotující trubku z hliníkové slitiny za použití dusíku a helia jako pracovního plynu. V případě dusíku byla použita teplota 1000 °C a tlak 50 bar, zatímco u helia 1000 °C a 20 bar. Navzdory použití helia, vyšší rychlost částic prášku byla naměřena při použití dusíku, a to 787 m/s. Naměřená rychlost při použití helia byla 741 m/s a za možné příčiny byl označen příliš nízký tlak (20 bar) a použitá de Lavalova tryska, která byla z hlediska geometrie vhodná spíše pro dusík. Pokud by tlak helia byl vyšší, částice by byly více urychleny a porozita výsledného nástřiku o tloušťce 6 mm by byla menší než skutečně naměřená ~3,5 %. V případě použití dusíku byla průměrná porozita 2,3 %. V této studii byla vytvořena 6 mm tlustá vrstva z Inconelu 718, což je nejvyšší publikovaná tloušťka, kterou lze v dostupné literatuře najít. Je nutné podotknout, že tohoto výsledku bylo dosaženo pomocí dusíku jako pracovního plynu, substrátem však nebyla deska nebo jiný plochý objekt, ale rotující trubka. Tento přístup přináší jisté výhody, jako snížené riziko delaminace nástřiku a radikálně omezené přestřiky při depozici, kdy je trajektorie nástřiku téměř ze 100 % na substrátu, což rezultuje v efektivnější využití prášku.

W. Wong et al. [75] dále zkoumali vliv použití helia na depozici čistého titanu. Helium jako pracovní plyn při teplotě 350 °C a tlaku 40 bar dokázalo s použitou CS konfigurací vytvořit nástřík se 100% depoziční efektivitou a téměř nulovou porozitou. Rychlost částic byla 1173 m/s, což se blíží maximální rychlosti, která je v literatuře uváděna (1400 m/s). Nejvyšší depoziční parametry při použití dusíku jako pracovního plynu byly 800 °C a 40 bar, přičemž výsledná rychlost částic byla 805 m/s, což rezultovalo v získání kvalitního rozhraní a nástříku. Ve srovnání s nástříkem předchozím však byla kvalita razantně nižší.

Jak experimentálně Li et al. [76] ve své studii dokázali, použití helia jako pracovního plynu dokáže zařadit technologii CS mezi metody, které jsou schopné efektivně deponovat keramické částice na bázi MCrAlY, a konkurovat tak technologiím jako například low-pressure plasma spraying (LPPS). V této studii byly pomocí CS technologie deponovány částice NiCoCrAlTaY na Inconel 738, a to pomocí teploty 600 °C a tlaku 20 bar.

2.5 Principy a úskalí akcelerace prášku

Rychlostí prášku při depozici, které dosahují nadzvukových hodnot, je při použití technologie CS dosahováno pomocí konvergentně divergentní, tzv. de Lavalovy trysky. Prášek je pomocí injektoru a nosného plynu přiveden do předkomory, která se nachází mezi ohřívací komorou pracovního plynu a tryskou (**obr. 14**) [11, 77].

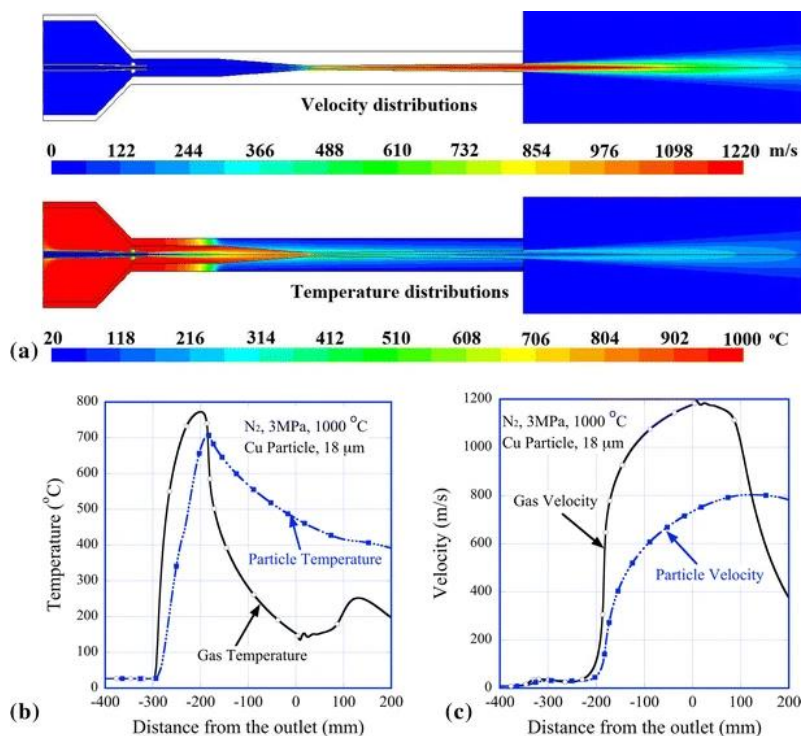


Obr. 14: Konfigurace části předkomory s injektorem prášku a trysky [77].

Prášek je přiveden axiálně a je působením vysokého průtoku plynu ($\sim 120 \text{ m}^3/\text{h}$) unášen do konvergentní části trysky, která končí hrdlem trysky. V konvergentní části trysky Machovo číslo roste, zatímco průměr trysky se snižuje. Hrdlo trysky je tím nejužším místem, kudy plyn a prášek prochází, a právě v tomto místě dosahuje plyn rychlosti zvuku v daném plynu (Mach 1). Proud plynu a prášku přechází do divergentní části, kde díky expanzi klesá teplota plynu, ale jeho rychlost a také rychlost prášku v závislosti na tvaru a délce trysky rostou (**obr. 15**). Teplota částic klesá již v průběhu proudění divergentní částí trysky, jejich rychlost však právě v této oblasti roste. V závislosti zejména na hustotě materiálu dochází ke zrychlování částic i po opuštění trysky, kdy je v případě Cu a Ti dosahována maximální rychlost ve vzdálenosti

50 až 100 mm od ústí trysky [9, 11, 13, 77, 78].

V případě experimentální části této práce se jedná o trysky od firmy Impact Innovations, jmenovitě „OUT 1“, „OUT 2“ a „OUT 4“, přičemž všechny mají průměr hrdla 1,35 mm. Rozdíl je hlavně v jejich délce, která je velice důležitým parametrem CS procesu. Se zvyšující se délkou trysky roste čas, po který prášek setrvává v proudu horkého ($>300\text{ °C}$) pracovního plynu, tím se může více ohřát a dojde tak před samotnou depozicí ke snížení jeho tvrdosti. Dalším velice důležitým faktorem je také to, že s rostoucí délkou trysky dochází k výraznějšímu urychlení částic prášku. Délka divergentní části těchto trysek, kde se tyto pochody uplatňují, je pro výše zmíněné typy 130 mm, 68 mm a 180 mm. Dalším charakteristickým parametrem nadzvukových trysek je tzv. expanzní poměr, ten se stanovuje jako poměr plochy řezu na konci trysky a v jejím hrdle. Tento parametr má zásadní vliv na chování toku plynu v divergentní části trysky, protože čím menší je průměr výstupního otvoru, tím vyšší zůstává tlak pracovního plynu a efektivněji tak urychluje částice [5, 11, 41, 42, 79, 80].



Obr. 15: CFD simulace proudění dusíku de Lavalovou tryskou při 1000 °C a 3 MPa [78].

2.5.1 Ucpávání trysky a návrhy řešení

Jak bylo naznačeno v předchozí kapitole zabývající se použitím dusíku a helia jako pracovních plynů, dusík v některých případech nedokáže částice prášku urychlit natolik, aby bylo možné vytvořit kvalitní nástřík. Existuje však několik řešení, která by měla kvalitu nástříku zvýšit, a to bez nutnosti použití helia. Prvním z nich je zvýšení teploty částic prášku v průběhu depozice. Toho je možné dosáhnout zvýšením teploty pracovního plynu, která se v případě slitin typu Inconel v literatuře pohybuje až do $\sim 1000\text{ °C}$ [12, 19, 74, 81, 82], přičemž je technologicky možné použít teplotu až 1200 °C . V návaznosti na tuto skutečnost je technologicky možné přimět částice prášku setrvat v proudu horkého plynu delší časový úsek a tím jej více ohřát. Toho docílíme použitím větší předkomory a také delší trysky. Díky vyšší

teplotě částic prášku klesne kritická rychlost, která je nutná pro úspěšnou depozici, přičemž by díky delší trysce mělo také dojít k urychlení částic na vyšší rychlost. Pomocí těchto technologických kroků dochází ke zvýšení efektivity depozice při nástřiku těžko deponovatelných materiálů, kterými jsou například slitiny typu Inconel, Stellite nebo Cermety jako WC-Co či MCrAlY. [5, 12, 19, 74, 76, 81–84].

Zvyšování teploty pracovního plynu, a tudíž také částic má však zejména při depozici slitin na bázi hliníku a superslitin na bázi niklu významný negativní dopad, a tím je ucpávání trysky („*nozzle clogging*“). Tento jev byl velkým problémem ještě do nedávna, kdy se používaly trysky bez chlazení nebo chlazené vzduchem. Nyní je možné u velkého množství komerčně dostupných zařízení používat trysky chlazené vodou, které výrazně oddalují jejich ucpávání. V současné době však stále není vyloučeno, že k tomuto jevu nebude docházet a dle našich zkušeností k němu opravdu dochází. Parciálním řešením je použití trysky, která se podle jejího výrobce neucpává. Tato vlastnost je způsobena změnou materiálu trysky (Polybenzimidazol, použitelná do 500 °C), přičemž klasické trysky se vyrábí zejména z SiC a WC-Co. Ucpávání trysky je ovlivněno především délkou trysky a expanzním poměrem, tudíž trysky krátké s vyšším expanzním poměrem se s tímto problémem nepotýkají příliš často. Faktory negativně ovlivňujícími ucpávání trysky jsou také afinita materiálu prášku a trysky, teplota plynu ve srovnání s teplotou tavení prášku a také kvalita povrchu uvnitř trysky. Čím vyšší charakteristiky drsnosti bude vnitřní povrch trysky mít, tím více bude tryska náchylná k ucpávání [74, 83–85].

Ucpávání trysky je způsobeno disperzí zejména malých částic prášku v proudu plynu, které se dostávají do kontakt s horkou stěnou trysky. Horká stěna trysky může v tomto případě působit jako přehřátý substrát a snížit tak kritickou rychlost částice pro depozici. Obzvláště v konvergentní části a blízkosti hrdla částice kritické rychlosti nedosahují, teplota plynu je zde ale vysoká, a tudíž také teplota trysky. Může zde proto docházet k ulpívání částic na povrchu, efektivnímu snížení průtoku plynu, které způsobí výskyt varování na řídicím panelu a v krajním případě nouzové zastavení depozice nebo znehodnocení trysky [83, 86, 87]. K ucpávání trysky však může docházet i v její divergentní části, což je opět možné pozorovat na řídicím panelu, kde postupně klesá průtok pracovního plynu tryskou, a to i v případech, kdy je tryska chlazená vodou. Chlazení vodou efektivně snižuje teplotu trysky, a tudíž omezuje možnost depozice částic na její vnitřní povrch. Tento technologický krok umožňuje provádět delší depozice a zvyšuje životnost trysek.

Podobný efekt může mít snížení množství podávaného prášku, kdy sice samotná depozice bude trvat déle, je ale možné také proporcionálně snížit SS a pokles deponované tloušťky vrstvy na přejezd kompenzovat. Tím budeme navíc substrát vystavovat proudu horkého plynu po delší čas, a tak zvyšovat jeho teplotu a usnadňovat depozici dopadajících částic intenzivním ohřevem, a tedy efektivně snižovat jejich kritickou rychlost.

V případě depozice částic prášku na vnitřní povrch trysky je nutné trysku vyčistit, a to odleptáním deponovaného materiálu, případně otryskáním, nebo v krajním případě vytavením či obrobením. Trysky jsou považovány za spotřební materiál a po několika desítkách hodin depozice se doporučuje jejich výměna [83–85].

2.6 Depoziční efektivita

Depoziční efektivita (DE) je jednou z nejdůležitějších charakteristik CS depozice. Sama je závislá na velkém množství vstupních parametrů, kterými jsou zejména primární procesní parametry (teplota a tlak plynu) a materiálové charakteristiky prášku a substrátu (drsnot povrchu substrátu a jeho teplota). Dále se jedná například o poměr kritické a skutečné rychlosti částic, sekundární procesní parametry jako vzdálenost mezi koncem trysky a substrátem („*standoff distance*“, SD), rychlost pohybu trysky („*scanning speed*“, SS) atd. Depoziční efektivita je obrazem množství částic, které ulpí na substrátu a funguje také jako skvělý ukazatel, například pro ekonomická hodnocení celého procesu. Její výpočet přináší validní informace o úspěšnosti depozice, díky kterým je možné efektivně optimalizovat depoziční parametry [1, 9, 20, 27, 88].

Díky základní **rov. 2** pro výpočet depoziční efektivity jsme schopni získat dobrý odhad o množství částic, které byly úspěšně deponovány.

$$DE = \frac{m_{s1} - m_{s0}}{m_{p0} - m_{p1}} \times 100 [\%], \quad (2)$$

kde m_{s0} a m_{s1} jsou hmotnosti substrátu v gramech před a po depozici a m_{p0} a m_{p1} jsou hmotnosti vstupního prášku v gramech před a po depozici. I toto základní měření poskytuje validní informace, nereflektuje však zdaleka všechny proměnné a potenciální potíže, které nastávají při depozici, ale také například při čištění kontejneru prášku. Jednotlivé technologické souvislosti budou detailněji popsány v experimentální části práce, kde bude navržena modifikovaná metodika výpočtu [1, 20, 27].

V případě Cu, ale i dalších materiálů (Ni, Al, Pt) je možné dosahovat DE vyšší než 99 %. Pro to, aby měla CS technologie aplikační potenciál, je nutné, aby bylo takto vysoké depoziční efektivitu dosahován pro co nejširší spektrum materiálů [1].

R. Singh et al. [89] deponovali pomocí různých depozičních parametrů multimodální směsi prášků čisté Cu. Efektivita depozice přesahovala 99 % a jejich nástřiky dosahovaly vlastností Cu vyrobené konvenčními metodami. Nástřík neobsahoval téměř žádnou porozitu a jeho hustota se pohybovala mezi 8,79 a 8,84 g/cm³. Tepelná vodivost nástříku měla hodnotu 368 W/m×K, což je 92,9 % hodnoty tepelné vodivosti konvenčně vyrobené Cu. Nástřík dosahoval pevnosti v tahu 286 MPa, a přitom vykazoval tažnost 24 %. Všechny tyto charakteristiky byly měřeny v as-sprayed stavu. Vysoká rychlost depozice Cu je jednou z výhod CS, díky které může konkurovat například technologiím z rodiny PBF.

Firma Impact Innovations ve svém výzkumném středisku vyrobila pomocí hybridní výroby prototyp raketové trysky z Cu a Ni. Na rotující substrát z Al byla rychlostí 9,2 kg/h deponována Cu s depoziční efektivitou 99 %. Na Cu nástřík byl rychlostí 10 kg/h deponován Ni s efektivitou depozice 97 %. Následně byl povrch součásti obroben do konečného stavu a Al substrát chemicky rozpuštěn. Celková hmotnost součásti po všech výrobních krocích byla asi 36 kg a čistý čas depozice 4 h a 10 min [3].

Principy a návaznosti, které byly do značné míry vysvětleny v předchozích kapitolách, mají zásadní vliv na úroveň depoziční efektivity. Za připomenutí však jistě stojí vyzvednutí vlivu přehřevu substrátu. Ten pozitivně ovlivňuje chování celého systému substrát/nástřík,

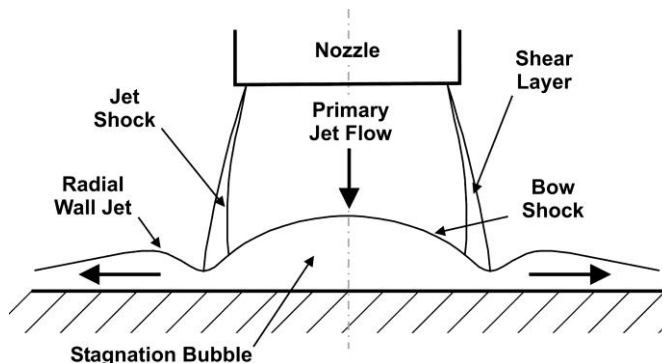
ale zejména také adhezní pevnost rozhraní, která je důležitá pro implementaci této technologie do jakýchkoliv průmyslových aplikací, kde by součást měla být vystavena mechanickému zatížení. Goldbaum et al. [90] byli schopni díky předehřevu substrátu v systémech Ti/Ti a Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V zvýšit pevnost rozhraní ve smyku o více než 100 MPa. Tohoto zvýšení bylo dosaženo pomocí předehřevu substrátu na 400 °C, což mělo za následek jeho změkčení, zvýšení schopnosti se deformovat, přičemž byla také snížena kritická rychlost pro úspěšnou depozici částic.

2.7 Bow Shock efekt

Vzdálenost trysky a substrátu (SD) je jedním ze sekundárních parametrů při CS depozici, její vlivy na výsledek depozice však zatím nebyly zcela pochopeny a experimentálně ověřeny. Důležité je uvědomit si, že pokud částice dopadají na substrát s rychlostí nižší než kritickou, tak nedochází k jejich depozici, ale jejich odrazu. Tím pádem existuje pravděpodobnost, že tyto částice budou po odrazu interagovat s částicemi, které teprve dopadají, což může mít za následek snížení rychlosti dalších částic, které pravděpodobně díky jejich nyní již podkritické rychlosti absolvují stejnou cestu jako původně odražená částice [13].

Přestože pro vliv SD na depozici nebyl vědeckou komunitou přijat konsensus, je experimentálně potvrzeno, že rychlost pracovního plynu po opuštění trysky klesá, a to v důsledku mísení se s ambientním prostředím, rázových vln a dalších vlivů [13]. Tento fakt se však obecně nevztahuje na rychlost částic prášku poté, co opustí trysku. Gilmore et al. [9] deponovali Cu, přičemž zjistili, že se rychlost částic v prostoru mezi tryskou a substrátem při použití SD do 50 mm zvýšila z 600 na 650 m/s. Pokud byla SD vyšší, částice svou rychlost v oblasti mezi tryskou a substrátem ztrácely. Stoltenhoff et al. [91] následně pomocí CFD simulací („*Computational Fluid Dynamics*“) potvrdili, že s vyšším SD dochází ke zpomalení pracovního plynu tak razantnímu, že to negativně ovlivňuje i rychlost částic.

Rázové vlny vznikají jako důsledek změny podmínek proudění plynu z trysky, např. jako náraz primárního proudu plynu na substrát (**obr. 16**). Rázové vlny, které působí přímo proti primárnímu proudu plynu, jsou slabé oproti primárnímu proudu, ale i přesto ho ovlivňují. Primární proud se v blízkosti substrátu mírně rozšíří a usměřňuje rázové vlny radiálně směrem od substrátu. V místě, kde primární proud plynu dopadá na substrát, však existuje prostor, kde je vliv rázových vln výrazný („*stagnation bubble*“) a může tak negativně působit na částice, které touto oblastí během depozice procházejí. Působení stagnační bubliny v blízkosti substrátu se nazývá „*Bow Shock Effect*“.



Obr. 16: Schéma chování primárního proudu plynu po interakci se substrátem [13].

Alkhimov et al. [92] zjistili jistou závislost mezi SD a velikostí stagnační bubliny neboli tloušťkou vrstvy plynu, která je z jedné strany ohraničena substrátem a z druhé počátkem působení bow shock efektu. Teorie, která byla pro vysvětlení tohoto jevu vytvořena, tvrdí, že rychlost částic, a tudíž i DE, je závislá na SD. V oblasti mezi tryskou a substrátem však proti sobě působí 2 vlivy: i) urychlení nebo zpomalení částic spojené se zpomalením pracovního plynu samotného, ii) zpomalení částic v důsledku přítomnosti bow shock efektu. To, který vliv, v jakých případech převládá, zatím nebylo vysvětleno ani experimentálně ověřeno.

Bow shock efekt má největší vliv na částice prášku s malým průměrem (5 až 15 μm). Takové částice jsou efektivně zpomalovány, což může rezultovat v následné odražení od substrátu a interakci s dalšími dopadajícími částicemi. Vliv bow shock efektu roste s klesající SD, a to právě v důsledku vzniku větší stagnační bubliny [9].

Pattison et al. [13] dále studovali skutečnou rychlost částic Al, Cu a Ti při depozici pomocí helia. Jejich rychlost byla v letu měřena na vzdálenosti 70 mm a bylo zjištěno, že pouze rychlost Al částic po jejich opuštění trysky neroste. Částice Al opustily trysku s rychlostí přibližně 650 m/s a udržovaly si ji po celou měřenou vzdálenost, zatímco v případě Cu rychlost částic vzrostla z 500 na 680 m/s a v případě Ti z 640 na 780 m/s. Tato skutečnost může být snadno vysvětlena rozdílnou hustotou jednotlivých materiálů. Zatímco Al má poměrně nízkou hustotu (2719 kg/m^3), je snadno unášen proudem plynu v trysce a dokáže se již před jejím opuštěním za daných podmínek urychlit na svou maximální rychlost. V případě Cu (8978 kg/m^3) a Ti (4540 kg/m^3) s výrazně vyššími hustotami dochází k pomalejšímu urychlení v trysce, a tudíž k dosažení maximálních rychlostí až mimo trysku. Důležitým faktorem je však také morfologie samotných částic, protože částice nepravidelného tvaru jsou v plynu urychlovány snadněji než částice sférické. Dalším důležitým faktorem vzhledem k dosažení co nejvyšší DE je také efekt velikosti částic a fakt, že i různě velké částice jsou urychlovány odlišně. Pro získání 100% DE je nutné, aby každá částice dopadla na substrát s rychlostí vyšší než kritickou, a proto je v závislosti na distribuci velikosti částic a zvoleném materiálu nutné volit i vhodnou SD [13, 40].

2.8 Tepelné zpracování prášku jako vstupního materiálu

Technologie CS obecně používá jako vstupní materiál komerčně dostupné prášky vyrobené pomocí procesu atomizace. Ačkoliv jsou nesférické částice urychlovány více než sférické, málokdy se částice nepravidelného tvaru používají, a to z důvodu nerovnoměrné kompaktace a výskytu vyšší porozity nástřiku než při použití částic sférických. V současné době se největší oblibě CS komunity těší prášky vyrobené pomocí atomizace v plynu, plazmatu nebo vakuu. Díky procesu výroby je možné získat sférické částice bez satelitů, aglomerátů, a to ze širokého portfolia materiálů. Takto vyrobený kovový prášek obsahuje malé množství kyslíku a oxidů, a proto se také hojně používá jako vstupní materiál v širokém spektru aditivních technologií [4, 12, 17, 93, 94].

Díky tomu, že CS depozice probíhá pouze v pevném stavu a nedochází během ní k žádným fázovým transformacím, nástřik obsahuje stejné fáze, jaké obsahoval i vstupní práškový materiál. Ten však vzhledem k principu výroby není v rovnovážném stavu a jeho mechanické vlastnosti jsou díky rapidnímu ochlazení v některých případech i vyšší než konvenčně zpracovaný materiál. Navíc jejich plastické vlastnosti zdaleka nedosahují hodnot konvenčně

vyrobeného materiálu, což poněkud limituje využití pro technologii CS, jelikož právě schopnost plasticky se deformovat je vlastnost, která je pro úspěšnou depozici stěžejní. Takto připravené prášky jsou tedy více než vhodné pro procesy aditivní výroby založené především na použití laseru, při kterých dochází k tavení práškového materiálu. V případě CS se však v posledních letech ukazuje, že tepelné zpracování vstupního prášku by mohlo být budoucností této technologie. Tepelně zpracovaný vstupní materiál by tak měl fázové složení bližší rovnovážnému složení, jeho tvrdost by v řadě případů klesla a vzrostla by tak plasticita. Kombinace těchto změn by přinesla snížení kritické rychlosti nutné pro depozici a bylo by tak možné deponovat materiály, jejichž depoziční parametry jsou již nyní hraniční, jako například Inconel při použití dusíku jako pracovního plynu. Zvýšená schopnost plastické deformace prášku by mohla rezultovat v získání kvalitnějších rozhraní a také samotných nástřiků, tudíž v nárůst adhezních a kohezních pevností jednotlivých materiálů. V návaznosti ne tento vývoj a benefity bude možné opravovat nebo dokonce vyrábět strukturální součásti, které v rámci své aplikace a životnosti poskytují mechanickou stabilitu a přenášejí zatížení [4, 16, 17, 93–97].

T. Liu et al. [95] studovali vliv žíhání Al-Cu prášku s různými obsahy Cu na efektivitu depozice. Rozpouštěcí žíhání prášku, který byl vyroben pomocí atomizace v inertním plynu, bylo provedeno při 535 °C s výdrží 2 h a následným ochlazením do vody. Tepelné zpracování bylo provedeno v rotační peci a mělo za následek normalizaci mikrostruktury a růst zrn uvnitř jednotlivých částic. Bylo dokázáno, že tepelné zpracování ve všech případech zvýšilo depoziční efektivitu, a to při použití procesního plynu s teplotou 400 °C a tlakem 37,9 bar. Depoziční efektivita se v případě as-atomized prášků (stavu po atomizaci) pohybovala v rozmezí 8,5 – 13,1 %, zatímco v případě depozice prášků po TZ vzrostla a pohybovala se v rozmezí 21,2 – 31,2 %.

Vzhledem k tomu, že CS technologie je v popředí zájmu a stále dochází k jejímu vývoji, jsou vyvíjeny i nové možnosti její implementace v různých, nejen klasických průmyslových odvětvích. Jedním z příkladů je využití technologie CS v armádě, a to v kombinaci s velice moderní technologií mobilní atomizace prášku (MolyWorks Materials Corporation), které blíže popsali ve své práci Massar et al [96]. Prášek pro experimenty byl vyroben v simulovaném bojovém prostředí, a to z odpadu s chemickým složením odpovídajícím korozivzdorným ocelím AISI304 a AISI316. Výsledné chemické složení částic po atomizaci bylo podobné spíše AISI304 a morfologie částic byla nepravidelná. Prášek byl následně podroben tepelnému zpracování (austenitizace) při teplotě 840 °C v argonové atmosféře a výdrží 0, 5, 10, 15 a 20 minut s následným řízeným ochlazením rychlostí 4 °C/min. Bylo zjištěno, že nejvyšší tvrdost dosahoval prášek po atomizaci a nejnižší po tepelném zpracování s délkou výdrže 20 min. Nástřiky vytvořené při použití prášku ve stavu as-atomized obsahovaly mikrotrhliny a vykazovaly vysokou úroveň porozity, zatímco nástřiky vytvořené pomocí prášků po austenitizaci měly porozitu nižší než 0,1 %.

Story et al. [97] studovali evoluci depoziční efektivit tří slitin na bázi hliníku, a to v závislosti na tepelném zpracování, které probíhalo v rotační trubkové peci. Prášek byl umístěn do nádoby s ochrannou atmosférou (helium), která se otáčela rychlostí 40 ot./min. Slitiny AA2024, AA6061 a AA7075 byly podrobeny standardnímu rozpouštěcímu žíhání. Prášky v as-atomized stavu a také stavu po tepelném zpracování byly deponovány pomocí helia jako pracovního plynu s teplotou 415 °C a tlakem 32 bar. Depoziční efektivita byla počítána

pomocí rovnice (2) uvedené výše v této práci. Studie ukázala, že tepelné zpracování ve všech třech případech zvýšilo depoziční efektivitu. U AA2024 byl vypočítán nárůst ze 49 na 66 %, v případě AA6061 ze 71 na 89 % a u AA7075 z 36 na 59 %.

L. Perez et al. [16] studovali vliv tepelného zpracování na úspěšnosti depozice slitiny Inconel 718. Tepelné zpracování probíhalo při teplotách 700, 800 a 900 °C, a takto zpracované prášky byly následně deponovány pomocí dusíku při teplotě 625 °C, tlaku 62 bar a pomocí helia při teplotě 625 °C a tlaku 38 bar. Tepelné zpracování prášku zcela neodstranilo dendritickou mikrostrukturu vzniklou při atomizaci. Při teplotách 800 a 900 °C začala probíhat precipitace sekundárních fází, přičemž při výdrži na 900 °C docházelo také k hrubnutí těchto precipitátů. Změny ve fázovém složení byly odhaleny pomocí XRD analýzy. V případě slitin typu Inconel může tepelné zpracování prášku vést ke zvýšení tvrdosti částic, a tudíž ke snížení efektivitě depozice. Depozice tepelně zpracovaných prášků pomocí helia přinesla s rostoucí teplotou žíhání snížení porozity nástřiku, zvýšení depoziční efektivitě i tvrdosti nástřiku. V případě použití dusíku se však tento trend nepotvrdil. Ke snížení porozity ve srovnání s as-atomized stavem prášku došlo pouze v případě nástřiku prášku po TZ na teplotě 700 °C. Ostatní nástřiky vykazovaly 3 až 4 % porozitu a také klesající kvalitu rozhraní substrát/nástřik. Při teplotách vyšších než 800 °C docházelo k precipitaci nekoherentní fáze δ (Ni_3Nb), což způsobilo zvýšení tvrdosti částic, a neschopnost dosáhnout ve všech případech potřebné (zvýšené) kritické rychlosti pro depozici pomocí dusíku. Tepelné zpracování za vyšších teplot při použití delších časů by však mohlo podobně jako v případě slitin na bázi Al vést k přestárnutí, a tedy ke snížení tvrdosti částic a zvýšení depoziční efektivitě i v případě depozice pomocí dusíku.

2.9 Hodnocení vlastností materiálů deponovaných pomocí CS

Technologie CS byla v posledních letech implementována v různých průmyslových odvětvích jako: i) automotive – pro opravu nestrukturálních součástí motoru a ochranu proti korozi a otěru ostatních součástí; ii) aerospace – pro opravu a údržbu strukturálních i nestrukturálních komponent letadel a jejich ochranu proti korozi a otěru; iii) energetika – pro opravu a ochranu komponent zejména v plynových a parních turbínách; iv) elektrotechnika – pro nanášení vodivých vrstev na součástky a modifikaci povrchu v mikroelektronice; v) armáda – pro opravu a údržbu jak na bojišti, tak na základně, a to zejména těžké vojenské techniky a balistické ochrany; vi) lodní průmysl – pro ochranu proti korozi a údržbu námořních i civilních plavidel; vii) medicína – pro výrobu a vývoj nových biomedicínských implantátů a nanášení biokompatibilních nástřiků na zdravotnické nástroje. Technologie CS našla také využití v mnoha aplikacích. Potenciálním problémem, kterému se nyní vědecká obec z důvodu potřeby začíná plně věnovat, je zejména únavové chování součástí, které jsou pomocí technologie CS vyrobeny nebo alespoň opraveny [1, 4, 5, 43, 98–102].

2.9.1 Zbytková napětí

Jak bylo zmíněno výše, depoziční efektivita slitin typu Inconel je obvykle nízká a je způsobená zejména vysokou kritickou rychlostí nutnou pro jejich úspěšnou depozici. Nejvyšší účinnost nanášení (62 %) byla dosažena při použití dusíku a depozici IN718 [17] a (54 %) při použití helia a depozici IN625 [103]. Při použití dusíku jako pracovního plynu je

však často možné z literatury odvodit mnohem nižší hodnoty depoziční efektivity, a to i při použití hraničních hodnot primárních depozičních parametrů s limity pro jednotlivá zařízení a konfigurace [14, 16, 81, 103]. Nižší depoziční efektivita vede k vysokému počtu odražených částic, což má pozitivní vliv na kohezní pevnost a porozitu díky tzv. "hammering" efektu. Částice během dopadu přechují již deponované splaty a zvyšují tak pevnost rozhraní substrát/splat a také rozhraní mezi splaty samotnými. Dochází k dodatečné plastické deformaci, deformačnímu zpevnění nástřiku a vzniku tlakových vnitřních p, která mají pozitivní vliv na únavovou životnost. Tento efekt je v literatuře známý také jako in-situ mikro-kování a byl vysvětlen v práci autorů Luo et al. [104], kde deponovali směs IN718 s ocelovými částicemi většího průměru (SS410, ~250 μm) pro zvýšení vlivu hammering efektu. V tomto případě bylo hammering efektu využito záměrně s uplatněním základních znalostí o principech depozice pomocí technologie CS. Větší částice sice disponují nižší kritickou rychlostí, jejich urychlení v proudu plynu je však proporcionálně nižší, a tak je schopnost jejich depozice, a tudíž přítomnost ve vzniklém nástřiku minimální.

Zbytková napětí v nástřiku jsou nejčastěji měřena pomocí rentgenové difrakce nebo metodou postupného odvrtávání. Nejspolehlivějšími metodami jsou však difrakce neutronová či použití synchrotronového rentgenového záření, přičemž oba druhy záření dokážou měřené provést s velice vysokou přesností a do relativně velké hloubky [99]. Velikost zbytkového napětí je ovlivněna primárními a sekundárními depozičními parametry, jako jsou tlak plynu, teplota, rychlost skenování a vzdálenost substrátu od trysky. Zbytkové napětí je možné v případě žárových nástřiků definovat jako synergické působení napětí vytvořeného během a po depozici. Konkrétně se jedná o tepelné napětí („*thermal stress*“), a napětí indukované při depozici („*deposition stress*“). Napětí indukované při depozici se skládá z napětí indukovaného výše zmíněným hammering efektem („*peening stress*“) a napětím indukovaným při ochlazování po depozici („*quenching stress*“) [85, 103, 105].

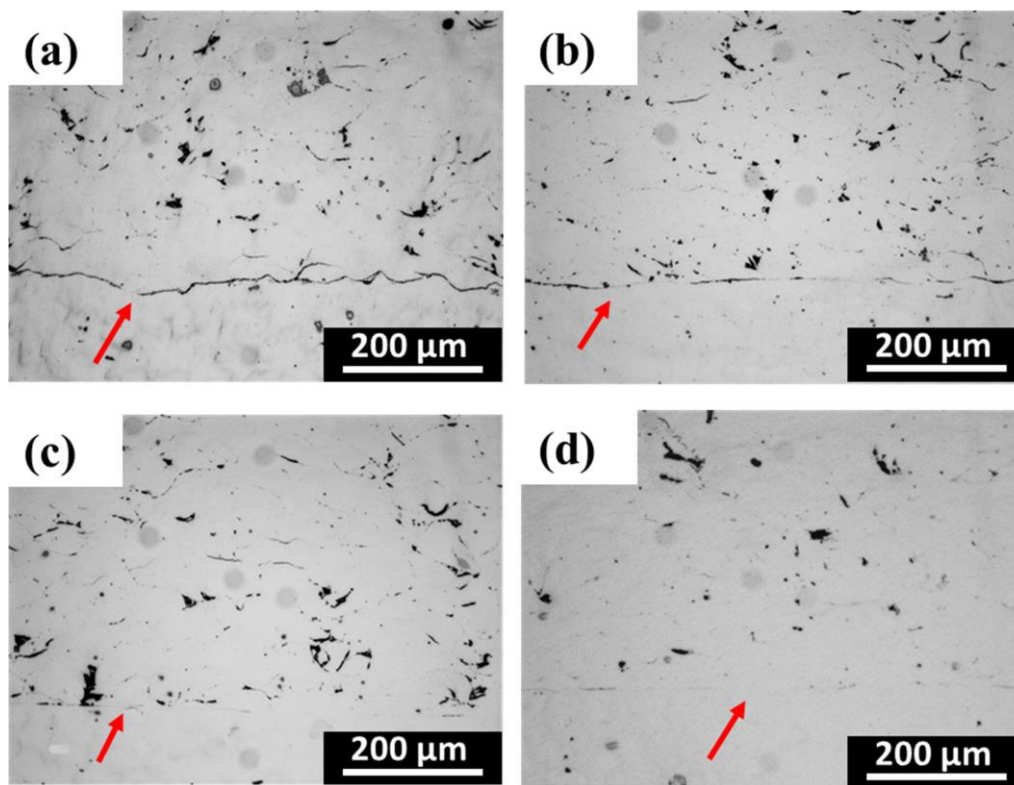
Tepelné napětí je významné zejména při nanášení tvrdých materiálů na tvrdé substráty a je ovlivněno koeficientem teplotní roztažnosti (CTE, $[10^{-6} \times K^{-1}]$). Při takové kombinaci materiálů jsou použity vysoké depoziční parametry a dochází tak k relativně vysokému přenosu nebo indukci tepelné energie v systému substrát/nástřik. Na druhé straně, depoziční napětí je významnější při nanášení tvrdých materiálů na měkké substráty, kde dochází k významné deformaci substrátu a efektivnímu přenosu tepelné energie do něj. Předehřev substrátu může pozitivně přispívat ke zvýšení vlivu tepelného napětí a indukce vyššího zbytkového napětí v deponované vrstvě. Vysoká teplota substrátu však může také vést ke zvýšení DE, porozity a míry relaxace, a tedy snížení indukce napětí. Napětí indukované při ochlazování nemá v rámci technologie CS významný vliv, protože nedochází k tavení částic, a tudíž rapidnímu ochlazování jako například při depozicích pomocí technologií HVOF nebo APS, kdy má tento člen vliv výrazný a negativní, protože indukuje inherentně tahová napětí. Dopadající roztavená částice má vyšší teplotu než chladnoucí splaty pod ní. Částice má tendenci protahovat se a snadno deformovat díky své teplotě, čemuž povrch, na který dopadla brání. Kvůli tomuto chování dochází k indukci tahových napětí vedoucích v extrémních případech k tvorbě trhlin [85, 103, 106].

O tom, zda bude nástřík disponovat tlakovým nebo tahovým vnitřním napětím, rozhoduje primárně kombinace materiálu nástříku a substrátu, konkrétně jejich koeficienty teplotní roztažnosti. Pokud má nástřík koeficient teplotní roztažnosti menší než substrát (například IN718 a AA5083), bude zbytkové napětí v nástříku tlakové a v substrátu tahové. Další faktory budou vysvětleny v experimentální části práce, přičemž tím nejdůležitějším je právě rozdíl v samotných CTE jednotlivých materiálů [85, 103, 105].

Marzbanrad et al. [107] experimentálně potvrdili vliv koeficientu teplotní roztažnosti na kombinaci substrátu z hořčíkové slitiny AZ31B-H24 (CTE ~ 27) a nástříku slitiny AA7075 (CTE $\sim 23,6$), kdy dle očekávání nástřík disponoval tlakovým zbytkovým napětím o maximální hodnotě 110 MPa, které přecházelo v blízkosti rozhraní do oblasti napětí tahových. V rámci navazujících experimentů chtěli pomocí depozice mezivrstvy Zn přinutit systém, aby bylo zbytkové napětí jak v horní vrstvě nástříku, tak v substrátu tlakové. Zinek disponuje nejvyšším koeficientem teplotní roztažnosti ze zvolených materiálů (CTE ~ 31), a tudíž by měl jako mezivrstva obsahovat napětí tahová, zatímco nástřík i substrát budou vykazovat napětí tlaková. Experimenty však ukázaly, že napětí, které bylo indukováno při depozici nástříku AA7075 na systém Zn/AZ31, převážilo vliv napětí tepelného a rozdílných koeficientů teplotní roztažnosti a každý z nástříků, i substrát, vykazovaly tlaková zbytková napětí.

2.9.2 Adhezní pevnost

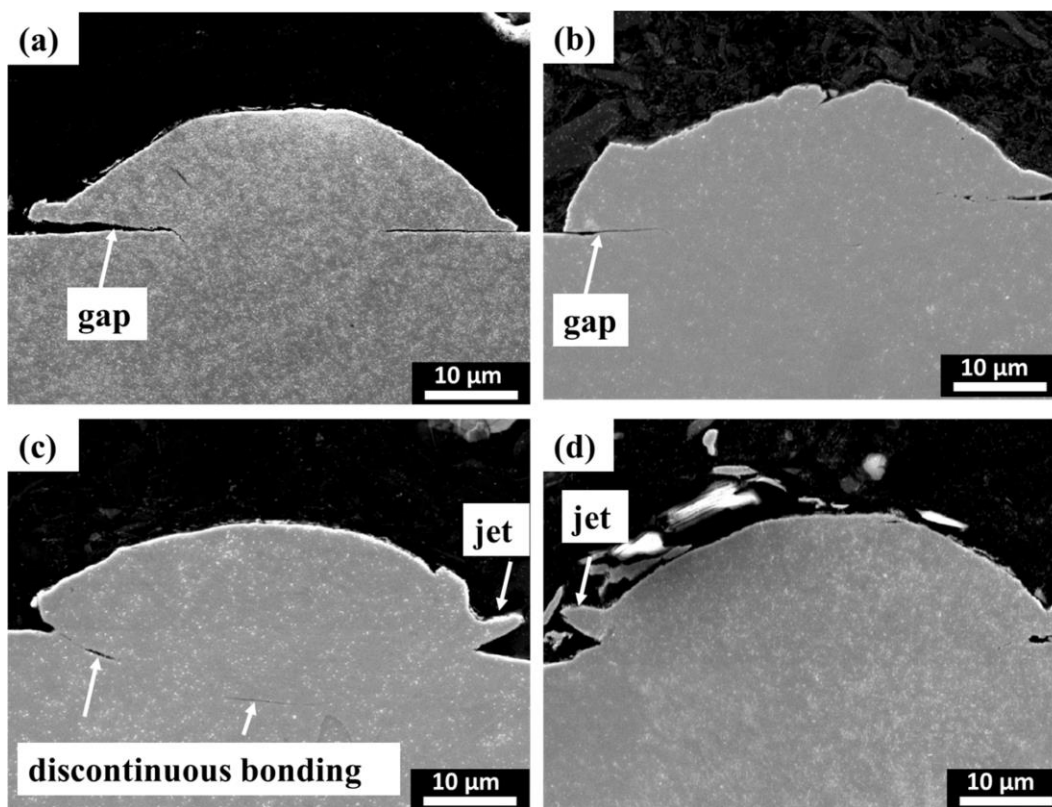
Sun et al. [15] ve své studii zkoumali vliv přípravy povrchu substrátu a jeho předehřevu na adhezní pevnost rozhraní v případě depozice IN718/IN718. Depoziční parametry byly voleny s pomocí KSS softwaru tak, aby nejmenší (25 μm) i největší (46 μm) částice prášku dosahovaly nadkritické rychlosti. Teplota pracovního plynu byla 1000 $^{\circ}\text{C}$ a tlak 45 bar. V rámci experimentů byly provedeny čtyři různé povrchové úpravy, a to tryskání s výslednou hodnotou drsnosti povrchu $R_a 2,33 \pm 0,2 \mu\text{m}$, broušení s $R_a 1,13 \pm 0,12 \mu\text{m}$, frézování s $R_a 0,36 \pm 0,05 \mu\text{m}$ a leštění s $R_a 0,04 \pm 0,01 \mu\text{m}$. Na **obr. 17** je možné pozorovat vliv různých povrchových úprav na vzhled rozhraní. Důležité je říci, že světelná mikroskopie samotná není adekvátním nástrojem pro vyvozování závěrů z tohoto experimentu. Díky své malé rozlišovací schopnosti není možné pozorovat často důležité detaily na rozhraní substrát/nástřík, které odhalí až elektronová mikroskopie. Závěr, který je možné vyvozovat pro případ depozice tvrdého materiálu na tvrdý substrát, je že se s klesající drsností povrchu substrátu roste kvalita rozhraní. Pouze u leštěného substrátu není téměř pozorovatelná diskontinuita na rozhraní, což by mělo mít vliv na vyšší adhezní pevnost takového rozhraní. Adhezní zkoušky dle ASTM C633 ukázaly, že vliv klesající drsnosti na rostoucí adhezní pevnost rozhraní je v tomto případě značný. Nejnížší adhezní pevnosti dosahovalo rozhraní na substrátech po tryskání a broušení. Hodnoty pevnosti dosahovaly 23,7 a 45,4 MPa. Pevnost rozhraní na substrátech po frézování a leštění přesahovaly pevnost lepidla, která byla stanovena na 65 MPa.



Obr. 17: Snímky rozhraní nástřiku IN718 na substrátu IN718 s různými povrchovými úpravami (SM): a) tryskaný, b) broušený, c) frézovaný, d) leštěný [15].

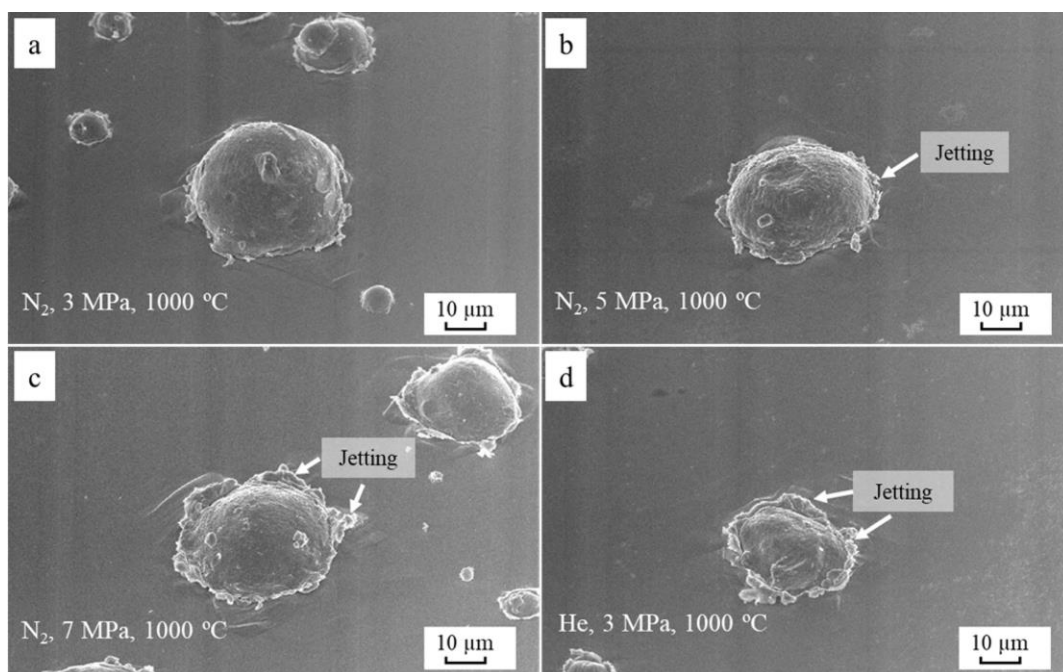
Při depozici tvrdých částic na tvrdý substrát dochází k omezené deformaci prášku a obecně k potřebě vyšších kritických rychlostí. V případě slitin typu Inconel jsou procesní parametry pro získání nadkritické rychlosti částic tak vysoké, že hraničí s maximálními dosažitelnými parametry daného zařízení. Potenciálních řešení tohoto problému je několik a budou probírány dále, a to zejména v experimentální části této práce. Z důvodu vysoké tvrdosti substrátu i prášku není možné, aby docházelo k penetraci částic do podpovrchových vrstev substrátu, a tudíž docházelo k mechanickému zakotvení, které by adhezní pevnost zvyšovalo. V tomto případě je adhezní pevnost rozhraní tvořena pouze působením metalurgického spojení, které je díky menší možnosti částic a substrátu deformovat se, výraznější na substrátech s menší drsností a členitostí povrchu. Na členitých površích dochází díky nižší úrovni deformace částic k výskytu děr a nespojitostí na rozhraní, které výslednou adhezi radikálně snižují [15].

Analýza dopadu jedné částice byla provedena pro odhalení a bližší popsání vlivu předehřevu IN718 substrátu na mechanismy spojování (**obr. 18**). Objektivně největší délky i nejvyšší kvality rozhraní mezi splatem a substrátem bylo dosaženo při předehřevu na 450 °C (**obr. 18d**). Na snímcích pořízených pomocí SEM není možné pozorovat žádnou necelistvost na rozhraní, a navíc došlo i k tvorbě výronu, který má pozitivní vliv na pevnost rozhraní a kvalitu metalurgického spojení. Výron je pozorovatelný i na obr. 14c, kde je již možné sledovat také vyšší míru deformace substrátu i splatu. To je s největší pravděpodobností spojeno s vyšším odpevněním způsobeným vyšším ohřevem, který má za následek získání kvalitnějšího rozhraní s vyšší adhezní pevností [15].



Obr. 18: Snímky z analýzy dopadu jedné částice IN718 na substrát IN718 s různými teplotami přehřevu (SEM): a) 25 °C, b) 100 °C, c) 200 °C, d) 450 °C [15].

Ma et al. [18] studovali mimo jiné vliv změny pracovního plynu na depozici IN718 na IN718 substrát. Za tímto účelem byla opět provedena analýza dopadu jedné částice, která odhalila, že použití helia jako pracovního plynu je pro úspěšnou depozici IN718 na IN718 substrát jedním z možných řešení. S rostoucím tlakem pracovního plynu roste skutečná rychlost, při které částice dopadají na substrát. Tento jev má, jak je možné pozorovat na **obr. 19**, velký vliv na tvorbu výronu po dopadu částice na substrát. Výron je považován za důležitý faktor vypovídající o vysoké kvalitě spojení částice a substrátu. Tlak pracovního plynu na úrovni 30 bar (dusík) je však nízký pro úspěšnou depozici. Tvorba výronu se začíná objevovat až při tlaku 50 bar. Většina komerčně dostupných zařízení pracuje s tlakem plynu do 50 bar, vyšší tlaky (až 75 bar) může vyvinout pouze několik komerčních zařízení. Depozice za pomoci helia je ve srovnání s dusíkem výrazně efektivnější, má však i své negativní vlastnosti. Hlavním negativem helia je jeho pořizovací cena, s čímž je spojena nutnost jeho rekuperace, tudíž odsávání použitého helia z pracovního prostoru, čištění a následná recyklace. Technologie a technické zázemí, které jsou pro tento krok nutné mají, vysoké pořizovací náklady [70, 108].



Obr. 19: Snímky popisující vývoj depozice v závislosti na parametrech depozice a pracovním plynu (SEM): a) dusík, 30 bar, b) dusík, 50 bar, c) dusík, 70 bar, d) helium, 30 bar [18].

Použití helia má v návaznosti na výraznou tvorbu výronu pozitivní vliv i na mechanické vlastnosti a porozitu nástřiku. Dále bylo prokázáno, že následné tepelné zpracování nástřiku také výrazně snižuje jeho porozitu. Nejvyšší porozitu vykazoval nástřík deponovaný při použití dusíku a tlaku 30 bar. Porozita v as-sprayed stavu byla $5,35 \pm 1,21$ % a po tepelném zpracování (TZ, žíhání, argon, 990 °C/4 h) $1,74 \pm 0,63$ %. Při zvyšování tlaku se porozita nástřiku snižovala, v as-sprayed stavu pro tlak 50 bar byla $2,31 \pm 0,61$ % a pro 70 bar $1,82 \pm 0,46$ %. Tyto hodnoty po TZ klesly na $1,59 \pm 0,46$ % a $1,24 \pm 0,14$ %. Zdaleka nejnižší porozita byla dosažena pomocí helia při tlaku 30 bar, a to $0,21 \pm 0,05$ % v as-sprayed stavu a $0,18 \pm 0,04$ % po TZ. Tepelné zpracování má velice pozitivní vliv na snižování porozity, který je ještě více výrazný v případech, kdy je porozita v as-sprayed stavu vyšší [18, 70].

Zkoušky adhezní pevnosti byly v práci [18] provedeny bez použití lepidla, které je dle normy ASTM C633 běžně používáno. Použití lepidla omezuje aplikovatelnost této metody na materiály, které vykazují vyšší adhezní pevnost než samotné lepidlo, jehož pevnost se pohybuje maximálně kolem 80 MPa. Naměřená adhezní pevnost se v případě as-sprayed nástřiků deponovaných pomocí dusíku pohybovala v rozmezí 73,1 až 132,6 MPa. Tepelné zpracování tyto hodnoty radikálně zvýšilo, a to na 400 až 600 MPa. Adhezní pevnost rozhraní v případě použití helia se ve stavu as-sprayed pohybovala kolem 420 MPa a ve stavu po TZ dosahovala až 900 MPa. Na základě těchto zjištění je zřejmá důležitost TZ po depozici nástřiku, během kterého dochází k redukci množství vnitřních vad a lepšímu spojení jednotlivých částic ať už ke splatekům anebo k substrátu.

Vliv přípravy a povrchu substrátu na adhezní pevnost

Studie, kterou vytvořili T. Hussain et al. [58], nastiňuje problematiku přípravy povrchu substrátu před samotnou depozicí. Jako mechanismy odpovědné za pevnost rozhraní substrát/nástřík studie označuje metalurgické spojení a mechanické zakotvení a zdůrazňuje,

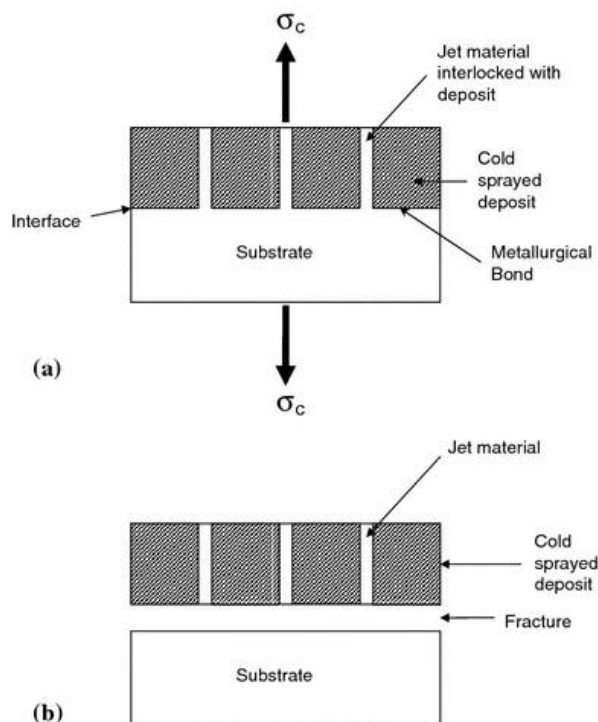
že mechanické zakotvení ve většině případů zodpovídá za vyšší adhezní pevnost než mikrosvařování [53]. Metalurgické spojení je za převažující mechanismus považováno pouze v případech, kdy byl povrch substrátu před depozicí leštěn anebo žhán (pro snížení tvrdosti). Tryskání substrátu před depozicí se v případě CS jeví jako proces, jehož výsledky ve srovnání s dalšími povrchovými úpravami nedosahují tak vysokých hodnot adhezní pevnosti.

Problematika přípravy povrchu substrátu [58] byla studována na systému Cu/AA6082, kdy byl substrát: i) broušen pomocí SiC brusného papíru s průměrnou velikostí částic 58,5 μm , ii) broušen a dále leštěn do zrcadlového lesku, kdy poslední krok bylo použití suspenze koloidního SiO_2 o velikosti 0,1 μm a iii) tryskán částicemi Al_2O_3 s průměrnou velikostí částic 500 μm . Některé substráty byly před depozicí žháný v peci s ochrannou atmosférou (argon) při 400 °C po dobu 1 h. Po depozici byly vzorky opět vloženy do pece a žháný při 400 °C po dobu 15 min. Leštěný substrát měl Ra o hodnotě 0,05 μm a jeho tvrdost po žhání klesla ze 114 na 39 HV0,025. Broušený substrát vykazoval Ra o hodnotě 0,4 μm a jeho tvrdost po žhání klesla ze 106 na 35 HV0,025 a tryskaný substrát vykazoval Ra o hodnotě 3,9 μm a jeho tvrdost po žhání klesla ze 179 na 50 HV0,025.

Nejnižší hodnoty adhezní pevnosti dosahovaly po adhezních zkouškách (za použití lepidla) vzorky s tryskaným povrchem, a to jak v případě žháného, tak nežháného substrátu. Jmenovitě se jednalo o hodnoty $35,5 \pm 4,7$ MPa a $56,6 \pm 2,9$ MPa. Nástřiky na substrátech po broušení, a to ve stavu základním a po žhání substrátu vykazovaly $55,9 \pm 4,0$ MPa a $59,4 \pm 4,5$ MPa. Nejvyšší adhezní pevnosti dosahovalo rozhraní nástřiku na leštěném povrchu substrátu, kdy na substrátu v základním stavu bylo naměřeno $57,4 \pm 5,3$ MPa a ve stavu po žhání došlo dokonce k porušení lepidla. Tudíž je možné říci, že adhezní pevnost rozhraní dosahuje hodnoty vyšší než 69,2 MPa, které dosáhlo samotné lepidlo [58].

Naměřené nízké hodnoty adhezní pevnosti na tryskaných substrátech byly způsobeny synergickým působením několika faktorů. Nejvýznamnějším byla zjištěná přítomnost tryskacího média v povrchu substrátu, kdy částice Al_2O_3 působily jako vady a místa, kde nedocházelo k metalurgickému ani mechanickému spojení s dopadajícími částicemi. Tento negativní jev se po depozici na tryskané povrchy obecně vyskytuje. Dalším důležitým faktorem bylo vytvrzení substrátu během tryskání, a s tím spojené částečné vyčerpání jeho plasticity. Tyto dvě na sebe navazující skutečnosti měly vliv na omezení tvorby výronu na rozhraní Cu/AA6082, a tudíž menší možnost čištění těchto rozhraní od přítomné vrstvy oxidů. Vyšší tvrdost substrátu měla také negativní vliv na tvorbu mechanického zakotvení, která byla tímto efektem omezena [58].

Parciálním výsledkem studie bylo také schéma, které na základě experimentů přibližuje porušování nástřiků, jejichž adhezní pevnost je určena synergií jak metalurgického spojení, tak mechanického zakotvení (**obr. 20**) [58].



Obr. 20: Schéma porušování rozhraní, které vzniklo synergickým působením metalurgického spojení a mechanického zakotvení: a) před porušením, b) po porušení [58].

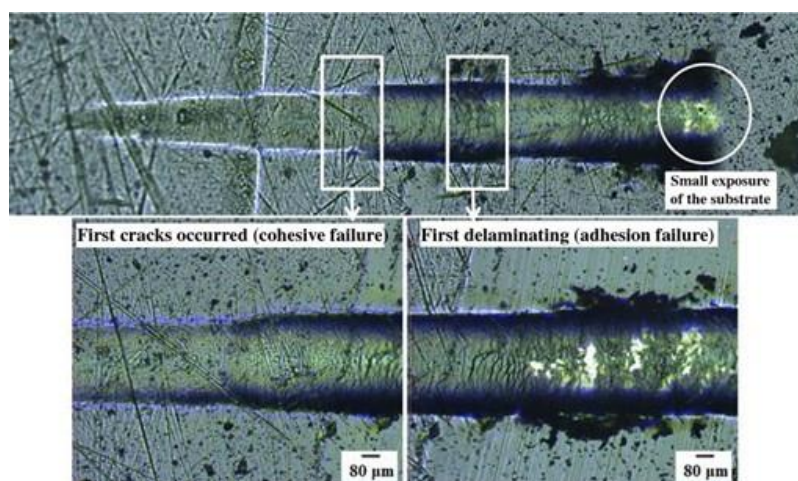
2.9.3 Evaluace adheze/koheze pomocí Scratch Testu

Žárové nástřiky se používají k modifikaci povrchu a jeho vlastností, a to zejména kovových součástí. Úpravou vlastností můžeme předcházet nadměrnému opotřebení, korozi a tepelnému poškození součástí a zvýšit tak jejich životnost nebo alespoň snížit nutnost odstávek i drahých a časově náročných oprav [4, 12, 109]. Mikrostruktura žárových nástřiků je charakteristická výskytem pórů, oxidických plen a tepelných trhlin mezi sploty. Ačkoliv existují aplikace, kde jsou trhliny žádoucí („thermal barrier coatings“), z hlediska odolnosti nástřiku a jeho mechanických vlastností budou trhliny vždy považovány za vady, které efektivně snižují kohezní pevnost ve srovnání s monolitickým materiálem [12, 59, 76, 109].

Funkčnost jakéhokoliv nástřiku je kriticky závislá na adhezní pevnosti substrátu a nástřiku a až poté je dbáno na pevnost kohezní. V případě, že adhezní a kohezní pevnost jsou nízké, výsledná použitelnost takto upravené součásti je prakticky nulová. K testování mechanické odezvy žárových nástřiků se obecně používá 4bodový ohyb, a pro určení adhezní pevnosti zkouška dle normy ASTM C633, obě zkoušky však mají své limity. Vyrobit tělesa pomocí žárových nástřiků, ať už pro 4bodový ohyb nebo pro zkoušku tahem je velice složité, a často nemožné a měření adhezní pevnosti je omezeno pevností použitého lepidla (max ~80 MPa). Z hlediska technologie CS již není často velkou překážkou vyrábět objemová tělesa pro jednotlivé zkoušky, otázkou ale zůstává, zda je to ve všech případech nutné [110, 111]. Pro případy, kdy je předmětem zkoumání rozhraní substrát/nástřik anebo koheze samotného nástřiku, je nutné pro ověření kvality disponovat kvalitními metodami testování, které z části přináší norma ISO 27307:2015 (Žárové nástřiky: Evaluace adheze/koheze žárových nástřiků na bázi keramiky pomocí Scratch Testu) [109].

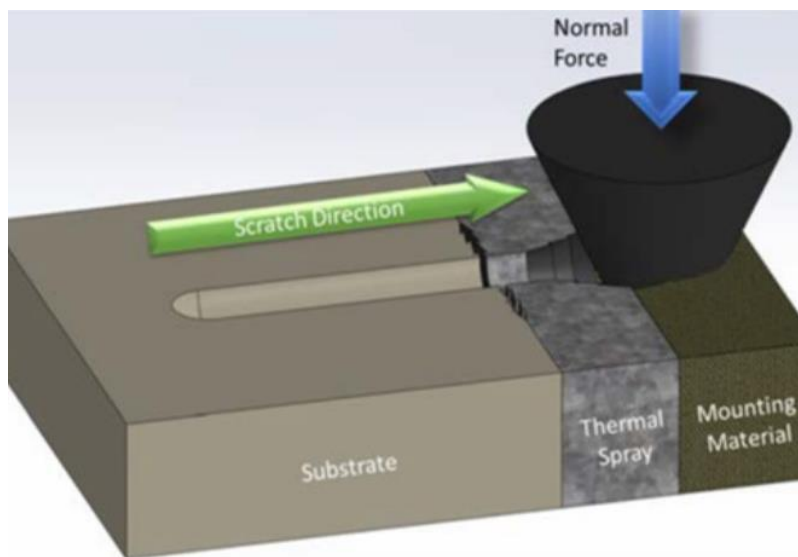
Scratch test lze jako metodu testování využít různými způsoby i při hodnocení CS nástřiků. V závislosti na normálovém zatížení, které je zařízení schopné vyvinout (nano 0,3 – 1000 mN, mikro 0,3 – 40 N, makro 0,3 – 200 N), je možné studovat mechanickou odezvu v rámci jednotlivých splatek, jejich rozhraní [112] anebo celého nástřiku a jeho rozhraní se substrátem [109]. V návaznosti na jednotlivá zatížení a oblast zájmu, kterou chceme podrobit testování, můžeme pomocí scratch testu hodnotit adhezní/kohezní pevnost [109, 113], vrypovou tvrdost [114], otěruvzdornost a vyhodnocovat druh a mechanismus poškození způsobeného během zkoušky [115, 116].

V případě testování adhezní pevnosti tenkých vrstev je indenter se známou geometrií vtlačován postupně narůstající silou do povrchu vrstvy a předem definovanou rychlostí vytváří rýhu do povrchu součásti, dokud nedojde k adheznímu poškození vrstvy (**Obr. 21**). Normálová síla, při které dojde k obnažení substrátu, je označována za sílu kritickou a odpovídá míře adhezní pevnosti tenké vrstvy v testovaném systému [117].



Obr. 21: Snímek reprezentující rýhu na PVD vrstvě provedenou v módu progresivního zatížení s cílem hodnotit adhezní pevnost (SM) [118].

Jsou zdokumentovány pokusy, které pomocí stejné konfigurace testu měly za cíl hodnotit adhezní pevnost žárových nástřiků. V důsledku nutnosti depozice nástřiků o minimální tloušťce v desítkách μm (HVOF, APS) a možnosti depozice nástřiků o teoreticky neomezené tloušťce (CS), byla tato konfigurace shledána značně nevhodnou, a to z důvodu nemožnosti penetrace substrátu skrz nástřik ani při maximálních zatíženích, která byly moderní scratch testery schopny vyvinout [111]. Tato metoda je však s určitými omezeními použitelná pro studium samotné kohezní pevnosti nástřiku a chování splatek a jejich hranic při zatížení [112, 117]. Motivace pro hodnocení adhezní a kohezní pevnosti žárových nástřiků vedla k tvorbě nové konfigurace a metodiky testování, která byla následně standardizována [109]. Jedná se o metodiku, kterou vyvinuli Lopez et. al a její schéma reprezentuje **obr. 22** [119].



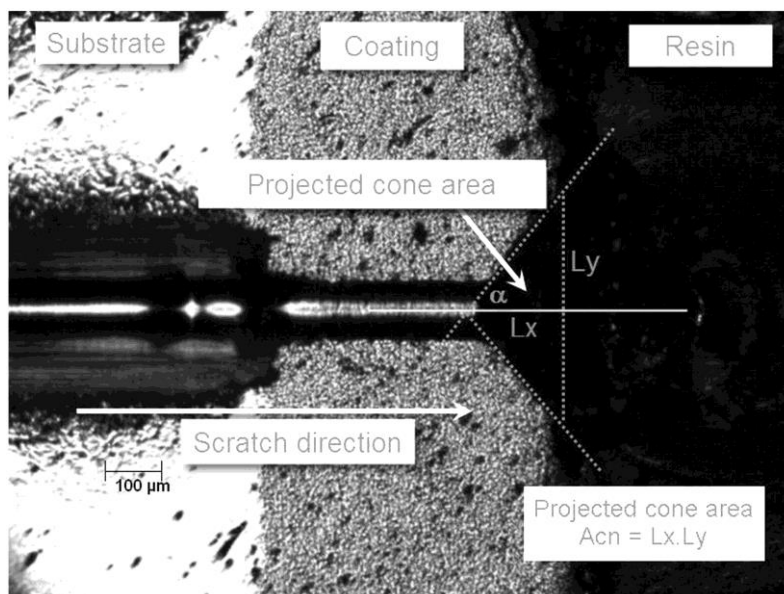
Obr. 22: Konfigurace vzorku, indentoru a rýhy pro testování dle normy ISO 27307 [120].

Modifikace testování dle ISO 27307

V závislosti na použité hladině normálového napětí je možné v systému substrát/nástřík vyvolat při tvorbě rýhy plastickou deformaci, která vede ke koheznímu poškození nástříku nebo dokonce adheznímu poškození lokalizovanému na rozhraní.

Nohava et. al [121] studovali kohezní pevnost žárových nástříků (HVOF, APS) jak z kovových materiálů (Inconel 625, Cr), tak cermetů (WC-Co) a keramik (Al_2O_3). Maximální normálové zatížení dosahovalo v případě kovových materiálů a cermetů 70 N, zatímco u keramik 50 N. Hlavním parametrem vhodným ke vzájemnému porovnávání nástříků, který vykazuje lineární chování v závislosti na zvyšujícím se zatížení v rámci všech materiálů je plocha kužele („Projected cone area (A_{cn})“) na rozhraní nástřík/pryskyřice (**obr. 23**) [122].

Žárové nástříky keramických materiálů, například Cr_2O_3 často obsahují dlouhé trhliny iniciující z rýhy, a to zejména v oblasti kužele. Přítomnost takových trhlin naznačuje nižší kohezní pevnost ve srovnání s nástříky cermetů nebo kovů a jejich slitin. V takových případech je nutné pro efektivní porovnání kohezní pevnosti jednotlivých nástříků hodnotit i další parametry, jako například délku přítomných trhlin. Z kovových materiálů a cermetů vykazoval nejvyšší plochu kužele ($\sim 17000 \mu\text{m}^2$), tedy nejnižší míru kohezní pevnosti Inconel 625. Nástřík vykazoval nízkou pevnost jednotlivých splatek, nízkou odolnost vůči opotřebení a také korozní odolnost [121].



Obr. 23: Schéma vrypu na metalografickém výbrusu příčného řezu nástřiku [121].

Další možností implementace normy ISO 27307 pro testování adhezní a kohezní pevnosti žárových nástřiků je hodnocení jejich odolnosti v rámci několika vybraných hladin [120]. Tento způsob testování již vyžaduje znalosti o chování testovaného materiálu a je nutné hladiny zatížení vybrat tak, aby bylo v materiálu vytvořeno požadované poškození. V případě práce [120] bylo zvoleno zatížení 20 a 30 N, přičemž na každé hladině byly provedeny 3 vrypy pomocí indentoru Rockwell C s rádiusem 200 μm . Hodnocení nástřiku probíhalo způsobem, kdy byla nejdříve hodnocena přítomnost adhezního poškození na rozhraní a případně délka trhlin pro možnost porovnání více takto porušených nástřiků na jedné hladině zatížení. Druhým, z hlediska kvality nástřiku lepším druhem poškození, je kohezní poškození uvnitř nástřiku. Tím jsou myšleny trhliny vycházející z rýhy a hodnotí se opět, zda jsou v nástřiku na dané hladině zatížení přítomné, případně v jaké délce. Pokud nástřik nevykazuje adhezní ani kohezní poškození, přichází na řadu porovnávání vrcholového úhlu kužele na rozhraní volného povrchu nástřiku a pryskyřice. Kužel je přítomný inherentně ve všech případech a čím menší úhel je (tím je menší i plocha kužele), tím má nástřik vyšší míru kohezní pevnosti ve srovnání s ostatními [120].

Takové přímé porovnání několika vzorků je efektivní, rychlé a pouze kvalitativní. Pro hodnocení nových a prozatím netestovaných systémů substrát/nástřik je však nutné zaujmout odlišný a komplexní postoj se snahou o podrobné studium chování nástřiků během testování za různých podmínek a při implementaci různých metod. Toho bylo dosaženo například ve studii Vencla et. al [122], kde se snažili porovnat tuto metodiku scratch testu s výsledky získanými testováním adhezní pevnosti dle ASTM C633. Výsledky obou měření odhalily logický trend, který naznačuje, že s rostoucí adhezní pevností naměřenou pomocí ASTM C633 v jednoosém tahu, roste i adhezní pevnost naměřená na žárových nástřicích dle ISO 27307. Předmětem studia byly nástřiky na bázi Fe, Mo a WC12Co. Je ale důležité zmínit, že principy obou metod se velice odlišují a rýhy vytvořené pomocí scratch testu jsou velice lokalizované, zatímco ASTM C633 získává odezvu z mnohem většího objemu materiálu. Obě metody mají svá úskalí a na základě jejich porovnávání nebylo možné vyvozovat přímé a jasné závěry.

2.9.4 Zkoušky tvrdosti

Použití metod měření mechanické odezvy s nízkými zatíženími může efektivně pomoci odhalit stránky žárových nástřiků, které prozatím studovány příliš nebyly, což nesnižuje jejich důležitost. Při použití nízkých zatížení můžeme měřit vlastnosti jednotlivých splatů, ze kterých je celá homogenní struktura složená, zatímco při měření zatíženími vyššími a technologiemi konvenčními získáváme hodnoty celého kompozitního systému.

Studium z hlediska mikro i makro pohledu nám pomáhá ještě lépe porozumět vztahům mezi depozičními parametry, depoziční a výslednými funkčními vlastnostmi nástřiků. Přesná měření v rámci mikro měřítka jsou možná nyní díky instrumentovaným zkouškám.

Díky instrumentované zkoušce tvrdosti, jejímž principem je kontinuální měření zátěžné síly a hloubky vtisku, jsme schopni vyhodnotit nejen samotnou tvrdost, ale také další důležité materiálové charakteristiky jednotlivých fází, jako například Youngův modul pružnosti nebo práci vykonanou při elastické a plastické deformaci, lomovou houževnatost či adhezní a kohezní pevnosti. Taková měření nám pomáhají lépe pochopit procesy, které probíhají jak při samotné depoziční, tak při testování a následné aplikaci materiálů v praxi. Většina žárových nástřiků na bázi keramiky je při měření vystavována zatížení maximálně 1 kg, a to z důvodu jejich křehkosti a omezené tloušťce (~1 mm). Pokud dochází k nadměrné tvorbě trhlin vycházejících z vtisku, není možné měření prohlásit za platné. Pokud měření probíhá na povrchu nástřiku, je nutné, aby vtisk nedosahoval hloubky vyšší než 10 % tloušťky nástřiku, jinak dojde k ovlivnění hodnoty tvrdosti a opět neplatné zkoušce. Řešením problému s tloušťkou může být měření v řezu, tam je ale nutné dodržovat vzdálenost (většinou tři průměry vtisku) jak od rozhraní substrát/nástřik, tak od volného povrchu [99, 117].

V odborné literatuře zabývající se CS depoziční slitin typu Inconel prozatím neexistují práce, které hodnotily tvrdost nástřiků se zatížením vyšším než 500 g [14, 17, 18, 81, 123]. Měření tvrdosti s nízkým zatížením (HV0,3), mikrotvrdosti (<HV0,2) či dokonce instrumentovaná zkouška tvrdosti jsou adekvátní a velice užitečné nástroje pro hodnocení jednotlivých částic, splatů, fází v nich či dokonce sledování rozdílů tvrdosti mezi vnitřkem a hranicí splatu [124, 125]. Jednou z komplikací, která nastává při hodnocení částic vstupního prášku, je vysoký rozptyl hodnot, který je způsobený umístěním vtisků do zrn s různou krystalografickou orientací. Průměrná hodnota se však ve většině případů blíží hodnotě bulkového materiálu [126].

Z hlediska použitelnosti nástřiku v praxi a jeho odezvy na zatížení je však vhodné nehodnotit chování pouze na mikro, ale také na makro úrovni. Vysoká zatížení (1 až 5 kg) umožní hodnotit chování ne pouze vybrané oblasti, ale celého systému substrát/nástřik a také kvality spojení jednotlivých splatů, a to zejména u CS nástřiků, které je možné v dostatečné tloušťce deponovat. Díky takovému měření je možné kvalitativně hodnotit kohezní pevnost a posuzovat tak optimalizaci použitých depozičních parametrů, čemuž se tato práce bude také věnovat [125–127].

Díky použití vyššího zatížení je také možné redukovat efekt velikosti vtisku („*Indentation size effect*“, *ISE*). Tento efekt se projevuje vyššími naměřenými hodnotami tvrdosti při použití nižších zatížení, což je spojeno s vyšším vlivem elastické deformace. Při zvyšování zatížení hodnota tvrdosti klesá, roste totiž interakční objem, který statisticky obsahuje více vad.

U žárových nástřiků je tento efekt poměrně výrazný, a to také z důvodu vysoké heterogenity nástřiků, přítomnosti vad anebo vícefázového složení [99, 111, 121, 128].

Běžně se stává, že měření, ať už na nano, mikro nebo makro úrovni, vykazuje defektní chování a vysokou odchylku. V závislosti na druhu materiálu a cíli měření je běžnou praxí nezahrnovat takové hodnoty do výsledku, protože by to zvyšovalo rozptyl a snižovalo spolehlivost měření. V některých případech se však může jednat o důležitou vlastnost materiálu a její kvantifikace může být cílem takového měření [128].

2.9.5 Únavové vlastnosti materiálů deponovaných pomocí CS

Únavový degradační proces je příčinou porušení minimálně 75 % mechanicky zatížených součástí [129]. V rámci potenciální implementace technologie CS jako nástroje pro opravu opotřebených součástí se však bavíme o mnohem komplikovanějším systému než v případě konvenčně vyrobených součástí. Navzdory tomu, že opravená součást obsahuje pouze malý objem nástřiku, je nutné, aby bylo působící napětí adekvátně přenášeno na nový materiál, a ten byl schopný takovému zatížení odolávat stejně nebo lépe než součást konvenční. V tomto případě je nutné získávat data a porovnávat únavové vlastnosti jak základního materiálu, tak nástřiku, a to ve stavu as-sprayed, ale i ve stavu po tepelném zpracování. Nevýhodou nástřiků připravených pomocí technologie CS je totiž jejich vyčerpaná plasticita, která má zásadní vliv na únavové vlastnosti nástřiků, zejména v as-sprayed stavu. Nicméně, u nástřiků v as-sprayed stavu je charakteristická a důležitá přítomnost výrazného tlakového vnitřního napětí v nástřiku, které má na únavovou životnost vliv pozitivní. Cílem testování únavových vlastností a následné fraktografické analýzy je studium chování nástřiků a součástí při cyklickém zatížení, a to jak za pokojových, tak za zvýšených teplot. S ohledem na to, že je CS poměrně nová a perspektivní technologie, je nutné klást důraz na získání kvalitních a komplexních dat o chování jednotlivých materiálů a na jejich základě popisovat přítomné mechanismy porušování a jejich návaznosti na podmínky zatěžování [2, 4, 12, 23, 29, 58, 98, 100, 102, 103, 129–133].

Moridi et al. [131] studovali chování slitiny AA6082 deponované na podobné slitině na bázi hliníku pomocí únavové zkoušky v režimu ohybu za rotace. Během testování nedocházelo k delaminaci mezi nástřikem a substrátem a bylo experimentálně zjištěno, že nástřik díky přítomnosti tlakových vnitřních napětí zvyšuje únavovou životnost o 14,7 % ve srovnání s konvenčně vyrobeným zkušebním tělesem.

Bagherifard et al. [23] zkoumali schopnosti technologie CS pro výrobu volně stojících součástí ze slitiny Inconel 718. Tahová zkouška vzorků v as-sprayed stavu za pokojové teploty prokázala čistě křehké porušení, které bylo lokalizováno mezi jednotlivými sploty v nástřiku (dekoheze). Tepelné zpracování (1200 °C/1 h) mechanické i plastické vlastnosti radikálně zvýšily. Mez pevnosti se zvýšila ze 713 ± 11 MPa na 1289 ± 2 MPa a tažnost se zvýšila z původních $0,45 \pm 0,10$ % na 15 ± 1 %. Silově řízené únavové testování s konstantní amplitudou napětí ($R = 0,1$) bylo provedeno pouze na vzorcích po TZ a odhalilo, že únavová pevnost vzorků, časovaná na 2 miliony cyklů odpovídala 435 ± 26 MPa. Fraktografická analýza prokázala kombinaci jak mechanismu štěpného, tak tvárného, kdy byly na lomové ploše nalezeny jak oblasti s jemnou jamkovou morfologií charakteristické pro nízkoenergetický tvárný lom, tak oblasti dekoheze po hranicích splotů. Morfologie lomových ploch jak po

zkoušce tahem, tak po zkouškách únavových spolu z hlediska nálezu korelovaly. Dále bylo možné sledovat, že s výškou teploty při TZ roste také množství a velikost přítomných jamek.

Petráčková et al. [134] dokázali na základním materiálu ze slitiny A357-T6 opravit pomocí CS uměle vytvořené dutiny různých tvarů (sférická, kuželová, lichoběžníková) a eliminovat tak téměř jejich negativní vliv na únavovou životnost. Povrch vady byl před depozicí tryskán pro zvýšení adhezní pevnosti rozhraní substrát/nástřík a před únavovým testováním vykazoval povrch měrné části vzorku $Ra\ 0,35 \pm 0,05\ \mu m$. Únavové testování probíhalo v režimu tah-tlak („push-pull“) ($R = -1$). Testovány byly hladiny napětí 90 a 100 MPa, přičemž časovaná únavová pevnost dosahovala v případě opravených těles 94 % hodnoty těles vyrobených konvenčně. Fraktografická analýza odhalila, že ani v jednom případě nedošlo k delaminaci nástříku během testování a iniciační místa byla lokalizována na vadách v základním materiálu, nikoliv nástříku. V navazující práci [135] zjistili, že adhezní pevnost nástříku deponovaného na tryskaný povrch přesahuje pevnost lepidla použitého při testování dle ASTM C633 (70 MPa), zatímco adhezní pevnost v případě depozice na povrch leštěný dosahuje pouze 45 MPa. Dále odhalili, že kuličkování („shot peening“) povrchu před depozicí nemá významný vliv na adhezní pevnost, zatímco zvýšení teploty pracovního plynu při depozici pozitivně ovlivňuje jak pevnost adhezní, tak kohezní.

3 CÍLE DIZERTAČNÍ PRÁCE

Experimentální část dizertační práce je zaměřena na studium vlastností materiálu Inconel 713LC deponovaného pomocí technologie CS. Výroba experimentálních nástřiků byla prováděna na zařízení Cold Spray od firmy Impact Innovations GmbH (Německo), kterým disponuje Ústav materiálových věd a inženýrství (ÚMVI) na VUT FSI v Brně. Studovaný systém byl primárně tvořen práškem slitiny IN713LC deponovaným na substrát vyrobený ze stejné slitiny. V rámci experimentů byly pro optimalizaci parametrů a studia vlivu morfologie povrchu a tvrdosti substrátu použity také ocel ČSN EN 15142 (1.7225) a hliníková slitina AA5083. Studium těchto systémů by mělo nabídnout potenciální přesah a aplikaci nástřiků v průmyslovém sektoru, a to ve spolupráci s průmyslovým partnerem. Výstupem této dizertační práce je obsáhlý základní výzkum, sloužící jako výchozí znalostní základna pro před aplikační výzkum zahrnující technologii CS a materiál IN713LC, který dle dostupných informací v literatuře touto technologií prozatím zpracován nebyl. Na základě této příležitosti a motivace byly stanoveny následující parciální cíle.

- 1) Analýza výchozího prášku ze slitiny Inconel 713LC, na jejímž základě budou stanoveny procesní parametry
- 2) Optimalizace procesních parametrů pro CS depozici
- 3) Studium a hodnocení mikrostrukturních charakteristik připravených nástřiků a studium jejich vlivu na adhezní a kohezní pevnost, tvrdost a únavové vlastnosti
- 4) Vývoj nové metodiky pro výpočet depoziční efektivity
- 5) Optimalizace drsnosti povrchu substrátu na základě zkoušek adhezní pevnosti
- 6) Studium vlivu předehřevu substrátu pomocí různých metod na výslednou kvalitu nástřiku
- 7) Analýza získaných výsledků a posouzení vhodnosti studovaného systému a technologie CS pro implementaci do průmyslu

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST DIZERTAČNÍ PRÁCE

4.1 Experimentální metody

CS zařízení

Pro depozice slitiny IN713LC byl využíván CS systém EVO CS I v konfiguraci 5/11 od firmy Impact Innovations. Tento systém umožňuje dosahovat teplot pracovního plynu až 1100 °C a tlaku 50 bar, což je klíčové pro efektivní depozici nástřiků nejen slitin typu Inconel. Důležitou vlastností systému je vodní chlazení trysky, které snižuje riziko jejího ucpání a prodlužuje tak její životnost. Při depozici IN713LC byly výhradně používány trysky z karbidu křemíku (SiC). Tento čistě keramický materiál vykazuje nižší afinitu k IN713LC, což oddaluje ucpávání trysky. Trysky z SiC lze také chemicky odleptat bez poškození samotné trysky, na rozdíl od trysek z karbidu wolframu (WC) s kobaltovou maticí.

Srdcem této technologie je tzv. "gun", který se skládá z keramické komory s odporovými dráty pro ohřev pracovního plynu o výkonu až 40 kW, vyměnitelné de Lavalovy trysky a příslušného vodního chlazení. Tato sestava je připojena k šestiosému robotickému ramenu IRB-4600 od firmy ABB Ltd. (Německo).

K podávání a uchovávání prášku během depozice se používá zásobník prášku s rotačním diskem FD3-120. Disk obsahuje po svém obvodu 120 děr o průměru 3 mm a hloubce 4 mm a na základě nastavení jeho otáček na kontrolním panelu je upravováno množství podávaného prášku. Vzorky byly před každou depozicí vyčištěny v ultrazvukové lázni s acetonem a vysušeny. Depoziční úhel byl v rámci experimentů konstantní, a to 90°.

Analýza prášku

V rámci experimentální části dizertační práce byla provedena komplexní analýza vstupního práškového materiálu Inconel 713LC dodaného firmou Sandvik Osprey Ltd. (Velká Británie). Analýza probíhala dle metodiky vytvořené během studia a experimentálních činností v rámci dizertační práce.

Distribuce velikosti částic byla ověřena pomocí laserového difraktometru (LA-950, Horiba Ltd., Japonsko), zatímco chemické složení spolu s morfologií a mikrostrukturou práškových částic bylo analyzováno pomocí FEG-SEM (Ultra Plus, Carl Zeiss AG, Německo). Ten byl vybaven detektory EDS (X-Max 20, Oxford Instruments plc, Velká Británie) a EBSD (Nordlys Nano, Oxford Instruments plc, Velká Británie). Pro pozorování mikrostruktury a vyhodnocování experimentů, kde nebylo nutné používat pokročilejší techniky jako EDS nebo EBSD, byl hojně využíván SEM Tescan Vega 4 (Tescan Orsay Holding, Česko).

EBSD analýzy byly vždy prováděny na metalografických vzorcích nakloněných na 70° a připravených standardními postupy zakončenými v závislosti na získaném signálu: i) leštěním diamantovou pastou (0,7 μm), ii) vibračním leštěním (QPol Vibro, QATM GmbH, Německo) v koloidním roztoku SiO₂ (0,05 μm) anebo iii) elektrolytickým leštěním (LectroPol-5, Struers GmbH, Německo) v roztoku kyseliny octové (94 %) a chloristé (6 %). Analýzy byly prováděny s urychlovacím napětím 20 kV a velikostí skenovacího bodu od 0,05 do 0,3 μm, pomocí clony 120 μm v režimu vysokého proudu. Minimální plocha zrna byla nastavena na 10 pixelů.

Hodnota Kernelovy průměrné misorientace (KAM) pro každý pixel byla vypočítána jako průměrné vychýlení mezi měřeným bodem a 8 nejbližšími sousedy, a prahová hodnota pro vychýlení sub-zrn byla nastavena na 5°.

Metalografická analýza

Deponované nástríky byly podrobeny měření porozity a tloušťky vrstvy, jako základních charakteristik použitých pro hodnocení vhodnosti depozičních parametrů, kvality nástríků a kalkulace depoziční efektivity. Zmíněné charakteristiky byly měřeny převážně na snímcích pořízených pomocí světelného mikroskopu (Zeiss Axio Observer Z1m, Carl Zeiss AG, Německo) s motorizovaným stolcem v osách X/Y. K samotnému vyhodnocení porozity na plochách o velikosti 5 až 180 mm² a tloušťky vrstev pomocí vestavěných modulů sloužil software Olympus StreamMotion (Olympus, Japonsko).

Rentgenová difrakce

Fázové složení prášku a nástríků před a po tepelném zpracování bylo analyzováno rentgenovou difrakcí (X'Pert Pro, Phillips, Nizozemsko). Difraktometr byl nastaven v Bragg-Brentano geometrii, vybaven 1D detektorem X'Celerator a s použitím Cu K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) záření. Cu lampa pracovala při proudu 30 mA a napětí 40 kV. Měření bylo prováděno v rozsahu 2 θ mezi 20° a 105° s krokem 0,016°. Fázové složení bylo vyhodnocováno na základě známého chemického složení pomocí databází PDF2 a ICSD. Kvalitativní fázové analýzy, mřížkové parametry a velikosti krystalitů byly vypočítány pomocí Rietveldovy metody (software X'Pert Highscore, Malvern Panalytical Ltd., Nizozemsko) z naměřených difrakčních dat s použitím externího Si standardu.

Zbytkové napětí

Evoluce zbytkových napětí v deponovaných nástrících byla měřena pomocí rentgenového difraktometru (AST X-Stress 3000, Stresstech GmbH, Německo) emitujícího záření Cr K α a kolimátoru s průměrem 2 mm. Použita byla metoda $\sin^2\psi$ při difrakčním úhlu 133,5° pro Inconel 713LC (kalibrováno pomocí standardního Ni vzorku). Měření se skládalo z 9 naklonění úhlu χ v rozsahu od -45° do 45° podél tří rotací (0°, 45° a 90°). Hloubkové profily zbytkových napětí byly získány pomocí elektrolytického odleptávání roztokem kyseliny octové (94 %) a kyseliny chloristé (6 %) a zařízení pro elektrolytické leštění.

Extrakce lamel a pozorování

Před extrakcí lamel bylo provedeno vibrační leštění po dobu 15 hodin v koloidním SiO₂ (0,05 μm). Lamely připravené z příčného řezu částice prášku a z povrchu vybraných leštěných nástríků byly extrahovány pomocí FEI Helios NanoLab 660 (Thermo Fisher Scientific Inc., USA) vybaveného fokusovaným iontovým svazkem (FIB). Lamely byly vykopány pomocí urychlovacího napětí 30 kV a proudu 21 nA. Leštění lamel bylo provedeno při nižším proudu, konkrétně 2,5 a 0,79 nA, a ztenčování bylo provedeno následným proudem 0,79, 0,43 a 0,23 nA při konstantním napětí. Finální ztenčování bylo provedeno při sníženém urychlovacím napětí 5 kV a proudu 68 pA. Mikrostrukturní detaily byly pozorovány pomocí výsuvného STEM detektoru se segmenty BF/DF/HAADF ve FEI Verios 460L a FEI Helios Nanolab 660 při 30 kV. Mikroanalýza chemického složení lamely prášku ve vysokém rozlišení (EDS mapping) byla realizována v TFS Talos F200i s EDS detektorem Bruker X-flash (Bruker

Corp., USA). Transmisní Kikuchiho difrakce (TKD) všech lamel byla provedena pomocí SEM Zeiss Ultra Plus.

Tepelné zpracování

V rámci práce byla použita dvě různá konvenční tepelná zpracování, a to s cílem navrátit nástřikům jistou úroveň plasticity a normalizovat jejich mikrostrukturu. Prvním bylo stárnutí neboli precipitační vytvrzování vybraných vzorků, které zahrnovalo ohřev na 890 °C (5,6 °C/min) s dobou výdrže 8 hodin, následovaný ochlazením na vzduchu na pokojovou teplotu a bylo realizováno v muflové peci v ochranné atmosféře argonu (VMK 22, Linn GmbH, Německo). Druhé tepelné zpracování se skládalo z rozpouštěcího žíhání na teplotě 1200 °C (9 °C/min) a výdrží 2 hodiny s následným ochlazením na vzduchu. Na něj navazovalo precipitační vytvrzování opět na teplotě 890 °C, výdrží 8 hodin a ochlazením na vzduchu pro možnost oba tyto procesy porovnat. Tepelné zpracování probíhalo v laboratorní peci (LNT25, ELSKLO spol. s r.o., Česko) bez ochranné atmosféry.

Tvrdost

Tvrdost dle Vickerse byla měřena jak na všech vstupních práškových materiálech, tak substrátech a nástřicích pomocí zařízení Qness Q10 A (QAtm GmbH, Německo) s výdrží 10 s. V hodnotách tvrdosti byl očekáván jistý rozptyl, a to z důvodu výskytu porozity, distribuce vnitřních napětí a přítomnosti nespojitostí nebo vad mezi jednotlivými sploty. Proto bylo vždy provedeno minimálně 10 platných měření z reprezentativních oblastí. Většina měření byla uskutečněna na příčných řezech leštěných metalografických vzorků. Prášky z důvodu jejich velikosti a tvrdosti byly podrobeny měření se zatížením 20 g, zatímco většina substrátů a nástřiků byla pro komplexnost studia a hodnocení evoluce tvrdosti měřena širokou škálou zatížení (50 g až 5 kg), na kterou plynule navazuje instrumentované měření tvrdosti s velice nízkým zatížením. Cílem návaznosti měření tvrdosti bylo potvrzení vlivu velikosti vtisku („*indentation size effect*“) a studium dalších mikrostrukturních vlivů na hodnotu tvrdosti a chování relativně křehkého nástřiku při různých zatíženích.

Instrumentovaná zkouška tvrdosti

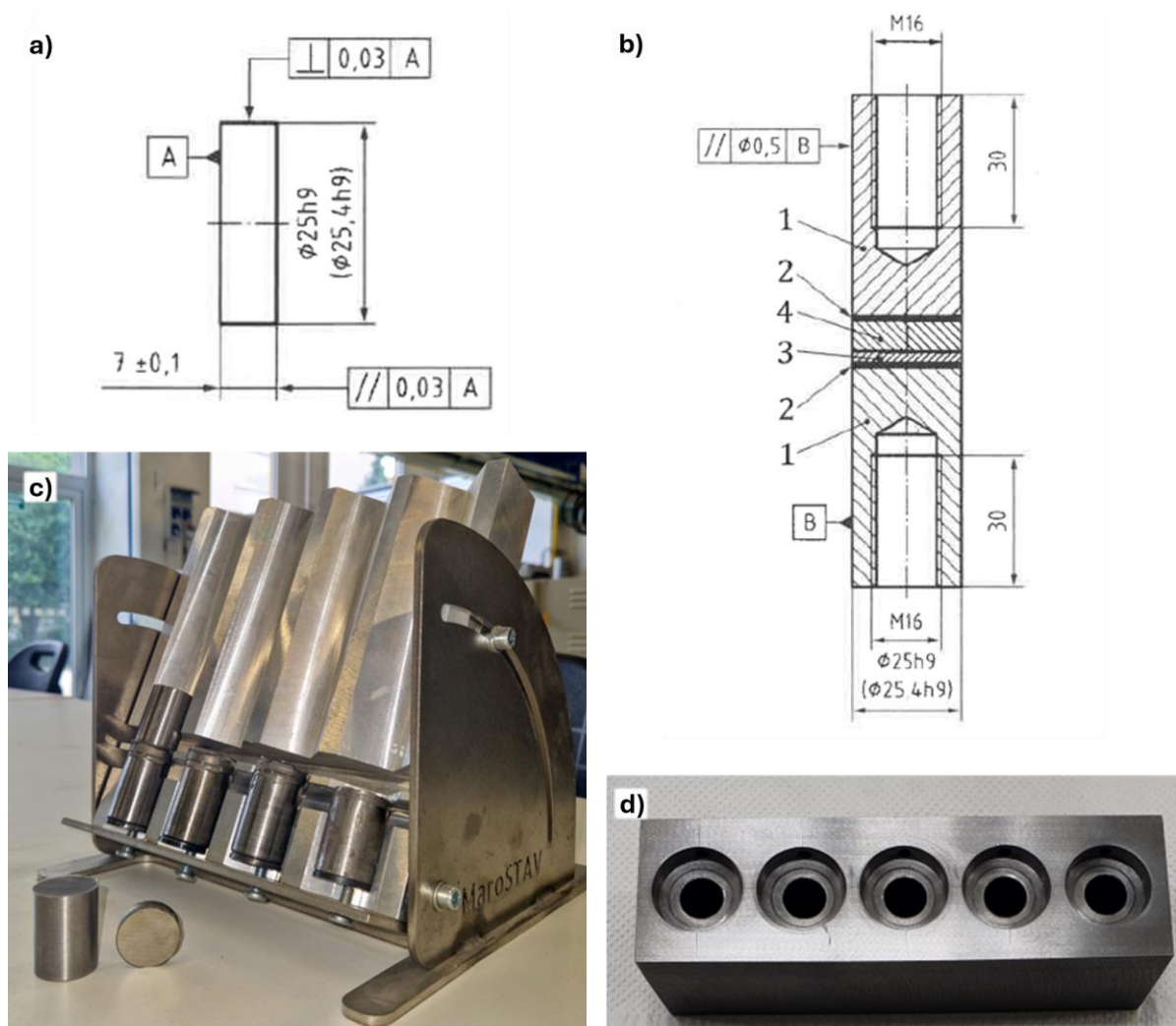
V případě prášků, substrátů i nástřiků byla provedena instrumentovaná zkouška tvrdosti (CSM Instruments NHT², Anton Paar Group AG, Rakousko) při aplikaci různých zatížení a módů testování za použití Berkovichova indentoru dle metody Olivera a Pharra [136]. Prášky byly z důvodu jejich velikosti podrobeny měření se zatížením 5 mN. Pro hodnocení vlivu dopadu částic prášku na substrát při depozici byly měřeny a vyhodnocovány mapy tvrdosti v blízkosti rozhraní substrát/nástřik [137]. Takové mapy byly pro komplexnost měření získány při měření se zatíženími 5, 10, 100 a 400 mN. Substráty i nástřiky deponované za pomoci různých depozičních parametrů byly následně podrobeny měření v tzv. CMC módu. Jedná se o kontinuální multicyklický mód měření, při kterém dochází v rozsahu zatížení od 2 do 500 mN k zatížení indentoru, vytvoření vtisku, výdrži 10 s a odtížení o 90 %. Poté následuje zatížení na vyšší hladinu zatížení a další odtížení. Tento princip se opakuje po dobu dvaceti cyklů a přináší značnou časovou úsporu ve srovnání s instrumentovaným měřením tvrdosti na jednotlivých hladinách.

Instrumentovaná zkouška tvrdosti je z hlediska testování žárových nástřiků vhodná díky své jednoduchosti, přesnosti a možnosti měření Youngova modulu pružnosti. Jeho evoluce s rostoucím zatížením v rozmezí 2 až 500 mN byla vyhodnocována a porovnávána mezi jednotlivými substráty a nástřiky. Pro toto měření bylo nutné kalkulovat s Poissonovým číslem, které pro IN713LC mělo hodnotu 0,29. Hodnota Youngova modulu pružnosti byla porovnána také s měřením pomocí impulsní excitační metody [138]. V rámci této práce bude instrumentovaná zkouška tvrdosti sloužit k hodnocení optimalizace depozičních parametrů na základě měření Youngova modulu pružnosti, a také evoluce tvrdosti.

Adhezní pevnost

Adhezní pevnost rozhraní substrát/nástřik byla hodnocena v souladu s normou ČSN EN ISO 14916 (konfigurace B) za použití substrátů vyrobených z materiálu Inconel 713LC. Substráty měly tvar válce s průměrem 25 mm a tloušťkou 7 mm (**obr. 24a**). Povrch těchto substrátů byl modifikován za účelem studia vlivu drsnosti a dalších povrchových charakteristik v kombinaci s různými depozičními parametry na adhezní a kohezní pevnost systému substrát/nástřik. Povrchové charakteristiky byly analyzovány pomocí laserového konfokálního mikroskopu Lext OLS 4100 (Olympus, Japonsko) a vyhodnocovány dle normy ČSN EN ISO 21920.

V rámci testování dle této konfigurace byly vzorky (tzv. penízky) slepeny pomocí lepidla se dvěma válcovými protikusy se závity (**obr. 24b**). Celá sestava byla umístěna v prizmatickém držáku (**obr. 24c**) a vložena do pece pro vytvrzení lepidla před samotným testováním. Pro prvotní testování bylo použito lepidlo FM-1000 (HTK, Hamburg, Německo), zatímco pro většinu experimentů bylo použito komerční lepidlo UHU PLUS ENDFEST 300 (Bühl, Německo). Vytvrzování probíhalo v komorové popouštěcí peci LAC PP49/65 (Rajhrad, Česko) při teplotě 190 °C s výdrží 10 minut, následované ochlazením na vzduchu. Samotné zkoušení adhezní pevnosti probíhalo na univerzálním zkušebním stroji ZwickRoell Z250 (ZwickRoell Group, Německo) s rychlostí příčnicku 0,5 mm/min.



Obr. 24: Propriety ke zkoušce adhezni pevnosti dle konfigurace B: a) substrát ve tvaru penízku, b) schéma penízku a upínacích částí pro zkoušku [110], c) prizmatický držák, d) držák pro depozici.

Scratch test

Pro hodnocení kvality rozhraní substrát/nástřík z hlediska adhezni pevnosti a nástříku samotného z hlediska pevnosti kohezni, bylo využito zařízení typu Scratch test (CSM Instruments Revetest RST², Anton Paar Group AG, Rakousko). Metodika testování byla inspirována normou ISO 27307, avšak některé úkony a charakteristiky byly upraveny z důvodu standardizace této normy pro žárové nástříky na bázi keramiky, které mají odlišné vlastnosti a chování oproti kovovým nástříkům deponovaným pomocí technologie Cold Spray.

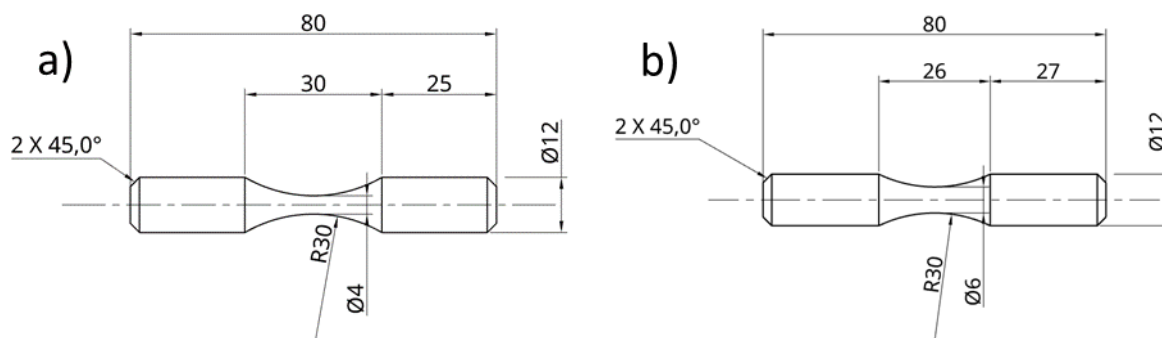
Testování probíhalo na vzorcích s různými povrchovými úpravami substrátu před depozicí a s různými depozičními parametry. Pro vytváření rýh na povrchu metalografických výbrusů byl použit indentor typu Rockwell C s rádiusem 200 μm . Nejnižší normálové zatížení (0,3 N) bylo použito při tzv. „Pre-Scan“ a „Post-Scan“ rýhách, kdy byla nejprve skenována morfologie povrchu před samotným testem a následně kontrolována rýha po testu. Tato dodatečná měření zvyšovala možnost kontroly testování a opakovatelnost procesu. Na každé hladině zatížení (5 až 200 N) bylo provedeno 3 až 18 rýh, a to rychlostí 2 mm/min po dráze dlouhé až 1,5 mm v závislosti na tloušťce nástříku.

Metodika vyhodnocování vyvinutá v rámci této práce na počátku zahrnovala použití objektivů osazených na zařízení Scratch test. Nicméně kvůli nedostatečné hloubce ostrosti a omezené schopnosti detailně sledovat poškození na rozhraní substrát/nástřík byl do vyhodnocování implementován světelný mikroskop Zeiss Axio Observer Z1m s funkcí rozšířené hloubky ostrosti (EDF – „Extended Depth of Field“). Ani tento mikroskop však v krajních případech nedokázal dostatečně přesně zachytit povahu poškození.

Takto získané výsledky poškození na rozhraní a v nástřiku byly podhodnocené, což zkreslovalo a uměle snižovalo vliv normálového napětí na poškození nástřiku. Přesného a důvěryhodného vyhodnocení bylo dosaženo použitím elektronového mikroskopu Tescan Vega (Tescan Orsay Holding, Česko). Zároveň bylo díky elektronové mikroskopii možné přímo provádět i fraktografickou analýzu a hodnotit mechanismy poškození, což pomocí světelné mikroskopie možné nebylo. Metodika samotného testování je v **příloze 1**.

Únavové zkoušky

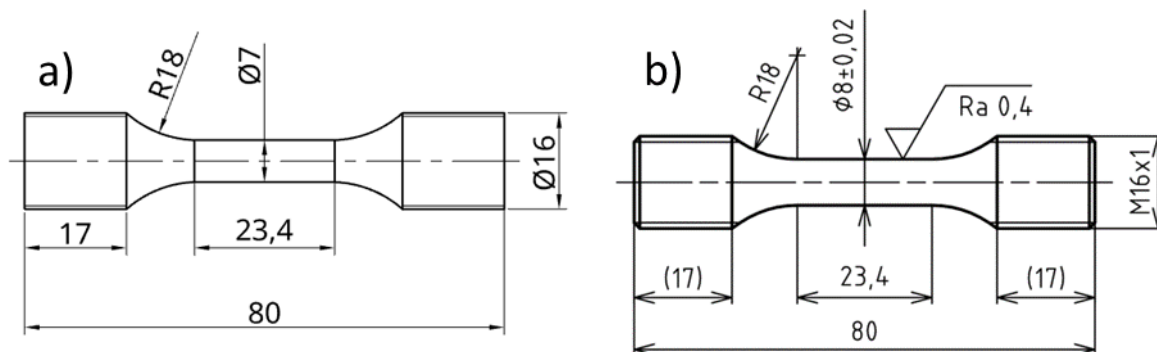
Únavové vlastnosti nástříků a systému substrát/nástřík byly zkoumány za různých podmínek. V režimu ohybu za rotace za pokojové teploty na zařízení Italsigma 2TM831 byly testovány konvenčně vyrobené vzorky z materiálu IN713LC s cílem srovnání únavových charakteristik se vzorky obsahujícími CS nástřík. Zvolený režim je vhodný pro simulaci podmínek, kdy jsou součásti, jako právě lopatky turbín, vystaveny cyklickému ohybovému zatížení v synergii s rotací turbínového kola. Nástřík na takových vzorcích byl získán depozicí na substráty s menším průměrem v jejich měrné oblasti (**obr. 25a**). Po depozici byla měrná oblast podrobena obrábění, broušení a leštění. Všechny testované vzorky měly shodnou standardní geometrii viz **obr. 25b**. Cyklické zatěžování probíhalo v sinusoidálním režimu s frekvencí 50 Hz za použití parametru asymetrie zátěžného cyklu $R = -1$. Počet cyklů 10^7 byl stanoven jako maximum a v případě, že ani po tomto počtu cyklů nedošlo k porušení vzorku, byl získaný bod (S-N křivky) označen jako tzv. run-out a zkouška byla ukončena.



Obr. 25: Geometrie vzorků: a) pro CS depozici, b) pro únavové testování v režimu ohybu za rotace.

Vzhledem k tomu, že superslitiny typu Inconel jsou díky své žárupevnosti a žáruvzdornosti primárně určeny k provozu za vysokých teplot a napětí, kdy vykazují mnohem vyšší houževnatost než za pokojových teplot, byly podrobeny také únavovému testování v režimu tah-tlak za teplot 800 a 950 °C. Toto cyklické zatěžování bylo provedeno na rezonančním pulsátoru Amsler 10 HFP s frekvencí 105 až 115 Hz a parametrem asymetrie zátěžného cyklu $R = -1$. Tělesa pro cyklické zatěžování byla pro účely CS depozice vyrobena s menším průměrem měrné části (**obr. 26a**), následně byla podrobena depozici, obrábění a broušení.

Geometrii zkušebních těles reprezentuje **obr. 26b**. Před samotným testováním byla drsnost povrchu měrné oblasti všech typů únavových vzorků analyzována pomocí laserového konfokálního mikroskopu Lext OLS 5100 (Olympus, Japonsko).



Obr. 26: Geometrie vzorků: a) pro CS depozici, b) pro únavové testování v režimu tah-tlak za vysokých teplot.

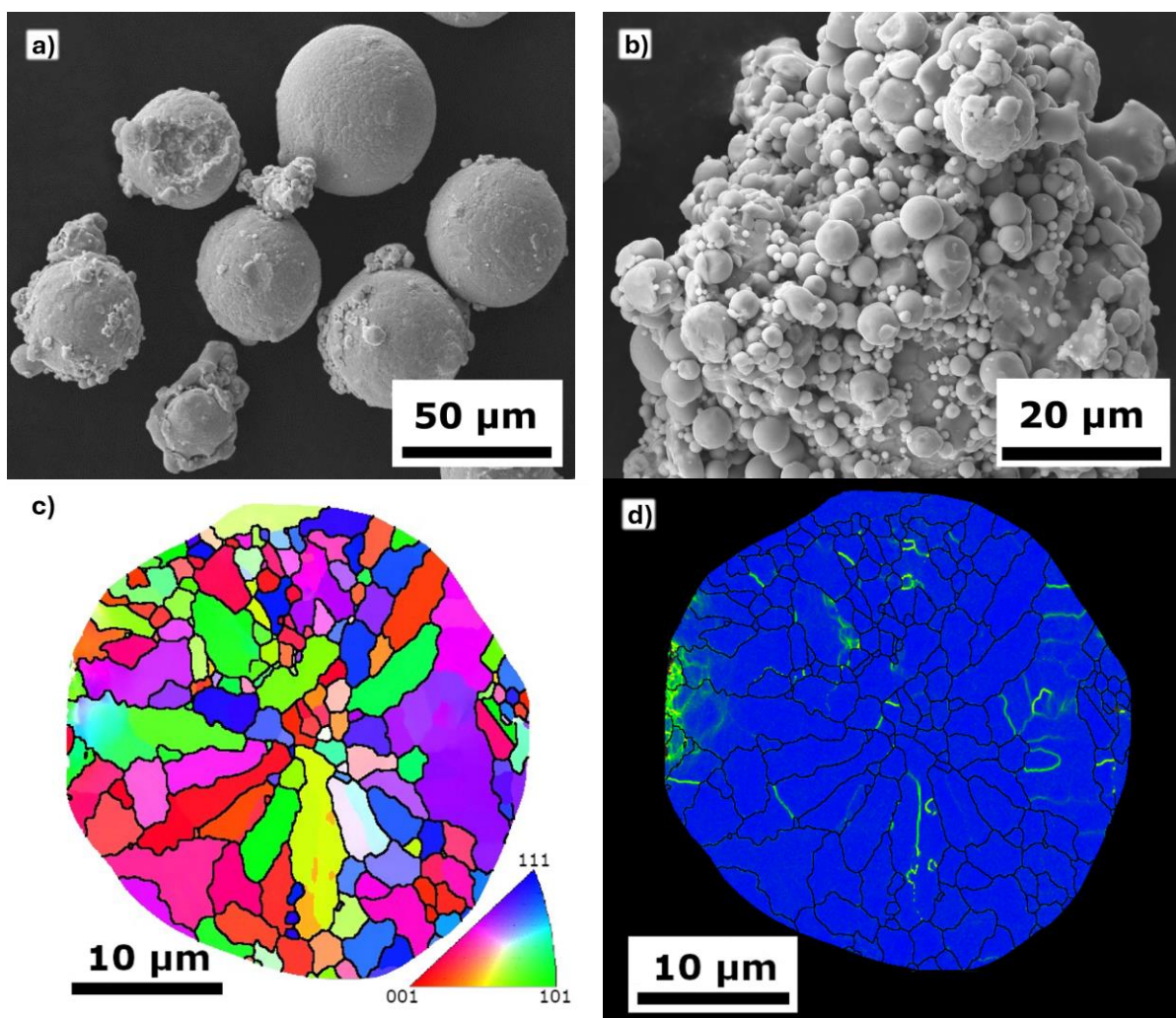
4.2 Analýza vstupního prášku Inconel 713LC

Nízká depoziční efektivita, jako jedna z největších obtíží, znemožnila provedení optimalizace depozičních parametrů a depozici všech vzorků potřebných pro komplexní hodnocení nástřiků z původní šarže prášku dále označované jako „X“. Provedená analýza distribuce velikosti částic ukázala, že percentily D_{10} , D_{50} a D_{90} odpovídají hodnotám 27,0; 39,2 a 53,8 μm .

Na základě zkušeností, znalostí a doporučení byl pro finální experimenty pořízen prášek o shodném chemickém složení dále označován jako „Y“. Distribuce velikosti částic D_{10} , D_{50} a D_{90} odpovídala hodnotám 15,8; 22,8 a 32,5 μm . V obou případech se však z hlediska velikosti částic jednalo o prášek, který je vhodný pro zpracování pomocí CS technologie, přičemž změna distribuce velikosti částic vedla spolu s nižší naměřenou tvrdostí prášku „Y“ ke zvýšení depoziční efektivity a úspěšnému dokončení všech plánovaných experimentálních prací.

Na **obr. 27a** můžeme pozorovat částice prášku „X“ vykazující sférický tvar a také množství drobných satelitů, které vznikly v průběhu atomizace v inertním plynu. Dále můžeme sledovat přítomnost aglomerátů, které jsou tvořeny velkým množstvím drobných částic prášku (**obr. 27b**). Na základě podrobného studia bylo odhaleno, že aglomeráty jsou spojeny drobnými krčky. Ačkoliv mají aglomeráty velikost podobnou jako ostatní (větší sférické) částice, jejich chování při depozici bude s největší pravděpodobností odlišné a nebude pozitivní. Jejich přítomnost tak může být jednou z příčin nízké depoziční efektivity.

Částice vykazují převážně jemnou dendritickou mikrostrukturu (**obr. 27c**), kdy dendritická zrna nalezená pomocí EBSD analýzy měla velikost v rozmezí 0,3 až 10,5 μm s mediánovou hodnotou 2,1 μm . KAM mapa (**obr. 27d**) ukázala pouze nízké úrovně lokálních misorientací, což je pro prášek ve stavu po atomizaci charakteristické [22].



Obr. 27: Prášek IN713LC A: a) sférické částice se satelity (SEM, SE), b) aglomerát (SEM, SE), c) IPF mapa ukazující dendritickou strukturu částice, d) KAM mapa ukazující nízkou misorientaci.

Prášek „Y“ vykazoval pro depozici pomocí technologie CS lepší vlastnosti, a to zejména z důvodu přítomnosti menšího množství satelitů a aglomerátů. EBSD analýza ukázala, že mikrostruktura částic je též dendritického charakteru s prvky buněčné mikrostruktury a rozsah velikosti jednotlivých zrn je od 0,2 do 8,6 μm s průměrnou a mediánovou hodnotou 2,2 a 1,9 μm . Drobný pokles těchto hodnot ve srovnání s práškem „X“ byl pravděpodobně způsoben v průběhu atomizace, kdy menší částice tuhnou rychleji než částice větší. Minimální hodnota velikosti částic je dána průměrem svazku při EBSD analýze (50 nm).

Chemické složení obou prášků odpovídalo slitině IN713LC, bylo měřeno pomocí EDS na celkem dvanácti částicích a mezi jednotlivými prášky byly rozdíly v rámci směrodatné odchylky, detekčního limitu a přesnosti měření (**tab. 1**).

Tab. 1: Chemické složení prášků IN713LC.

Prvek [hm. %]	Cr	Al	Mo	Nb	Ti	Fe	Ni
Prášek „X“	12,8 ± 0,1	5,8 ± 0,16	4,0 ± 0,12	1,9 ± 0,12	1,0 ± 0,09	0,5 ± 0,08	Zb.
Prášek „Y“	12,9 ± 0,3	5,6 ± 0,34	3,9 ± 0,04	2,2 ± 0,08	0,8 ± 0,05	0,5 ± 0,09	Zb.

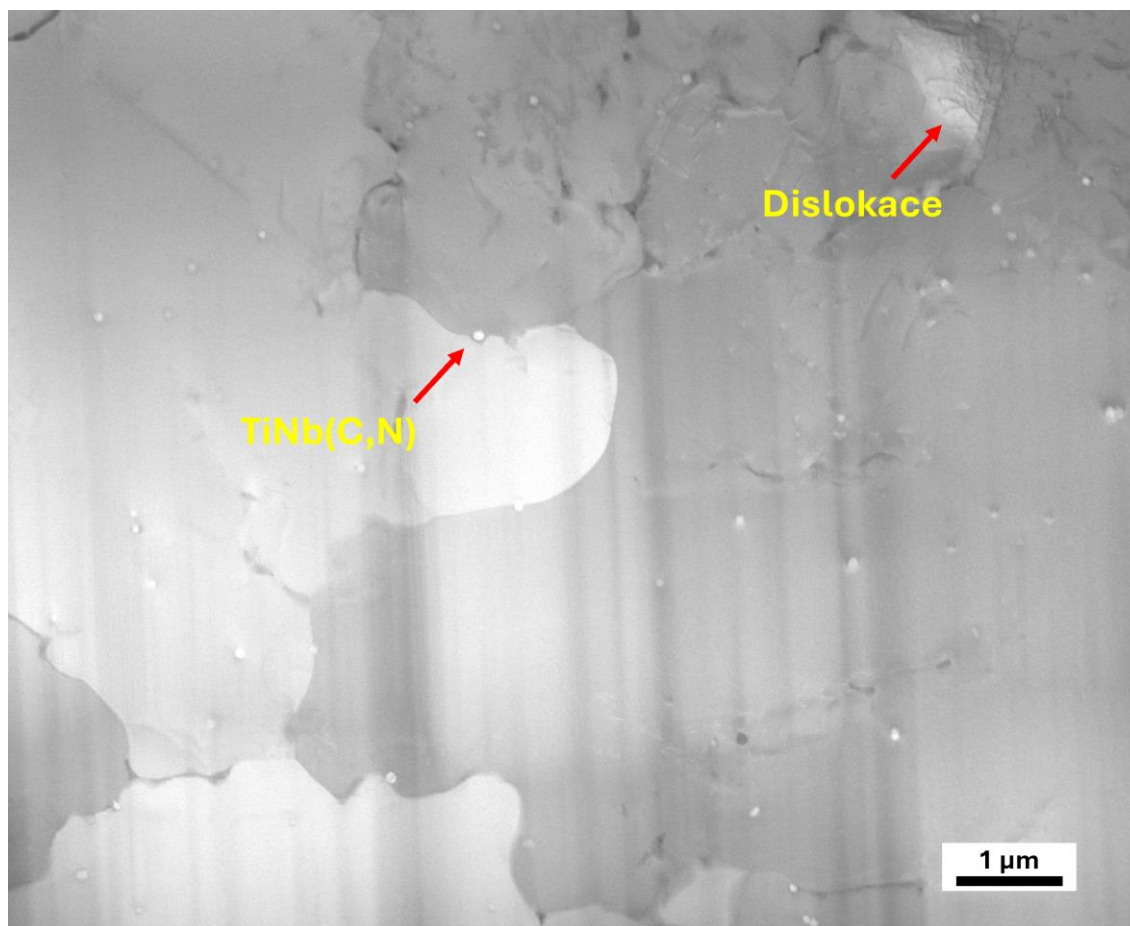
Na metalografickém výbrusu částic prášku bylo dále zkoumáno chemické složení, a to především dendritů a mezidendritických prostorů. EDS analýza odhalila změny v chemické složení, které byly způsobeny odlišným segregacním chováním jednotlivých prvků během tuhnutí při atomizaci. Mezidendritické prostory byly obohaceny o prvky jako Nb, Mo a Zr, zatímco obsah Ni a Al byl ve srovnání s dendrity nižší.

Z hlediska fázového složení není mezi šaržemi prášku rozdíl. XRD analýza odhalila pouze jednu fázi a tou byl přesycený tuhý roztok na bázi Ni s FCC mřížkou a mřížkovým parametrem 3,589 Å a velikostí krystalitů 368 Å (**obr. 36**). Prášek Y disponoval totožným fázovým složením, mřížkovým parametrem o hodnotě 3,587 Å a velikostí krystalitů 427 Å.

Jednou z příčin vyšší depoziční efektivity u prášku „Y“ byla jeho nižší tvrdost 389 ± 30 HV_{0,02} ve srovnání s práškem „X“, který vykazoval tvrdost 450 ± 31 HV_{0,02}. Prášky byly podrobeny také instrumentované zkoušce tvrdosti, která tuto skutečnost potvrdila, rozdíl však nebyl tak dramatický. Prášek „X“ vykazoval 632 ± 34 HV a indentační Youngův modul pružnosti 159 ± 20 GPa, zatímco na prášku „Y“ bylo naměřeno 610 ± 27 HV a 122 ± 10 GPa. Pokles tvrdosti pravděpodobně koreluje s vyšší hodnotou velikosti krystalitů naměřenou pomocí XRD. Byly také učiněny pokusy měřit tvrdost prášku se zatížením 50 g, což v případě prášku „X“ bylo s výslednou hodnotou 435 ± 24 HV_{0,05} možné. V případě prášku „Y“ nebylo kvůli jeho velikosti a nedostatečné podpoře matrice v metalografickém výbrusu možné vytvořit validní vtisk.

Na **obr. 28** můžeme pozorovat mikrostrukturu lamely prášku „X“. EDS mapování s vysokým rozlišením potvrdilo hypotézy a výsledky získané na výbrusu částic. Ni a Cr jsou rovnoměrně roz distribuovány v jednotlivých zrnech. Zrna světlejšího charakteru (pozorováno ve světlém poli) jsou bohatší na Al, jehož koncentrace spolu s Ni je v mezidendritických prostorech snížena na úkor Nb, Mo a Zr. Ti a N se vyskytují pouze v precipitátech na bázi TiNb(C,N), a to jak v dendritech, tak mezidendritických prostorech.

Z přípravy lamely je zde viditelný výrazný efekt záclonování („*curtaining effect*“). Vyskytuje se během finálního leštění (odprašování) lamely na tloušťku ~100 nm, kterou je poté při pozorování v rámci transmisní elektronové mikroskopie možné prosvítit svazkem elektronů. Záclonování je způsobeno odlišnou rychlostí odprašování jednotlivých oblastí lamely, což může být zapříčiněno několika faktory: i) výraznou topografií povrchu lamely, ii) měnícím se chemickým složením, iii) odlišnou tvrdostí jednotlivých oblastí anebo iv) porézní strukturou. Tento efekt je obecně považován za vadu, ve většině případů je však inherentně přítomen, protože není technicky možné omezit vliv všech faktorů jeho vzniku [139].



Obr. 28: Snímek lamely pořízený na STEM ve světlém poli zobrazující dendrity, mezidendritické prostory, rozložení precipitátů TiNb(C,N) a dislokace.

Diskuse k analýze prášků

Převážně sférická morfologie částic je vhodná pro technologii CS, přítomnost satelitů, a hlavně aglomerátů však může mít negativní vliv na kvalitu nástřiku a depoziční efektivitu. Aglomeráty měly velikost odpovídající distribuci velikosti částic, sestávaly však z částic o velikosti několika mikrometrů či dokonce částic sub-mikronových a byly nalezeny zejména v prášku „X“, který vykazoval nižší depoziční efektivitu než prášek „Y“. Metalografická analýza prokázala, že částice jsou mezi sebou spojeny krčky. Takové spojení však nezaručuje adekvátní soudržnost ve srovnání s kohezní pevností jedné velké částice. Aglomeráty mají také menší hustotu a větší plochu, což může vést ke vzniku méně kvalitního rozhraní mezi substrátem a nástřikem anebo v nástřiku samotném. To může mít za následek nárůst porozity [9, 41, 140].

Částice prášku s menším průměrem jsou v proudu plynu urychlovány na vyšší rychlosti než částice s průměrem větším, jejich kritická rychlost je však ale vyšší (**obr. 2**). Aglomeráty vykazují kvůli své komplikované morfologii vyšší aerodynamický odpor než částice sférické, což vede k zisku nižší rychlosti a menší pravděpodobnosti úspěšné depozice. V případě nízké soudržnosti může v průběhu letu nebo po dopadu docházet k rozpadu jednotlivých částic, vedoucího k jejich odrazu od substrátu a následným kolizím s dalšími dopadajícími částicemi resultující ve snížení DE [41, 140, 141].

Pro měření mechanické odezvy prášků se využívá instrumentované zkoušky tvrdosti se speciálním plochým indentorem („Flat punch“). Přepočítané hodnoty pevnosti se dále používají pro výpočty kritické rychlosti daného materiálu (**rov. 1**) nebo simulace depozice. V rámci zjednodušení je pro srovnání možné místo pevnosti použít tvrdost částic. S ohledem na **rov. 1**, je možné říci, že s klesající tvrdostí prášku bude úspěšnost jeho depozice stoupat. Na základě této myšlenky byly porovnány hodnoty tvrdostí prášků Ni a jeho slitin dostupné v literatuře. Hodnoty se pohybovaly v rozmezí 4 až 6,3 GPa [18, 74, 140, 142–144], zatímco hodnoty naměřené na prášku „X“ a „Y“ byly $6,8 \pm 0,36$ a $6,6 \pm 0,29$ GPa. Srovnání jasně ukazuje, že použití stejných depozičních parametrů jako ve zmíněné literatuře povede k nižší depoziční efektivitě materiálu IN713LC. Důležité je také zmínit, že měření mikrotvrdosti na metalografickém výbrusu částic (HV0,02, HV0,05) může vést k zisku zkreslených hodnot. Vyvinuté zatížení v řádu desítek gramů může způsobit jejich zaboření do měkké polymerní matrice anebo také vytvořit vtisk tak velký, že právě měkká a poddajná polymerní matrice jeho tvorbu ovlivní. Z těchto důvodů je instrumentovaná zkouška tvrdosti se zatížením nižším než 1 g vhodnější a reprezentativnější metodou, ačkoliv i ona má svá úskalí a nevýhody [126].

Ze zkušeností a dat z dostupné literatury také vyplývá, že IN718 je možné úspěšně deponovat s vyšší depoziční efektivitou, a to za použití nižších depozičních parametrů. Pérez et al. [17] deponovali IN718 za použití dusíku jako pracovního plynu (1000 °C, 50 bar) s depoziční efektivitou ~60 % a porozitou ~1,3 %. Dle našich měření dosahuje IN718 ve stavu po atomizaci tvrdost $4,4 \pm 0,79$ GPa, což jsou hodnoty dramaticky nižší. V případě depozice provedené na ÚMVI byla teplota a tlak pracovního plynu 1000 °C a 45 barů s výslednou porozitou ~0,2 %. Depoziční efektivita nebyla měřena přímo, ale bylo možné odvodit nárůst tloušťky vrstvy, který byl 88 µm na přejezd, což je hodnota násobně vyšší než v případě IN713LC.

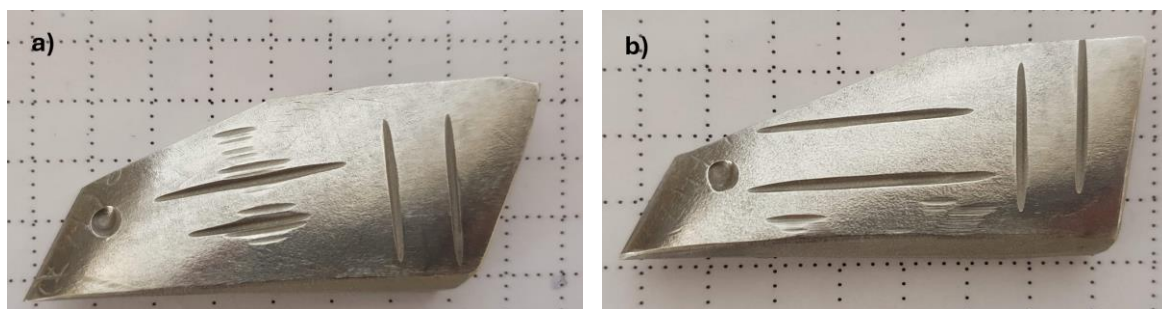
4.3 CS jako nástroj pro opravy opotřeбенých součástí

Jeden z prvotních experimentů spočíval ve snaze zhodnotit schopnost technologie CS opravovat opotřeбенé součásti. Na základě literární rešerše, podobnosti IN718, IN713C a IN713LC a zkušeností, byly navrženy depoziční parametry (**tab. 2**) a 2 odlišné metody předehřevu substrátu. Hypotézami pro tento experiment byly: i) parametry navržené na základě depozice IN718 budou dostatečně vysoké pro získání kvalitního nástřiku a rozhraní, ii) předehřev pomocí infračervených keramických ohříváčů přinese, díky dramatickému zvýšení množství tepelné energie v systému, zvýšení efektivity procesu. V rámci tohoto experimentu byl také učiněn první pokus ji počítat a měřit. Jako reakce na výsledek vznikla silná motivace vytvořit přesnou a univerzální metodiku měření DE, jelikož se jedná o velice silný nástroj z hlediska optimalizace a kontroly procesu depozice. Tento experiment v návaznosti na nízkou efektivitu procesu odhalil významnost hammering efektu, který bude v této práci často zmiňován.

Tab. 2: Parametry depozice

Substrát	Teplota [°C]	Tlak [bar]	SD [mm]	SS [mm/s]	Ot. podav. [ot./min]	Nos. plyn [m ³ /h]	Tryska	Předehřev a počet vrstev
G	1020	50	30	400	3	5	OUT 1	10 + 20
IR	1020	50	30	400	3	5	OUT 1	15 min + 30

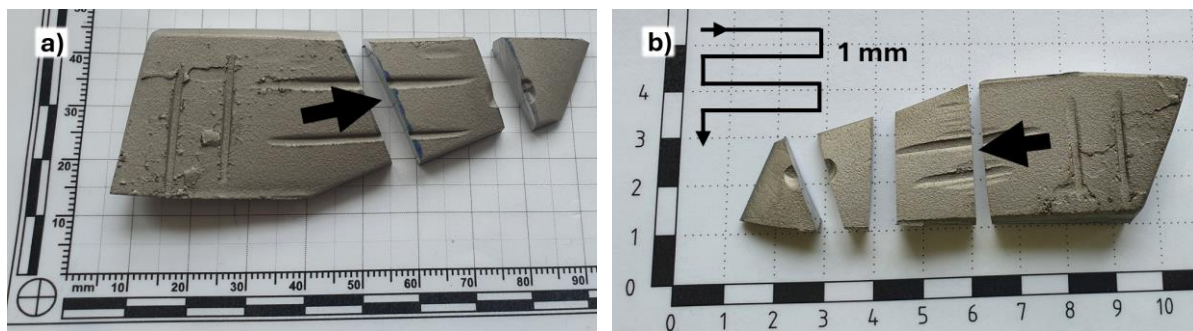
Pro účely zhodnocení schopnosti CS technologie opravovat opotřebované součásti vyrobené z IN713LC, bylo nutné do substrátů, tedy lopatek připravených ze skutečného oběžného kola turbíny turbodmychadla vytvořit umělé defekty. Ty byly vyrobeny pomocí broušení a vrtání do povrchu dvou lopatek, které byly následně podrobeny různým metodám předehřevu substrátu před samotnou depozicí. Jednou z metod předehřevu bylo použití ohřátého pracovního plynu (substrát označen jako „G“) a druhou použitím infračervených keramických ohříváčů (substrát označen jako „IR“). Substráty byly před depozicí tryskány, broušeny a leštěny (**obr. 29**). Jejich tvrdost byla $375 \pm 18 \text{ HV}_{0,5}$.



Obr. 29: Substráty ve vyleštěném stavu: a) předehřev G, b) předehřev IR.

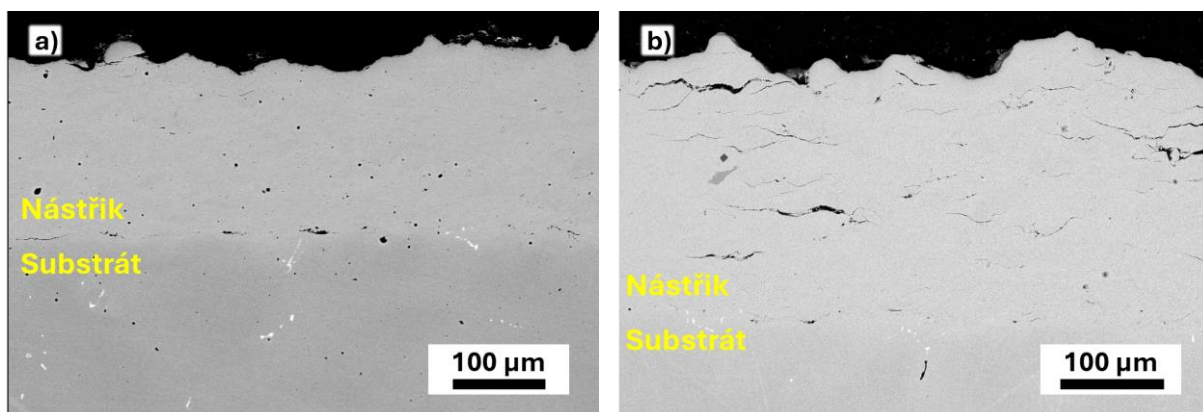
Předehřev lopatky „G“ trval 2,15 min a sestával z 10 přejezdů trysky nad substrátem, kdy proud plynu z ní vycházející předehříval substrát. Jedná se o konvenčně používanou techniku předehřevu. Na následnou depozici bylo použito 111,85 g prášku, přičemž pouze 2,34 g tvořilo výsledný nástřík (**obr. 30a**). Efektivita procesu byla dle rov. 2 vyhodnocena na 2,07 %. Ve srovnání s tím byl použit infračervený keramický ohříváč, který 15 minut ohříval lopatku „IR“. Před samotnou depozicí byla její povrchová teplota $\sim 300 \text{ °C}$. Během depozice bylo použito 253,26 g prášku a výsledný nástřík měl hmotnost 4,69 g, což rezultovalo ve výslednou efektivitu procesu o hodnotě 1,85 %.

Jednou z příčin nízké depoziční efektivy byly nedostatečné procesní parametry (teplota, tlak). Dále se jednalo o superpozici následujících faktorů: i) povrch substrátů nebyl během depozice vždy kolmý k ose trysky, a to z důvodu jeho komplexního tvaru, ii) vady vykazovaly nevhodný geometrický tvar, iii) zvolená trajektorie depozice (Zig-Zag) nereflektovala tvar substrátu (**obr. 30b**).



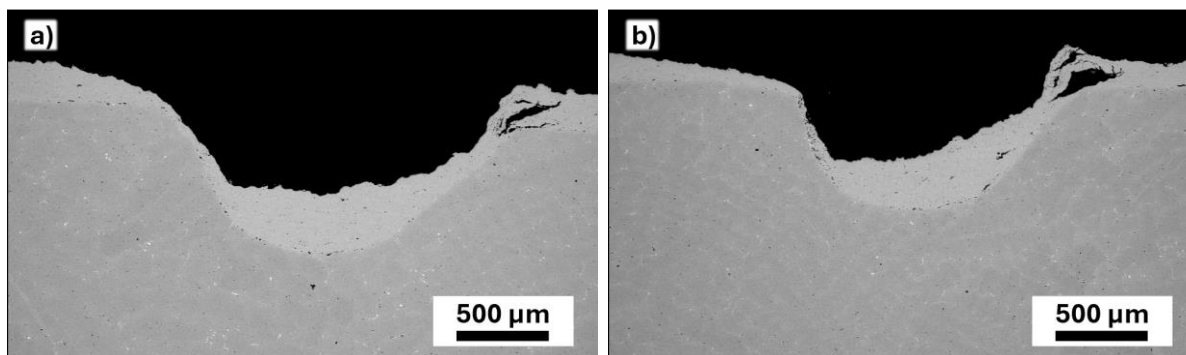
Obr. 30: Lopatky s opravným nástřikem po dělení: a) „G“, b) „IR“, kde šipky ukazují blíže analyzované oblasti.

Během depozice byl mimo umělé defekty vytvořen nástřik s rovnoměrnou tloušťkou, což v případě lopatky „G“ bylo $\sim 170 \mu\text{m}$ a v případě lopatky „IR“ $\sim 250 \mu\text{m}$ (obr. 31). Na obr. 31a je možné pozorovat kulaté černé artefakty na nástřiku, kterými je ve skutečnosti uhlík deponovaný na povrch metalografického výbrusu pro možnost sledování vzorku v elektronovém mikroskopu. Porozita nástřiku „G“ je tedy minimální, zatímco na obr. 31b můžeme pozorovat nárůst porozity způsobený delaminací hranic splatů mezi jednotlivými vrstvami nástřiku. I v případě této delaminace se jedná o artefakty, tentokrát vzniklé během metalografické přípravy, kdy byly zvoleny zbytečně dlouhé doby broušení a vysoký přítlak na vzorek. I přesto je možné konstatovat, že kohezní pevnost mezi splatý není vyhovující.



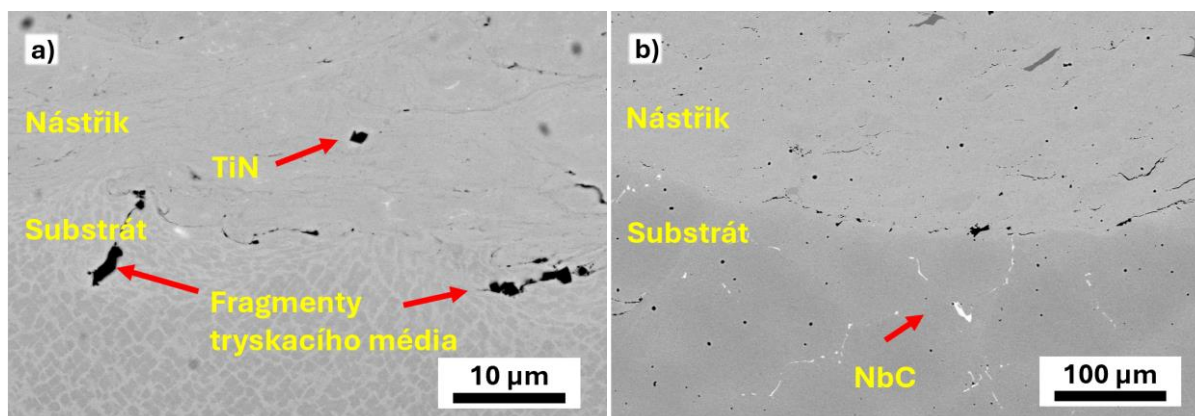
Obr. 31: Snímky nástřiků a rozhraní substrát/nástřik (SEM, BSE): a) „G“, b) „IR“.

Nástřiky s nejvyšší tloušťkou byly nalezeny v dírách vyvrtaných do substrátů, kde změna úhlu depozice měla nejmenší vliv. V případě lopatek „G“ a „IR“ se jednalo o 540 a 840 μm . Tloušťka nástřiku ve vybroušené drážce (obr. 32b) na substrátu „IR“ měla hodnotu $\sim 600 \mu\text{m}$, zatímco na substrátu „G“ se jednalo o tloušťku $\sim 330 \mu\text{m}$ (obr. 32a). V obou případech byla na levém okraji rýhy tloušťka vrstvy $\sim 30 \mu\text{m}$, zatímco na pravém okraji došlo k delaminaci mezi jednotlivými vrstvami nástřiků. Tyto jevy byly mimo jiné způsobeny nevhodnou geometrií uměle vytvořených defektů, kdy razantně klesá depoziční úhel a negativně tak ovlivňuje proces depozice.



Obr. 32: Opravný nástřík ve vybroušených drážkách (SEM, BSE): a) předehřev G, b) předehřev IR.

V rámci mikrostrukturní analýzy (**obr. 33**) byly na rozhraní substrát nástřík nalezeny fragmenty tryskacího média z předchozího kroku přípravy substrátu. Substrát vykazoval konvenční mikrostrukturu složenou z matrice γ , koherentních precipitátů γ' a síťových karbidů typu MC (NbC) [145–147].



Obr. 33: Detaily rozhraní substrát nástřík (SEM, BSE): a) fragmenty tryskacího média na rozhraní se substrátem obsahující matrici γ a koherentní precipitáty γ' , b) mikrostruktura konvenčního substrátu se síťovými karbidy NbC.

Tvrдость dosahovala v případě nástříku „G“ $696 \pm 29 \text{ HV}_{0,5}$ a v případě „IR“ $655 \pm 37 \text{ HV}_{0,5}$. Tento nárůst tvrdosti, ve srovnání s tvrdostí částic prášku „X“ ($450 \pm 31 \text{ HV}_{0,02}$), je díky naměřené nízké depoziční efektivitě připisován tzv. „hammering“ efektu, který způsobuje zhutňování a vytvrzování nástříku pomocí částic, které při depozici dopadají na substrát, ale následně se odrážejí a nedochází tak k jejich depozici. Tento efekt je pozorovatelný i na podpovrchové vrstvě substrátu, kde došlo ke zvýšení tvrdosti z $375 \pm 18 \text{ HV}_{0,5}$ na hodnotu $418 \pm 17 \text{ HV}_{0,5}$ v případě lopatky „G“ a $415 \pm 28 \text{ HV}_{0,5}$ v případě „IR“.

XRD analýza nástříku neodhalila žádnou změnu fázového složení ve srovnání se vstupním práškem. Jediný rozdíl mezi difraktogramy spočíval v šířce jednotlivých peaků. Tento rozdíl je připisován výrazné plastické deformaci částic během depozice a poklesu velikosti krystalitů z 368 Å původního prášku na 171 Å v nástříku „G“.

Schopnost opravovat umělé defekty byla při použití daného CS zařízení, materiálu a zvolených depozičních parametrů nízká. Jako potenciální řešení těchto nedostatků se nabízí: i) zvýšení teploty pracovního plynu (1100 °C), ii) použití delší trysky a předkomory a iii) změna geometrie substrátu a defektů. Z hlediska změn, které nebylo v rámci dizertační práce možné

vyzkoušet, by bylo velice efektivním řešením použití helia jako pracovního plynu, a to ideálně v kombinaci s optimálním tepelným zpracováním prášku, které je v případě niklových superslitin typu Inconel, technologicky velice obtížné.

Diskuse ke CS jako nástroji pro opravy opotřeбенých součástí

Z hlediska hypotéz stanovených před experimentem je důležité říct, že depoziční parametry pro IN713LC nebyly dostatečné, ačkoliv došlo ke vzniku relativně kvalitního nástřiku. Kvalita nástřiku však přímo nekorelovala se zvolenými parametry, byla naopak zapříčiněna jejich nedostatečností. Druhá hypotéza, týkající se použití infračervených keramických ohřívačů, se ukázala jako mylná a jejich použití procesu depozice nepřineslo žádný významný benefit.

V čase psaní této práce je stále jedinou, z hlediska zpracovávaného materiálu, porovnatelnou publikací s tímto výzkumem práce Wu et al. [14], kde byl IN713C deponován na IN718. Pro depozici použili teplotu a tlak dusíku 1000 °C a 45 barů. Během depozice deseti vrstev vytvořili nástřik o tloušťce ~300 μm s porozitou 1,23 %. Depoziční efektivita nebyla uvedena, ale je možné odvodit, že nárůst tloušťky nástřiku na jednu vrstvu byl ~30 μm. Publikovaná tvrdost nástřiku dosahovala přibližně 500 HV_{0,5} a vytvrzení podpovrchové vrstvy (50 μm) substrátu vlivem depozice zvýšilo tvrdost substrátu z 250 na ~300 HV_{0,5}.

Na základě těchto informací je možné odvodit, že depoziční efektivita zde popisovaného experimentu je drasticky nižší než v literatuře, s čímž souvisí nárůst tloušťky nástřiku na přejezd lopatky „G“ a „IR“ o hodnotách 8,5 a 8,3 μm. Tyto hodnoty byly pro porovnatelnost přepočítány z oblasti lopatek, kde se nevyskytovaly žádné vady.

Během depozice dochází k opakovanému dopadu částic s vysokou kinetickou energií na substrát nebo právě se vytvářející nástřik. V tomto případě kinetická energie nebyla v ~98 % částic dostatečně vysoká pro jejich depozici, a tak docházelo k odrazu a potenciální kolizi s dalšími částicemi [85, 103–105]. Významný vliv hammering efektu podporoval eliminaci vad a nespojitostí jak mezi splaty se substrátem, tak později mezi splaty samotnými, což vedlo ve srovnání s prací [14] k redukci porozity [148, 149]. Dále došlo k deformačnímu zpevnění podpovrchových vrstev substrátu, což vedlo ke zvýšení tvrdosti o ~40 HV_{0,5} v hloubce až 80 μm. Větší míře deformačního zpevnění byly během depozice vystaveny nástřiky, které dosáhly v rámci literatury hodnot nevídaných, a to o ~40 % v případě nástřiku „G“ a ~30 % v případě nástřiku „IR“ vyšších než v práci [14].

Teplota povrchu lopatky „G“ před depozicí měřena nebyla, je ale možné na základě zkušeností a výsledků tvrdosti nástřiku odvodit, že nedosahovala takové výšky jako v případě lopatky „IR“. Předehřev pomocí infračerveného keramického ohřívače působil po dobu 15 minut jak na samotnou lopatku, tak na její okolí. Nebyl tedy předehřát jen její povrch, ale i její objem a také částečně svěrák, ve kterém byla pro potřeby depozice upnuta. Na druhou stranu předehřev horkým plynem trval pouze 2,15 minuty, a tudíž není možné, aby lopatce „G“ a ani jejímu okolí předal takové množství tepelné energie. To rezultovalo ve výslednou nižší tvrdost nástřiku „IR“, kdy během depozice docházelo k vyšší míře relaxace vnitřního napětí právě díky vyšší teplotě celého systému. Předehřev pomocí infračervených keramických ohřívačů se z hlediska technologické náročnosti použití, délky trvání a vlivu na DE neprokázal jako efektivní a pro další experimenty od něj bylo upuštěno.

Kontrola průběhu depozice a informace o chování částic během ní jsou velice důležité aspekty, týkající se optimalizace, spolehlivosti a opakovatelnosti procesu. Metodika měření depoziční efektivity dle rov. 2 je velice snadná, poměrně rychlá a užitečná pro opravdu základní hodnocení. V průběhu tohoto experimentu bylo zjištěno několik nedostatků, které plynou z technologické komplexnosti celého procesu depozice. Tím byla získána silná motivace pro tvorbu nové metodiky výpočtu depoziční efektivity, která bude tyto nedostatky eliminovat. Jednalo se zejména o redukci vlivu přestříků a ztrát při čištění zásobníku prášku na výslednou depoziční efektivitě.

4.4 Metodika pro precizní výpočet depoziční efektivity

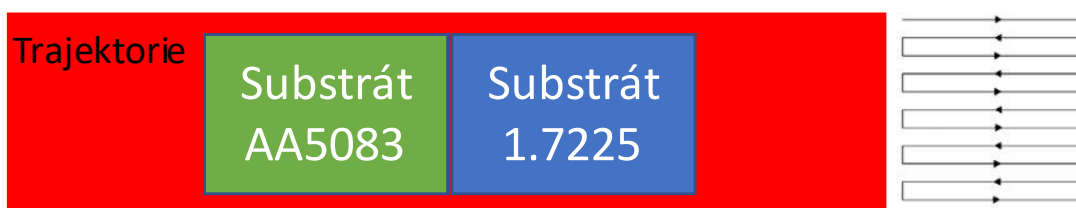
Depoziční efektivita (DE) je velice důležitým ukazatelem jak pro kontrolu procesu, tak kalkulaci jeho ceny nebo porovnání jednotlivých experimentů mezi sebou. Bohužel jí v dostupné literatuře není věnována přílišná pozornost nebo je počítán různými metodikami, jejichž výsledky není možné s velkou spolehlivostí porovnávat.

V literatuře jsou dostupné modifikace **rov. 2** pro realističtější výpočet DE jako například **rov. 3**, kdy byly do výpočtu zakomponovány další veličiny jako rychlost podávání prášku (PFR – „*powder feed rate*“, [g/min]). Dále čas, který tryska strávila depozicí na substrát spočítaný jako podíl jeho délky (L, [mm]) a rychlosti trysky (SS, [mm/s]) a také počet deponovaných vrstev (N) a počet přejezdů trysky nad substrátem v rámci jedné vrstvy (n) [49].

$$DE = \frac{m_{s1} - m_{s0}}{PFR \times \frac{L}{SS} \times N \times n} \times 100 [\%] \quad (3)$$

Rov. 3 zvyšuje přesnost výpočtu, stále ale nereflektuje potíže, které byly definovány v rámci předchozího experimentu a vnáší do výpočtu jednu relativně významnou nejistotu. Hodnota PFR je pro každou šarži prášku odlišná, což je způsobeno jeho odlišnými vlastnostmi, jako jsou tekutost anebo setřesná hustota („*tap density*“). Pokud je však prášku v zásobníku malé množství, dochází také k nerovnoměrnému podávání a celá kalkulace bude zatížena neurčitou chybou. Měření PFR se provádí vážením použitého prášku po jeho depozici, do čistého a uzavřeného prostoru, která trvá předem stanovenou dobu. Z ekonomického a ekologického hlediska se však jedná o plýtvání energií i materiálem [47, 49].

Vyvinutá metodika má za cíl eliminovat působení negativních technologických vlivů, aby bylo možné snadno a s co největší přesností určit množství prášku, které ve skutečnosti dopadlo při depozici na substrát a jaké množství po depozici opravdu tvořilo nástřík. Vlivy, které jsou pomocí této metodiky z výpočtu odstraněny, jsou ztráty při čištění zásobníku prášku a prášek, který při depozici nedopadá na substrát (přestříky, červená oblast, **obr. 34**). Přestříky mohou v krajních případech, kdy je SS vysoká (≥ 400 mm/s) a tryska potřebuje pro změnu směru pohybu dostatečnou vzdálenost ke zpomalení a opětovnému zrychlení na požadovanou rychlost, dosahovat i více než 50 % celkové plochy trajektorie.



Obr. 34: Schéma plochy trajektorie a vzorků a schéma trajektorie Zig-Zag.

Vstupními daty pro výpočet jsou hmotnosti substrátů před (m_{s0}) a po depozici (m_{s1} , **rov. 9**), měřené na váze (PGW 4502M, Adam Equipment Inc., Velká Británie) s přesností 0,01 g. Hmotnost zásobníku prášku před (m_{z0}) a po depozici (m_{z1} , **rov. 9**), měřená na plošinové váze (KW-302-RL15, Nagata Co. Ltd., Tchaj-wan) s přesností 10 g. Ačkoliv je přesnost plošinové váhy relativně nízká, výsledek není významně ovlivněn, protože v tomto případě se do výpočtu nezapočítává ztráta prášku během čištění, která dosahuje dle zkušeností jednotek až nízkých desítek g. Rozdíl mezi plochou trajektorie (A_{Tr}) a plochou vzorků (A_{Ef}) odpovídá oblasti přestřiku.

Posledními a neméně důležitými daty jsou rozměry vzorků a trajektorie. Z rozdílu velikosti plochy trajektorie (plocha ohraničená jejími rozměry, A_{Tr}) a plochy vzorků neboli efektivní plochy (A_{Ef}), jsme schopni získat plochu přestřiků (A_{Pr}). Plocha trajektorie musí být vždy větší než plocha vzorků, a to proto, aby při přejezdu byla nad vzorky dosažena požadovaná rychlost trysky. Z **obr. 34** vyplývá, že při použití trajektorie Zig-Zag musí být vlevo a vpravo od substrátů více prostoru, a to právě z důvodu zpomalení, zastavení a zrychlení trysky v krajních místech, kde tryska mění svůj směr pohybu (červená plocha a její hrany). Samotný výpočet precizní depoziční efektivity se skládá z následujících početních operací:

$$A_{Ef} = A_{AA5083} + A_{1.7225}, \quad (4)$$

kde A_{Ef} je efektivní plocha v cm^2 , A_{AA5083} a $A_{1.7225}$ jsou plochy jednotlivých substrátů v cm^2 dle **obr. 35**.

$$A_{Tr} = A_{Ef} + A_{Pr}, \quad (5)$$

kde A_{Tr} je plocha trajektorie v cm^2 , A_{Ef} je efektivní plocha a A_{Pr} je plocha přestřiků cm^2 .

$$P_{Ef} = \frac{A_{Ef}}{A_{Tr}}, \quad (6)$$

kde P_{Ef} je poměr efektivní plochy [-], A_{Ef} je efektivní plocha a A_{Tr} je plocha trajektorie v cm^2 .

$$m_{PEf} = m_p \times P_{Ef}, \quad (7)$$

kde m_{PEf} je hmotnost efektivně použitého prášku v gramech, m_p je celkové množství použitého prášku v gramech a P_{Ef} je poměr efektivní plochy [-].

$$DE = \frac{m_{Na}}{m_{PEf}} \times 100, \quad (8)$$

kde DE je precizní depoziční efektivity [%], m_{PEf} a m_{Na} jsou hmotnost efektivně použitého prášku a hmotnost nástřiku na substrátech v gramech. Pro jednoduchost a možnost lepšího

porovnání s **rov. 1 a 2** byla výše uvedená metodika výpočtu zkonsolidována do **rov. 9**.

$$DE = \frac{m_{s1} - m_{s0}}{(m_{z0} - m_{z1}) \times \frac{A_{Ef}}{A_{Tr}}} \times 100, \quad (9)$$

Vzhledem k proporcionálnímu snížení hmotnosti použitého prášku získáváme DE vypočítanou výhradně z prášku skutečně dopadajícího na povrch substrátu, což poskytuje spolehlivější informace o depozičním procesu. Na základě metalografické analýzy a měření tloušťky vrstvy je dále možné pro srovnání s literaturou dopočítat nárůst tloušťky nástřiku na vrstvu.

Díky použití vyvinuté metodiky není nutné měřit PFR nebo používat stopky k měření délky depozice nebo dalších veličin zatížených různými chybami. CS depozice za použití depozičních parametrů blízkých limitům zařízení může být nestabilní (ucpávání trysky, kolísání průtoku plynu). Snaha měřit a začleňovat tuto nestabilitu do výpočtu DE je marná. Samotný depoziční proces inherentně obsahuje ztráty prášku, jako například zpoždění mezi zahájením podávání prášku v uživatelském rozhraní a okamžikem, kdy si je technik opravdu jistý, že prášek vychází z trysky, nebo čas během přesunu pistole z „domovské pozice“ do „startovací pozice“ na okraji substrátů.

4.5 Optimalizace SD

Na základě předchozího experimentu byly definovány problémy s opravami opotřebovaných součástí a nalezeny limity jak zařízení, tak kombinace depozičních parametrů, deponovaného materiálu a substrátu. Cílem tohoto experimentu bylo optimalizovat SD a eliminovat tak potenciální vliv bow shock efektu, který mohl podobně jako vysoká tvrdost substrátu negativně ovlivnit depoziční efektivitu. V rámci experimentu byly zkoumány další faktory a úskalí depozice IN713LC na různé substráty. Pro studium vlivu tvrdosti substrátu byla v tomto případě použita konvenční a snadno dostupná ocel (ČSN EN 15142.7, 1.7225+QT) s tvrdostí podobnou IN713LC, zatímco pro reprezentaci materiálu s tvrdostí nízkou byla zvolena hliníková slitina AA5083.

V rámci komplexního přístupu k plánování experimentu byl také sledován vliv povrchové úpravy substrátu na kvalitu nástřiku a rozhraní substrát/nástřik. Dále byla testována a optimalizována metodika výpočtu DE, zatímco v předchozím experimentu byla hodnocena pouze efektivita celého procesu.

Dále bylo provedeno měření vývoje zbytkových napětí a také komplexní mikrostrukturní analýza založená na EBSD před a po provedeném tepelném zpracování, a to bylo doplněno o výrobu lamel a jejich pozorování pomocí transmisní elektronové mikroskopie, TKD a EDS mappingu.

Plánování experimentu a následných analýz sestávalo z několika hypotéz: i) zvýšení SD povede k redukci vlivu bow shock efektu, nárůstu DE a kvality nástřiku, ii) použití substrátů s nižší tvrdostí povede ke zvýšení DE a nárůstu kvality nástřiku i rozhraní, iii) DE bude ve srovnání s efektivitou procesu násobně vyšší, iv) nárůst DE povede k redukci vlivu hammering efektu, v) rozhraní na substrátech s tryskaným povrchem nebude dosahovat tak vysoké kvality jako na substrátech broušených, vi) na substrátu z AA5083 bude docházet k mechanickému

zámkování.

Pro účely optimalizace SD byl deponován prášek „X“, a to pomocí parametrů, které reprezentuje **tab. 3**. Substráty použité pro depozici měly tvar desky (40×60 mm) vyrobené z AA5083 dále označené jako "A" s tloušťkou 8 mm a oceli 1.7225 označené jako "S" s tloušťkou 5 mm. Pro studium vývoje kvality rozhraní substrát/nástřík byly použity tři různé povrchové úpravy substrátu (**tab. 4, obr. 35**). Konkrétně byly substráty tryskány částicemi syntetického hnědého korundu s distribucí velikosti částic dle normy FEPA F (F10, F30) a broušeny brusným papírem FEPA P500. Drsnost povrchu (Ra) byla měřena kontaktním profilometrem (SJ-210, Mitutoyo Corp., Japonsko) jako průměr pěti měření na každém vzorku.

Tab. 3: Parametry depozice pro optimalizaci SD

Sada	Teplota [°C]	Tlak [bar]	SD [mm]	SS [mm/s]	Ot. podav. [ot./min]	Nos. plyn [m ³ /h]	Tryska	Předehřev a počet vrstev
S30, A30	1000	50	30	400	3	5	OUT 1	3 + 30
S60, A60	1000	50	60	400	3	5	OUT 1	3 + 30

Vzorky označené jako "S30" a "A30" byly deponovány s SD 30 mm, zatímco pro vzorky "S60" a "A60" byla SD 60 mm. Použitá trajektorie Zig-Zag s krokem 1 mm je vyobrazena na **obr. 34**. Teplota povrchu substrátu byla měřena po třech přejezdech trysky nad substráty pomocí bezkontaktního infračerveného teploměru s emisivitou nastavenou na 0,3. Substráty S30 a A30 dosáhly teplot 258 °C a 240 °C. Kvůli různým SD nebylo možné vzorky S60 a A60 deponovat současně, což vedlo k vyšším naměřeným teplotám povrchu substrátů, jmenovitě 320 °C a 290 °C. Ocelové substráty dosáhly vyšších teplot díky nižší tepelné vodivosti (~40 W/m×K) ve srovnání s AA5083 (~126 W/m×K) [150]. Během depozice se atmosféra v CS kabině zahřívala až na 65 °C a držák vzorků (svěrák) se během depozice zahříval působením dusíku proudícího z trysky ještě více, což způsobovalo rozptýl teploty povrchu substrátů mezi depozicemi. Zvýšení teploty povrchu substrátu může ovlivnit chování dopadajících částic během depozice, což může vést k potenciálně vyšší účinnosti depozice nebo ke změně distribuce zbytkových napětí nebo vyšší relaxaci napětí, jak bylo možné pozorovat v předchozím experimentu [151–153].

Tab. 4: Povrchová drsnost a tvrdost substrátů

Vzorek	Ra [μm]	HV1
S_F10	$3,9 \pm 0,47$	279 ± 19
S_F30	$1,6 \pm 0,07$	
S_P500	$0,1 \pm 0,01$	
A_F10	$5,7 \pm 0,70$	88 ± 3
A_F30	$2,9 \pm 0,27$	
A_P500	$0,4 \pm 0,23$	



Obr. 35: Schéma povrchových úprav substrátů.

V rámci tohoto experimentu byly jako substrát použity celkem 4 desky ze dvou materiálů a na každé z nich se nacházely 3 odlišné povrchové úpravy (**obr. 35**). Celkem tedy vzniklo 12 vzorků a všechny byly podrobeny měření tloušťky nástřiku, porozity a tvrdosti. Pokročilé analýzy, které byly provedeny pouze na vybraných vzorcích, jsou uvedeny v **tab. 5**.

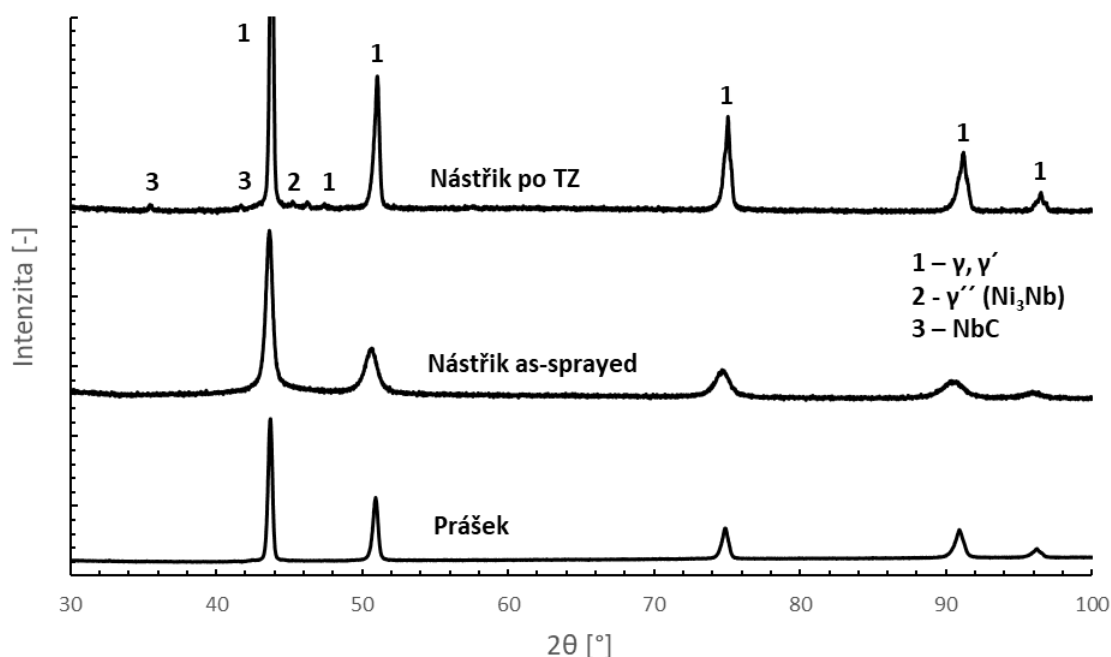
Tab. 5: Vzorky vybrané pro jednotlivé pokročilé analýzy

Analýza, měření	Substrát, SD	Úprava povrchu
Zbytková napětí	S30, A30, S60, A60	F30
EBSD (IPF, KAM)	S30, A30, S60, A60	F10, F30, P500
Tepelné zpracování	S30, S60	F10, F30, P500
TEM	S30	F10

Vzorky byly deponovány jako celek, jejich oddělení od sebe by dramaticky ovlivnilo rozložení vnitřních napětí a díky tomu, že se povrchová úprava F30 nacházela uprostřed vzorků, byla vybrána i z hlediska geometrie jako vhodná pro měření zbytkových napětí. Tepelné zpracování bylo provedeno při teplotě $890\text{ }^{\circ}\text{C}$, což je teplota vyšší než teplota tavení slitiny AA5083. Vzorky deponované na tento substrát tedy nebyly podrobeny tepelnému zpracování. Reprezentativní vzorky byly vybrány tak, aby byla zachována srovnatelnost v rámci všech analýz.

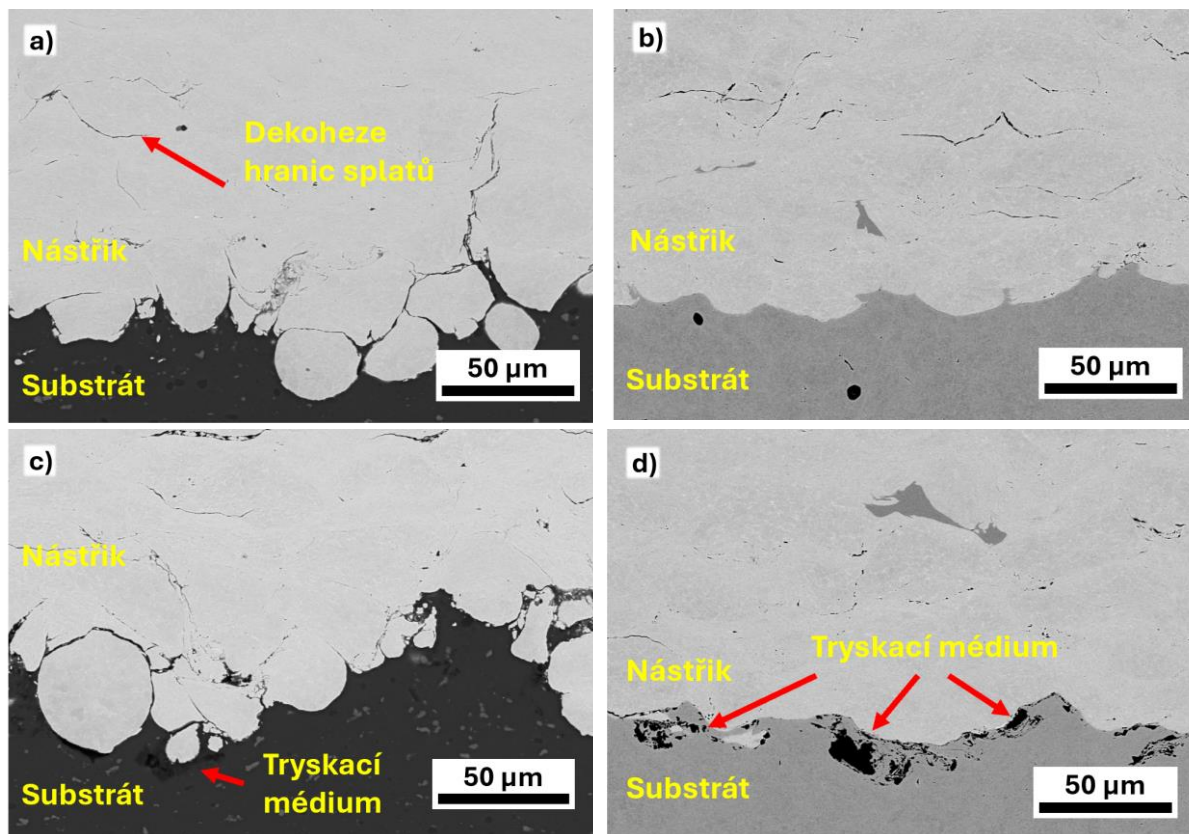
Pro potvrzení obecně známého faktu, že depozice CS je procesem, který se odehrává výhradně v pevném stavu, a pro hodnocení požadovaných fázových transformací po TZ, byla provedena XRD fázová analýza prášku a nástřiků. Částice prášku po atomizaci v plynu obsahovaly pouze přesycený tuhý roztok na bázi NiCr (γ , FCC) s mřížkovým parametrem $3,589\text{ \AA}$ a velikostí krystalitů $368\text{ \AA}$ (**obr. 36**). Difraktogram nástřiku v as-sprayed stavu vykazoval širší peaky související s výrazně deformovanou mikrostrukturou a po depozici také výrazně menšími krystality. Pokles jejich velikosti je spojen s tvorbou dislokační substruktury během depozice, což koreluje s nárůstem hustoty dislokací, dynamickou rekrytalizací, zjemněním zrna, nárůstem délky jejich hranic a samozřejmě také nárůstem tvrdosti. Velikost

krystalitů se během depozice snížila z 368 Å na 174 Å ve srovnání s práškem, zatímco mřížkový parametr se zvýšil na 3,606 Å. Po TZ byla dle očekávání prokázána přítomnost nových fází: matrice γ , koherentní precipitáty $\text{Ni}_3(\text{Ti, Al})$ (γ'), Ni_3Nb (γ'') a NbC [145–147]. Důsledkem precipitace těchto fází byl pokles přesycení, a tudíž i mřížkového parametru dominantního tuhého roztoku γ na 3,578 Å a zvýšení velikosti krystalitů na 512 Å, což souviselo se zúžením jednotlivých peaků způsobených statickou rekrystalizací během tepelného zpracování.



Obr. 36: XRD difraktogramy prášku, nástříku a nástříku po TZ materiálu IN713LC.

Studium vlivu tvrdosti substrátu odhalilo v souladu s hypotézou uplatnění mechanického zámkování jako sekundárního mechanismu depozice, a to při depozici na měkký substrát AA5083 (**tab. 4**). Toho bylo docíleno synergickým působením předehřevu substrátu, a právě jeho nízké tvrdosti [44, 45, 62]. V takovém případě je kinetická energie tvrdých částic využita při dopadu na substrát převážně právě k jeho deformaci, což můžeme pozorovat na **obr. 37a,c** [52]. Splaty IN713LC si v podpovrchové vrstvě substrátu udržely svůj původní sférický tvar, což například v samotném nástříku díky jeho vysoké tvrdosti není možné. V případě tvrdého substrátu 1.7225 (**obr. 37b,d**) je možné pozorovat, že kinetická energie byla transformována jak na deformaci substrátu, tak hlavně deformaci dopadajících částic. Při depozici nástříku na substrát 1.7225 byly v některých případech (**obr. 37b**) pozorovány náznaky mechanického zámkování, jako sekundární mechanismus depozice ho však ale označit nelze. Pozorování rozhraní substrát/nástřík prokázalo, že změna mechanismu depozice nebyla ovlivněna povrchovou úpravou substrátu.



Obr. 37: Snímky rozhraní substrát/nástřík (SEM, BSE): a) nedeformované částice IN713LC na rozhraní vzorku A30_P500, b) S30_P500, c) fragmenty tryskacího média v blízkosti rozhraní na vzorku A30_F10, d) S30_F10.

Rozhraní substrát/nástřík dosahovalo ve všech případech vysoké kvality, kdy nebyly nalezeny žádné necelistvosti nebo delaminace. Jedinými případy, kdy se prokázala nižší kvalita rozhraní, byly v souladu s hypotézou depozice na tryskané substráty. Fragmenty částic tryskacího média měly jak v případě oceli (1.7225), tak v případě slitiny hliníku (AA5083) tendenci penetrovat jejich povrch a následně tak po depozici zůstat v blízkosti rozhraní a chovat se jako koncentrátoři napětí. Mezi fragmenty tryskacího média, substrátu a nástříkem totiž nedochází k tvorbě pevné metalurgické vazby nebo kvalitního mechanického zámkování. Vliv na adhezní pevnost bude podrobněji diskutován v rámci dalších experimentů.

V této práci byla DE vypočítána jako průměrná hodnota napříč všemi deponovanými vzorky. Depoziční efektivita, použitím výše zmíněných depozičních parametrů, konfigurace CS a kombinace práškového materiálu a substrátů, dosáhla 8,25 %. S ohledem na tloušťku nástříku a nárůst tloušťky na vrstvu jednotlivých vzorků (**tab. 6**), DE pro sady vzorků A30 a A60 jsou mírně vyšší než průměrná hodnota, zatímco sady S30 a S60 vykazují DE nižší.

Tab. 6: Výsledky metalografické analýzy všech vzorků

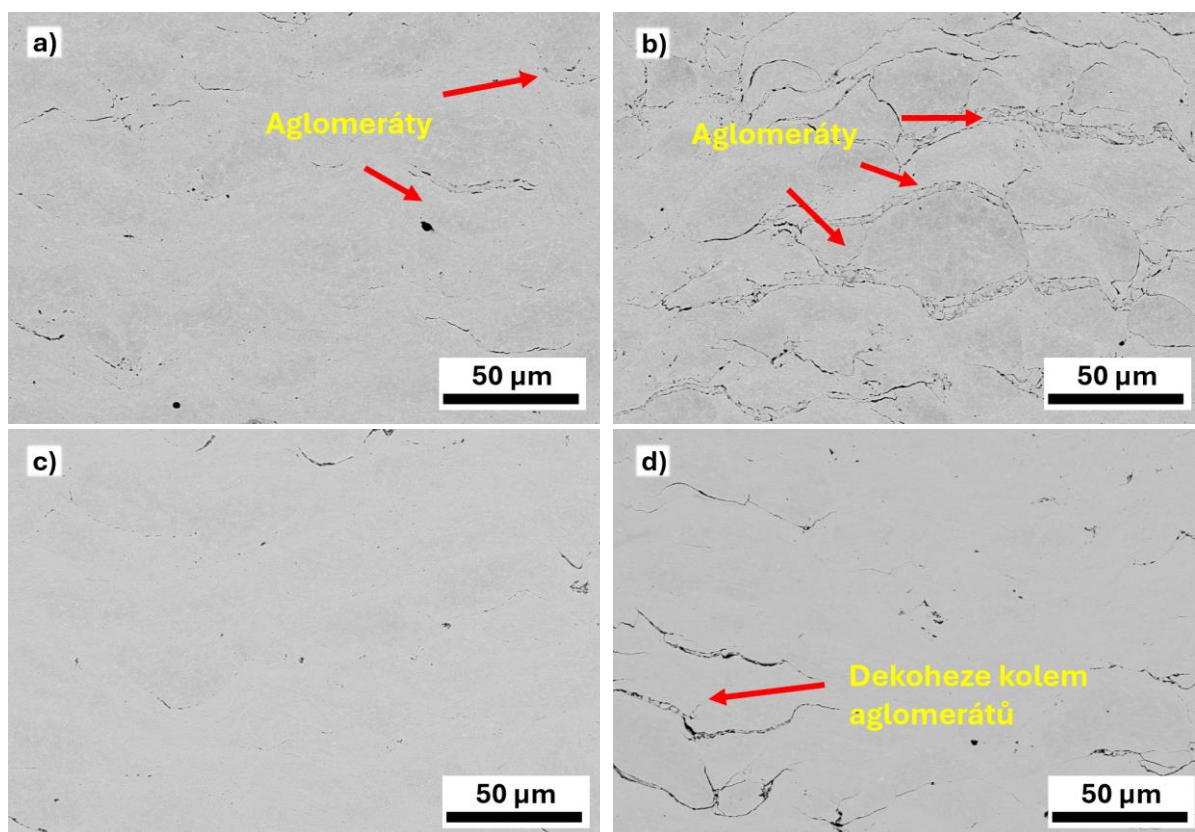
Vzorek	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [$\mu\text{m}/\text{vrstvu}$]	Tvrдость HV1
S30_F10	$0,16 \pm 0,05$	523 ± 27	~ 17	603 ± 51
S30_F30	$0,22 \pm 0,12$	513 ± 29	~ 17	620 ± 58
S30_P500	$0,20 \pm 0,09$	530 ± 28	~ 18	621 ± 35
S60_F10	$0,26 \pm 0,05$	479 ± 32	~ 16	442 ± 54
S60_F30	$0,29 \pm 0,07$	430 ± 25	~ 14	470 ± 56
S60_P500	$0,16 \pm 0,02$	476 ± 28	~ 16	468 ± 64
A30_F10	$0,91 \pm 0,11$	570 ± 23	~ 19	630 ± 33
A30_F30	$0,76 \pm 0,53$	587 ± 17	~ 20	623 ± 52
A30_P500	$0,47 \pm 0,22$	593 ± 18	~ 20	605 ± 40
A60_F10	$1,83 \pm 0,70$	615 ± 34	~ 21	588 ± 44
A60_F30	$2,46 \pm 0,44$	559 ± 33	~ 19	593 ± 62
A60_P500	$2,03 \pm 0,49$	593 ± 35	~ 20	540 ± 58

Nejvyšších tvrdostí dosahují vzorky ze sad S30 a A30, kdy rozdíly jednotlivých povrchových úprav jsou zanedbatelné. Ačkoliv sada S30 nedosahuje tak vysoké DE, a tudíž tloušťky vrstvy, vyšší vliv hammering efektu způsobil její dramaticky nižší porozitu ve srovnání se sadou A30. Ani v jednom případě není možné najít spojitost mezi povrchovou úpravou a trendem ve změně některé z hodnocených vlastností. Jak je znázorněno na **obr. 38**, porozita nástřiků se skládá převážně z dekoheze po hranicích splatek.

Z hlediska pozorovatelných trendů můžeme sledovat zvýšenou DE (vyšší nárůst tloušťky na vrstvu) u vzorků A60, která vedla ke snížení vlivu hammering efektu, což mělo za následek mírné snížení tvrdosti a více než dvojnásobné zvýšení porozity ve srovnání se vzorky A30. Na základě výsledků metalografické analýzy lze konstatovat, že depozice tvrdých částic na tvrdý substrát je spojena s nižší DE, ta však přináší jistý benefit ve formě nižší porozity a vyšší tvrdosti, tudíž vyšší kvality nástřiku, což je v rozporu s původní hypotézou. Průměrná tvrdost sad S30 a A30 činila 617 ± 46 HV1, zatímco sad S60 a A60 pouhých 517 ± 82 HV1. Jedná se o pokles o 16 %, přičemž také došlo k razantnímu nárůstu rozptylu naměřených hodnot. Směrodatná odchylka narostla ze 7,5 % na 15,9 %. Tento fakt hovoří o tom, že kohezní pevnost nástřiku s rostoucí SD klesá, což vede k delaminaci rozhraní mezi jednotlivými splateky během měření tvrdosti, nutnosti přeměřování jednotlivých vtisků, a přesto také vyššímu rozptylu hodnot. Dále to potvrzuje hypotézu, že nárůst DE, který je u těchto sad pozorovatelný, redukuje vliv hammering efektu.

Na základě hodnocení nástřiků z hlediska DE, porozity, tloušťky a tvrdosti lze říci, že nárůst SD nevede v žádném z případů kombinace substrátu a jeho povrchové úpravy k depozici nástřiku s celkově vyšší kvalitou. Testování hypotézy, že zvýšení SD povede k nárůstu DE a kvality nástřiku prokázalo, že tato hypotéza byla mylná. Stejně jako v případě redukce bow shock efektu, který je už i při SD 30 mm nevýrazný, či nevýznamný [13].

Na snímcích mikrostruktury (**obr. 39**) můžeme pozorovat přítomnost aglomerátů. Jedná se o důkaz toho, že jejich depozice je možná, lokálně však kvalita takového nástřiku klesá. Můžeme vidět velké množství diskontinuit mezi jednotlivými splaty v samotných původních aglomerátech. Kohezní pevnost takové oblasti (**obr. 39b**) musí být logicky nižší ve srovnání s oblastí na **obr. 39c**, která tyto vady neobsahuje.



Obr. 38: Snímky jednotlivých nástřiků v příčném řezu (SEM, BSE): a) S30_P500, b) S60_P500, c) A30_P500, d) A60_P500.

Pro získání průběhu zbytkových napětí napříč tloušťkou nástřiků bylo nutné použít elektrolytické odleptávání, což mělo vliv na velikost, distribuci a relaxaci napětí. Pro eliminaci tohoto vlivu byla použita matematická korekce úběru materiálu dle Moora a Evanse [154].

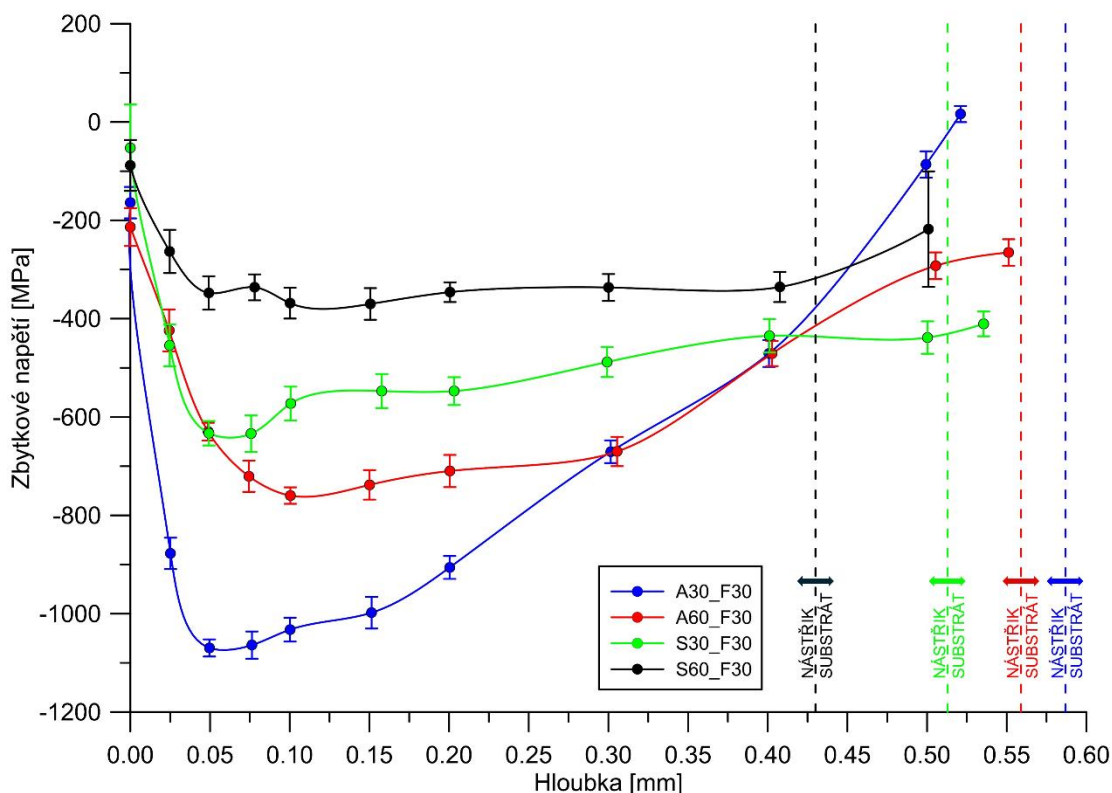
Jak již bylo zmíněno výše, CS depozice je nerozlučitelně spjata s velkou mírou plastické deformace, a to jak substrátu, tak hlavně dopadajících částic. Částice, které jsou již součástí nástřiku, označované jako splaty, jsou dalšími dopadajícími částicemi dále deformovány, což dává možnost: i) eliminaci necelistvostí mezi splaty, ii) zvýšení pevnosti hranic splatů, iii) zvýšení míry deformačního zpevnění, a tudíž tvrdosti, a hlavně iv) indukci zbytkových napětí.

Kvalita samotného nástřiku a rozhraní substrát/nástřik jsou z hlediska úrovně zbytkových napětí velice důležité vlastnosti. Studované nástřiky dosahovaly s pomocí významnému vlivu hammering efektu vysoké kvality a primárně díky tomuto vlivu v nich bylo indukováno vysoké tlakové napětí. Měření probíhalo od povrchu do blízkosti rozhraní substrát/nástřik (~500 μm). Jelikož substrát byl v obou případech z velice odlišných materiálů, průběh zbytkových napětí v substrátech nebyl dále vyhodnocován. Zvolenou povrchovou úpravou, na kterou byly nástřiky deponovány, bylo tryskání částicemi o velikosti odpovídající stupnici FEPA F30.

Průměrné zbytkové tlakové napětí dosáhlo maximální hodnoty u vzorků S30 a A30 přibližně 60 μm pod povrchem, a to ~640 a ~1070 MPa, zatímco S60 a A60 dosáhly maxima přibližně ve 100 μm s hodnotami ~370 a ~760 MPa (**obr. 39**). Vzorky S60 a A60 dosahovaly jejich téměř maximálních tlakových zbytkových napětí i ve výrazně větších hloubkách ve srovnání s S30 a A30, které po dosažení maxima vykazovaly postupný pokles napětí v celé tloušťce nástřiku. Vzorky S60 a A60 vykazovaly po dosažení maxima hodnot v rámci jejich směrodatné odchylky ještě dalších přibližně 300 a 150 μm .

Z průběhu zbytkových napětí jednotlivých vzorků je možné vypořadovat trend mezi SD 30 a 60 mm. Vzorky S30 a A30 vykazují dramaticky vyšších hodnot tlakových napětí, jejich pokles po dosažení maxima je však rapidnější. Míra rychlosti poklesu mezi vzorky A30 a A60 se vyrovnává v hloubce ~300 μm . V blízkosti rozhraní, ale vzorek A30 pokračuje v poklesu, pravděpodobně z důvodu nutnosti kompenzace opravdu vysokého tlakového napětí v substrátu ve formě napětí tahového [155].

Z metalografické analýzy vyplývá, že tloušťka nástřiku nebyla konstantní, tudíž rozptyl v naměřených hodnotách u vzorku S60 (černá linie, hloubka 0,5 mm) byl způsoben měřením v blízkosti rozhraní substrát/nástřik.



Obr. 39: Průběh zbytkových napětí jednotlivých nástřiků.

V obou případech je koeficient teplotní roztažnosti substrátu vyšší než nástřiku, což má za následek tlakové zbytkové napětí v nástřiku a předpokládané tahové napětí v substrátech [85, 155]. Při porovnání vlivu mezi TS a DS má TS větší význam při nanášení tvrdých a těžko deponovatelných částic na tvrdý substrát, kdy použití vyšších parametrů nanášení vede k vyšší kinetické energii částic a ohřevu systému substrát/nástřík. Koeficient teplotní roztažnosti tedy během chlazení po depozici hraje významnější roli, zatímco DS je výraznější při nanášení tvrdých částic na měkký substrát, kde dochází k silné deformaci substrátu a mechanickému zámkování [66]. Taková situace nastala v této studii, kdy přehřívání substrátu AA5083 způsobilo zvýšení vlivu TS, což mělo v kombinaci s DS za následek vyšší tlakové napětí než při nanášení na ocel 1.7225.

Shrnutí příčin a objasnění velikosti tlakových napětí v nástřiku spočívá v synergii následujících faktorů:

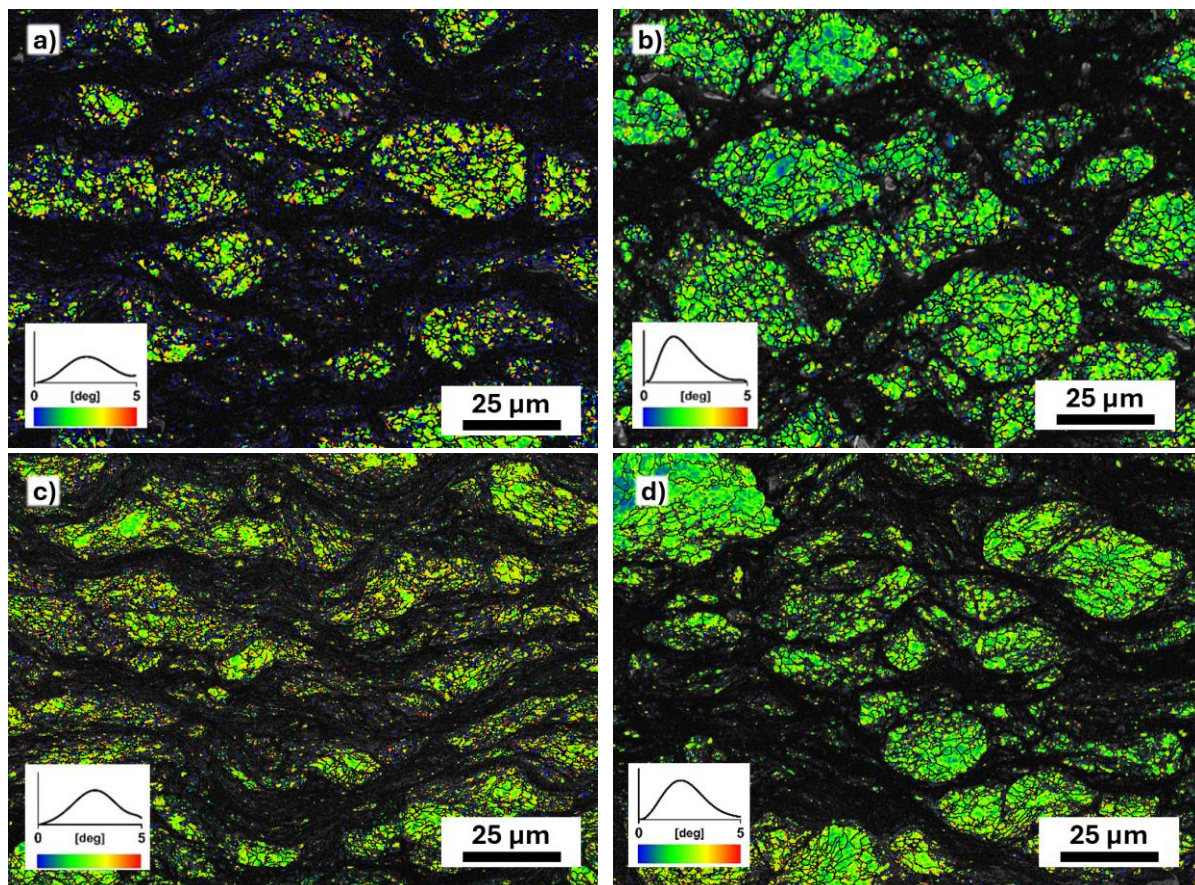
- Masivní hammering efekt způsobený DE dosahující pouhých ~8,25 %. Více než 90 % částic, které dopadly na substrát pouze pěchovaly systém substrát/nástřík, zvyšovaly tak zejména jeho kohezní pevnost, tvrdost a indukovaly tlaková napětí.
- Velký rozdíl mezi koeficienty teplotní roztažnosti AA5083 ($24,2 \times 10^{-6} \times K^{-1}$), 1.7225 ($11,5 \times 10^{-6} \times K^{-1}$) a IN713LC ($10,6 \times 10^{-6} \times K^{-1}$), kdy rozdíl mezi AA5083 a IN713LC vedl k nárůstu tlakových napětí až na ~1070 MPa.
- Vysoká hodnota zbytkových napětí mohla být dosažena i díky přehřevu substrátu (240 °C a 290 °C pro vzorky A30 a A60).
- Spolu s přehřevem bylo velice důležitým faktorem mechanické zámkování uplatněné při depozici IN713LC na substráty z AA5083 zvyšující adhezní pevnost rozhraní [103].
- Vysoká kvalita rozhraní i nástřiku způsobená hammering efektem zároveň pomohla zajistit dostatečnou soudržnost a kvalitu systému.
- Vysoká SS (400 mm/s) spolu s vysokým počtem vrstev (30) nevnášela do systému nadbytečnou tepelnou energii, která by mohla rezultovat v relaxaci tlakových napětí, což mělo na výslednou hodnotu také nezanedbatelný vliv.

V návaznosti na vysokou míru deformačního zpevnění, a tudíž vysokou tvrdost nástřiků, byly provedeny EBSD analýzy s cílem zjistit a objasnit pochody, které se v mikrostruktuře dějí při CS depozici. Na základě IPF a KAM map byla odhalena extrémní změna jak ve velikosti zrn, tak v lokální misorientaci, a to ve srovnání původního práškového materiálu a nástřiků.

KAM mapy všech nástřiků vykazují vysokou úroveň lokálních misorientací, přičemž u sad S30 a A30 (**obr. 40a,c**) jsou tyto hodnoty výrazně vyšší. Vyšší kinetická energie dopadajících částic vedla k výraznějšímu hammering efektu, který v synergii s dalšími výše popsány mechanismy vedl k významným tlakovým napětím a vyšší tvrdosti ve srovnání se vzorky S60 a A60. Tento trend je pozorovatelný u všech sad vzorků, v této kapitole bude ale pro návaznost ukázán na vzorcích podrobených měření zbytkových napětí.

Vzhledem k tomu, že typické rychlosti deformace se během CS depozice odhadují na řádově 10^{-5} až 10^{-9} s^{-1} , dochází k dynamické rekrytalizaci, a tedy k výraznému zjemnění zrn, které je viditelné i v jednotlivých splatech (**obr. 41a-d**).

IN713LC vykazuje nízkou hodnotu energie vrstevné chyby ($\sim 30 \text{ mJ/m}^2$), což ho kvalifikuje jako materiál, jehož stádium dynamického zotavení je krátké. Jedná se o období, kdy se snižuje počet bodových poruch, anihilují dislokace anebo vzniká buněčná dislokační struktura, kdy se dislokace seskupují do stěn a subzrn, což je energeticky výhodnější. V materiálu tedy díky nízké míře zotavení zůstává vyšší množství deformační energie, která je hnací silou následné rekrytalizace [156, 157].

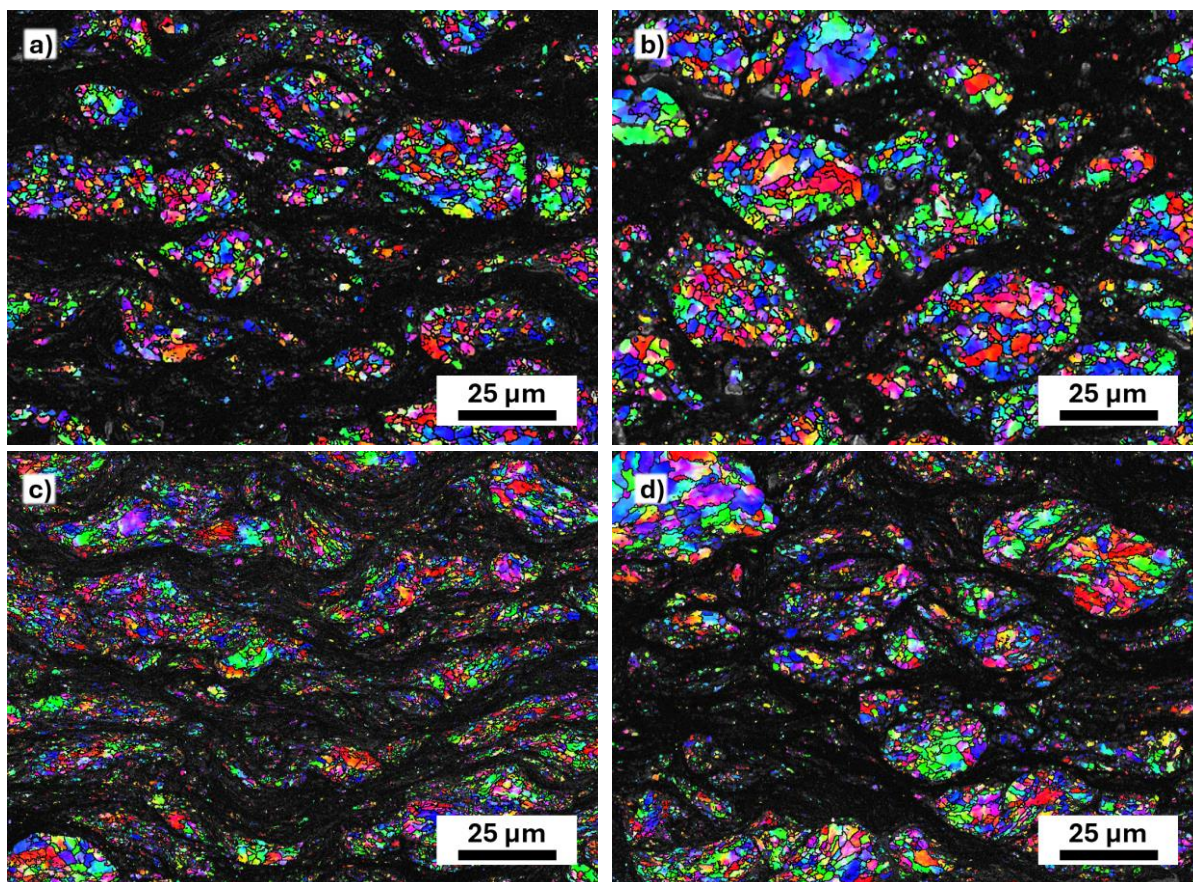


Obr. 40: KAM mapy vybraných reprezentativních nástřiků: a) S30_F30, b) S60_F30, c) A30_F30, d) A60_F30.

Rekrytalizací rozumíme transformaci mikrostruktury v deformovaném materiálu vznikem a pohybem velkoúhlových hranic. K dynamické rekrytalizaci dochází během CS depozice a plastické deformace dopadajících částic. Intenzivní plastická deformace vede ke vzniku vysoké hustoty dislokací a dalších defektů v mikrostruktuře splatů a na jejich hranicích. V tomto případě byla původní dendritická mikrostruktura částic prášku transformována do velice jemnozrné mikrostruktury především v okolí hranic splatů. Uvnitř splatů došlo k transformaci na rovnoosá zrna o velikosti do $10 \mu\text{m}$, protože míra plastické deformace uvnitř splatů nebyla tak vysoká. Z Hallova-Petchova vztahu vyplývá, že velice jemnozrná mikrostruktura nacházející se v blízkosti hranic splatů bude vykazovat vysokou pevnost. V tomto případě můžeme navíc zakomponovat výrazný vliv hammering efektu, který přináší dodatečnou plastickou deformaci a efektivně tak spolu s vytvořením tlakového vnitřního

napětí zvyšuje kohezní pevnost a houževnatost. Lze předpokládat, že hammering efekt také také významnou měrou ovlivnil vznik oblastí, které se na IPF a KAM mapách manifestovaly jako neindexované (**obr. 40, 41**), a to zejména podél hranic splatů, kde byla zrna při použití zvoleného kroku svazku pod detekčním limitem metody [38, 39, 41, 58, 156–158, 160, 162].

Původní částice s větším průměrem prodělaly nižší míru dynamické rekrystalizace než částice menší, což můžeme sledovat na **obr. 42**. Pokles SD měl na zjemnění zrna (fragmentaci) též výrazný vliv, kdy největší zrno v původním prášku mělo velikost 10,5 μm , zatímco pro S30 a A30 to bylo 6,1 a 6,7 μm a pro S60 a A60 9,2 a 9,8 μm . Ve srovnání s IPF a KAM mapami původního prášku (**obr. 27c,d**), prošly všechny splaty masivní plastickou deformací a pouze ty s větším průměrem si zachovaly z části sférický charakter. Z hlediska lokální misorientace je změna od původního, téměř nedeformovaného stavu ještě výraznější.



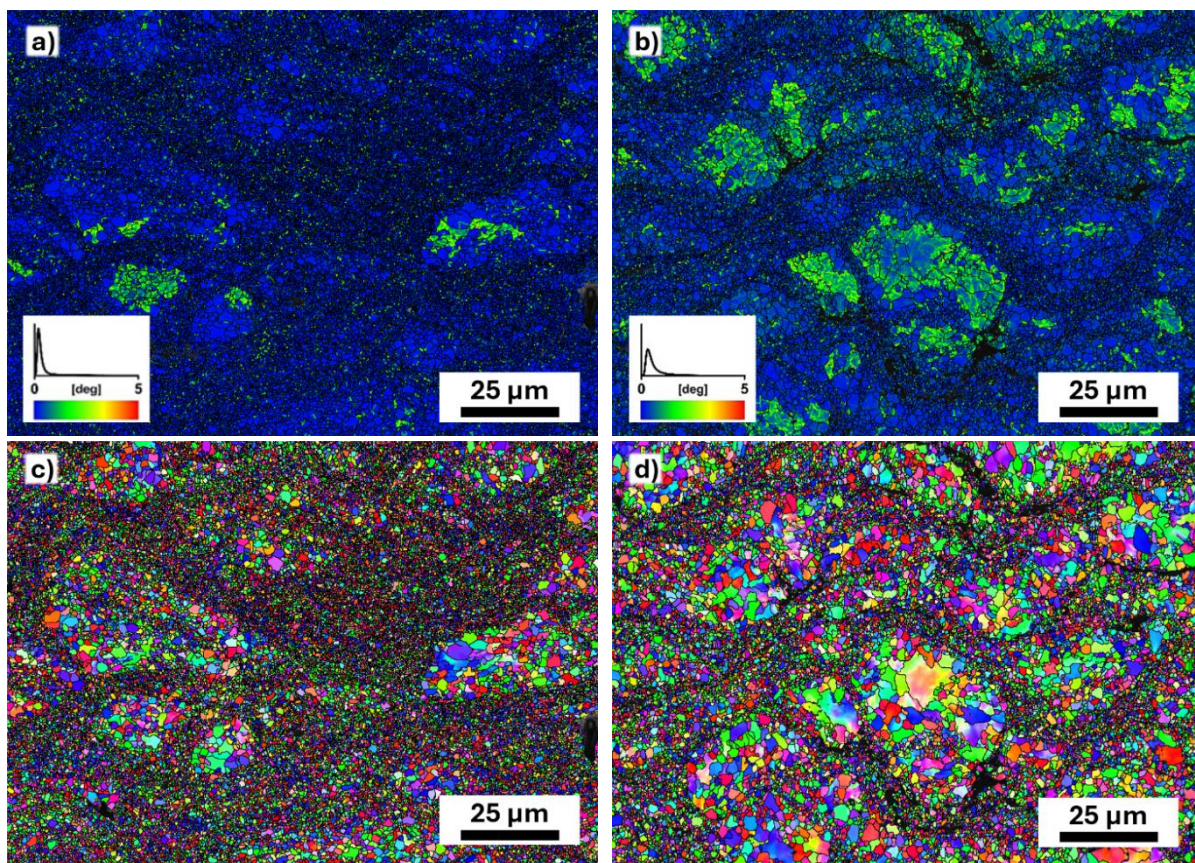
Obr. 41: IPF mapy vybraných reprezentativních nástřiků: a) S30_F30, b) S60_F30, c) A30_F30, d) A60_F30.

Tepelné zpracování v podobě precipitačního vytvrzování bylo provedeno v ochranné atmosféře argonu při 890 °C s výdrží 8 hodin a následným ochlazením na vzduchu. Tepelné zpracování bylo zvoleno jako konvenční pro studovanou slitinu a mělo za cíl umožnit sledování mikrostruktury, evoluci lokální misorientace a velikosti zrn zejména pomocí EBSD analýzy. Ta potvrdila, že opravdu došlo k relaxaci napětí (snížení lokální misorientace), zotavení a rekrystalizaci zdeformované mikrostruktury, což bylo reprezentováno výrazným snížením velikosti neindexovaných oblastí. Jak bylo zmíněno výše, XRD fázová analýza odhalila v mikrostruktuře přítomnost koherentních precipitátů $\gamma'(\text{Ni}_3(\text{Al,Ti}))$, $\gamma''(\text{Ni}_3\text{Nb})$ a karbidů NbC.

Pro účely srovnání nástřiků deponovaných na substrát 1.7225 ve stavu před a po TZ budou v dalším textu použity průměrné hodnoty jednotlivých sad. Hodnocené vlastnosti jednotlivých vzorků totiž nevykazovaly dramatické rozdíly ani významné trendy. V případě sady S30 se porozita pouze mírně zvýšila, a to z průměrných $0,19 \pm 0,09$ % na $0,21 \pm 0,09$ %, zatímco u S₆₀ byl nárůst dramatický, z $0,24 \pm 0,06$ % na $1,64 \pm 0,57$ %. Ve stavu as-sprayed se porozita sady S30 skládala pouze z nespojitostí mezi splaty nebo chybějících splatů, ale v důsledku TZ se porozita redistribuovala do malých pórů podél hranic zrn charakteristických pro konvenční mikrostrukturu. Kvalita rozhraní splatů u sady S60 ve stavu as-sprayed byla výrazně nižší než u sady S30, a to kvůli méně výraznému hammering efektu a nižší kohezní pevnosti splatů. TZ mělo díky zvýšené teplotě a probíhající difuzi podpořit metalurgické spojení jednotlivých splatů a efektivně tak porozitu snižovat. Namísto toho docházelo k delaminaci rozhraní a dekohezi mezi větším množstvím splatů, což rezultovalo v sedminásobný nárůst porozity [18, 159].

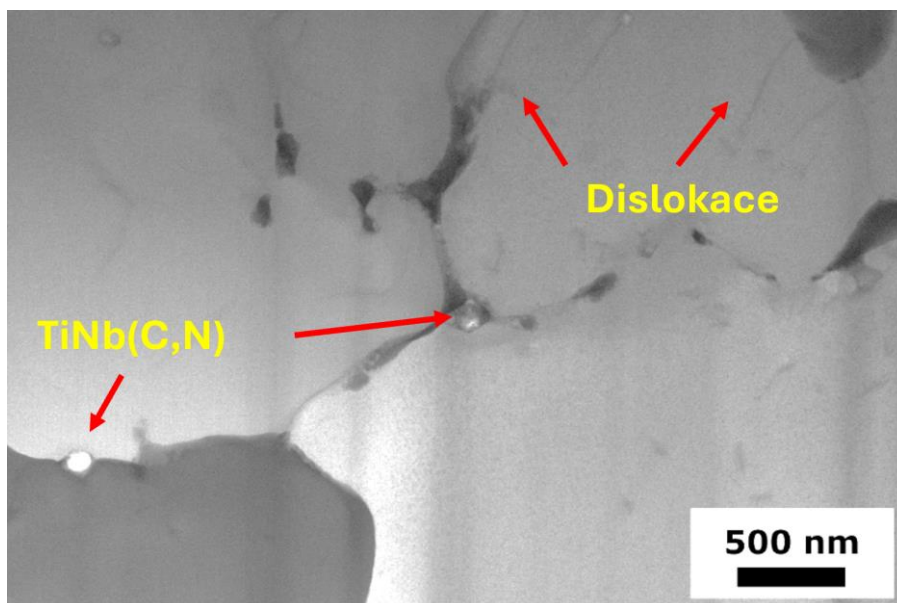
Lokální misorientace reprezentovaná hodnotami KAM (**obr. 40a,b** a **42a,b**) prudce klesla z modálních hodnot $\sim 2,5^\circ$ a $\sim 1,5^\circ$ pro vzorky S30 a S60, na modální hodnoty $\sim 0,5^\circ$. Tento jev koreluje s poklesem hustoty dislokací prostřednictvím jejich anihilace během TZ v původně silně plasticky zdeformované mikrostruktuře s velmi vysokou hustotou dislokací. Velká míra plastické deformace je spojována se širokou distribucí hodnot lokální misorientace mikrostruktury nástřiků v as-sprayed stavu (**obr. 40a,b**). Ve stavu po TZ (**obr. 42a,b**) byla distribuce hodnot lokální misorientace velice úzká a posunutá k nižším hodnotám. Anihilace dislokací byla doprovázena také růstem zrn během statické rekrystalizace, což rezultovalo v dramatický pokles neindexovaných oblastí jak na KAM, tak IPF mapách (**obr. 42**) [142, 159]. V neindexovaných oblastech nástřiků se ve stavu as-sprayed nacházela velice jemná zrna ($\sim$ nm), která při TZ rostla, což vedlo k možnosti jejich detekce během EBSD analýzy. Nejvyšší naměřené velikosti zrna byly pro sady S30 a S60, 7,36 a 11,5 μ m.

Tvrдость nástřiků následovala trend a v souladu s výsledky EBSD analýzy klesala. Relaxace napětí, snížení hustoty dislokací a růst zrn způsobil pokles tvrdosti u sady S30 o 16 % na hodnotu 520 ± 27 HV1 a v případě sady S60 o 9 % na 471 ± 25 HV1. KAM mapy naznačují, že vzorky sady S60 si v oblastech splatů větších velikostí byly schopny ponechat relativně vysokou úroveň lokální misorientace (**obr. 42b**), což rezultovalo v procentuálně menší pokles tvrdosti.



Obr. 42: IPF a KAM mapy vybraných reprezentativních nástrůků: a,c) S30_F30, b,d) S60_F30.

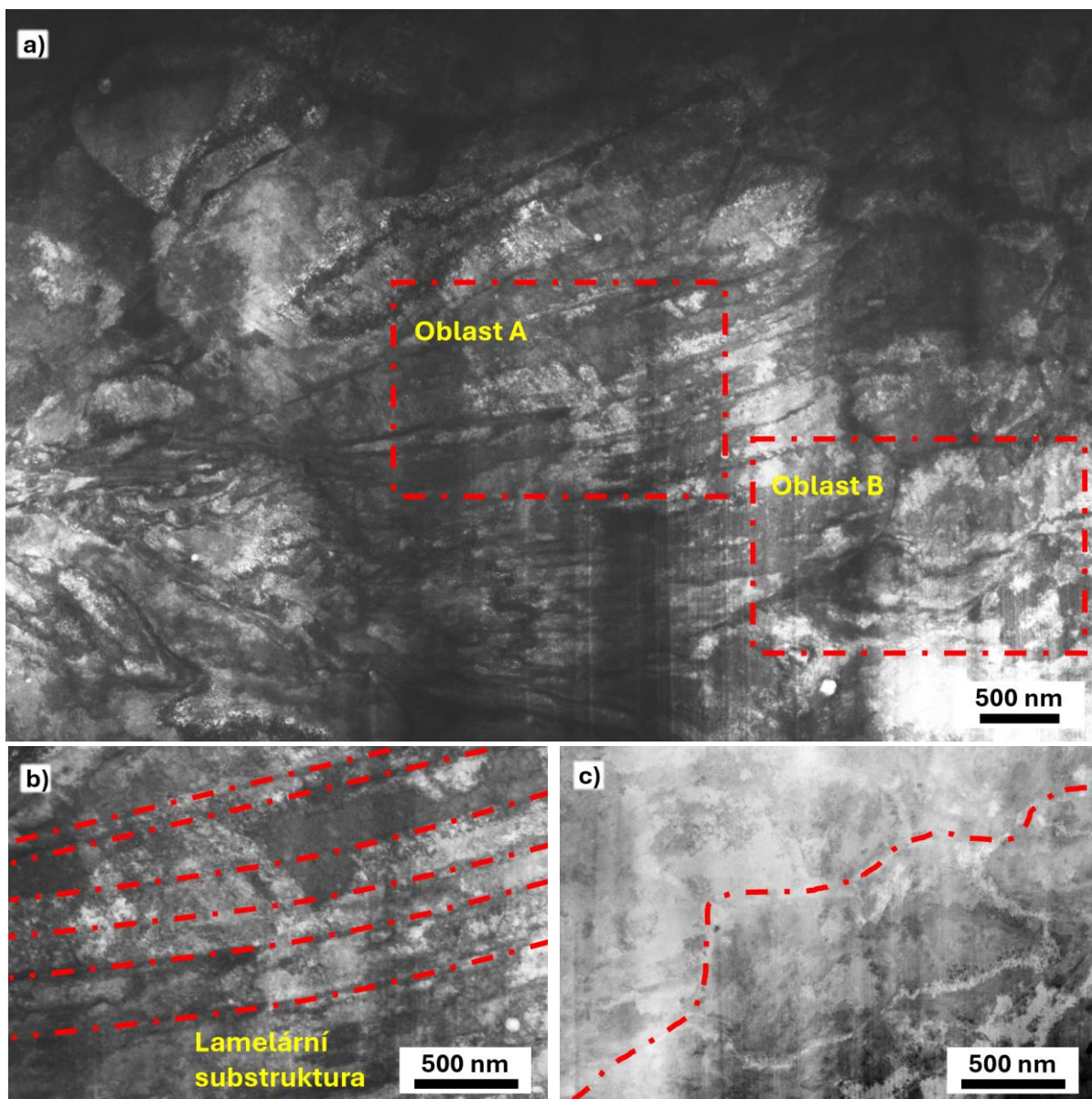
Na **obr. 43-45** je možné pozorovat vývoj mikrostruktury a velikosti zrn mezi jednotlivými stavy, tím je myšlen původní prášek, nástrůk ve stavu as-sprayed a nástrůk po TZ. Částice prášku obsahovaly precipitáty na bázi $\text{TiNb}(\text{C},\text{N})$, které se nacházely mezi dendrity o velikosti v řádu mikrometrů. Jak již bylo zmíněno, mezidendritické prostory obsahovaly vyšší koncentrace Mo, Nb, Zr a Si než samotné dendrity. Pozorovat je možné také menší množství dislokací (**obr. 43**).



Obr. 43: Snímky mikrostruktury vstupního prášku (STEM, BF).

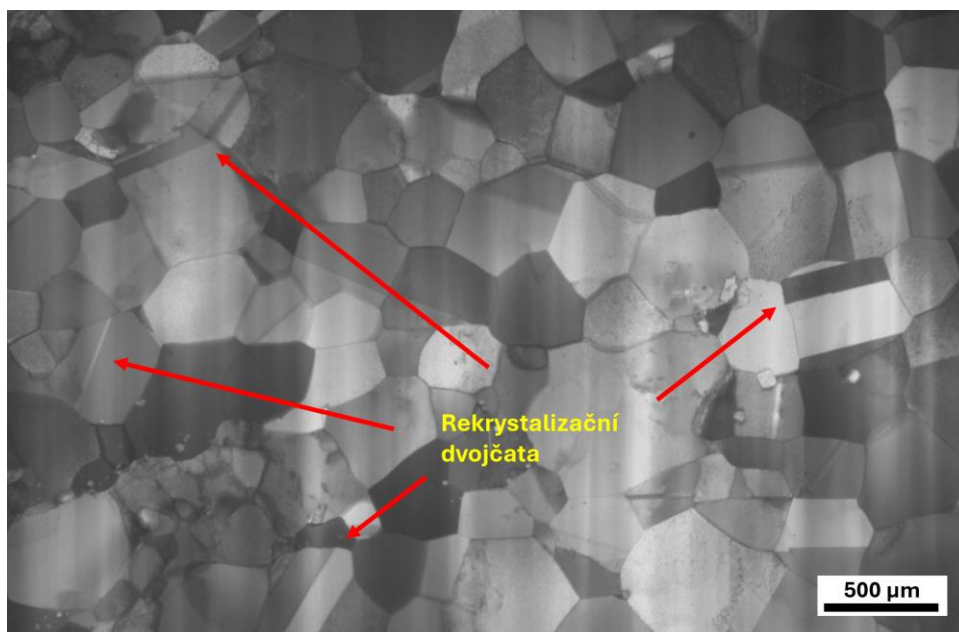
Mikrostruktura ve stavu as-sprayed (**obr. 44**) se díky plastické deformaci během depozice drasticky změnila a původní mikrostrukturu prášku absolutně nepřipomíná. V nástřiku však byly nalezeny precipitáty TiNb(C,N), které byly přítomné již v prášku. Snímek na **obr. 44a** reprezentuje charakteristickou oblast lamely nástřiku ve stavu as-sprayed, kde můžeme ve světlém poli vypořadovat, že mikrostruktura obsahuje opravdu velké množství defektů, které omezují průchod elektronů lamelou a snímek tak vykazuje velké množství tmavých oblastí. Jedná se především o dislokace a hranice jednotlivých součástí substruktury vzniklé vlivem plastické deformace při depozici. Chemické složení dle EDS mikroanalýzy nevykazovalo výrazné rozdíly. Oblast A (**obr. 44b**) poskytuje detail lamelární substruktury. HAADF (High Angle Annular Dark Field) detektor zachycuje elektrony, které byly výrazně vychýleny při průchodu vzorky, a to at' na atomech s vysokým protonovým číslem nebo přítomných vadách. Proto můžeme na snímku oblasti B (**obr. 44c**) pozorovat světlejší část charakteristickou přítomností velkého množství vad, pravděpodobně dislokačních stěn, a její sousední oblast vykazující nižší míru přetvoření [142].

Komplikovaná substruktura CS nástřiku vzniká při depozici, kdy se dislokace tvoří a následně interagují a organizují do buněk a stěn. Hammering efekt způsobuje další dodatečnou plastickou deformaci a takto organizované útvary jsou nuceny s ohledem na snižování energie systému rotovat vůči svému okolí. Takové pohyby zvyšují lokální misorientaci a dochází tak k tvorbě nejprve maloúhlových a následně vysokoúhlových hranic zrn [142].



Obr. 44: Snímky mikrostruktury nástřiku ve stavu as-sprayed (STEM): a) přehledový snímek (BF), b) detail oblasti A (BF), c) detail oblasti B (HAADF).

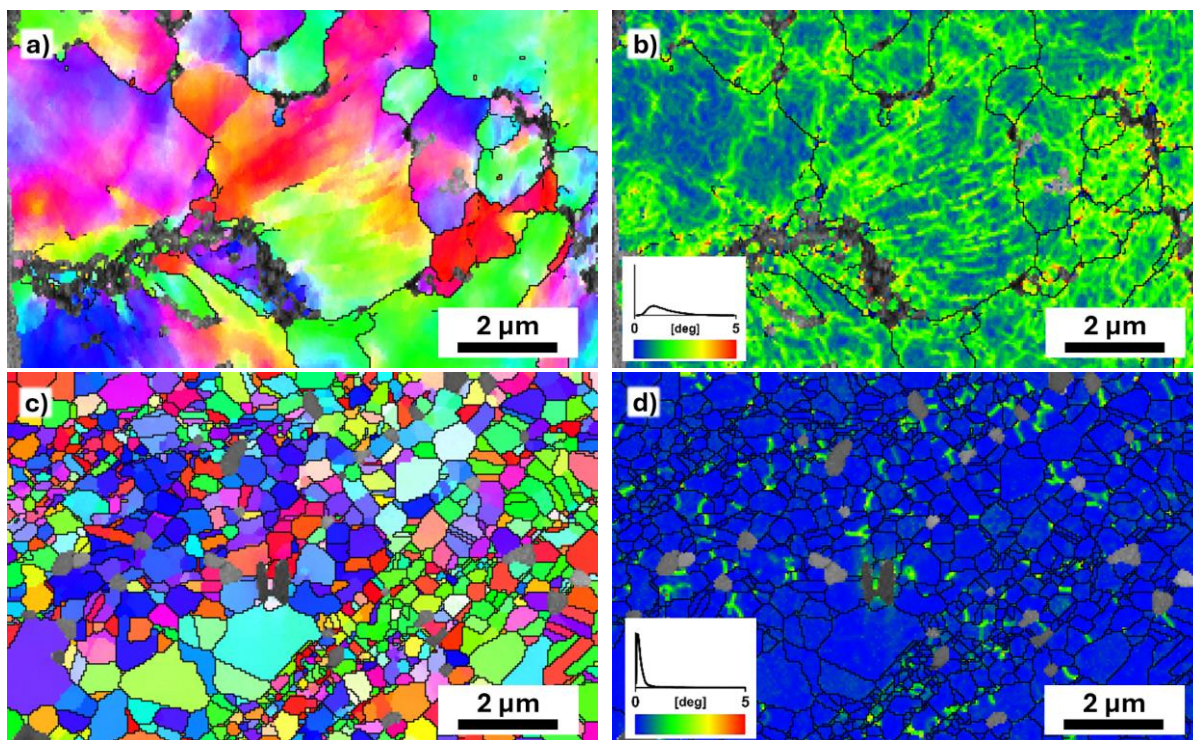
Během tepelného zpracování došlo ke zotavení a rekrytalizaci mikrostruktury. Výsledkem byla rovnoosá zrna s přítomností rekrytalizačních dvojčat, která jsou charakteristická pro slitinu IN713LC (**obr. 45**). Došlo také ke vzniku homogenní a uspořádané mikrostruktury s přítomností jak fáze γ , tak precipitátů γ' a NbC (**obr. 36**).



Obr. 45: Snímek mikrostruktury nástřiku po TZ (STEM, BF).

Lamela v as-sprayed stavu byla extrahována z oblasti uvnitř splatu, což potvrzuje IPF mapa (**obr. 46a**), kde můžeme pozorovat zrna o velikosti až $5,2\ \mu\text{m}$, která je běžně možné najít právě uvnitř splatu, kde nedochází k výrazné fragmentaci a zjemnění zrna (**obr. 46b**). Lamela ve srovnání s nástřikem (**obr. 40a**) vykazovala nižší hodnoty lokální misorientace. Tento pokles byl způsoben pravděpodobně relaxací napětí při přípravě lamely (leštění, ztenčování).

Lamela ve stavu po TZ byla extrahována z oblasti sousedící s hranicí splatů, což je možné pozorovat na **obr. 46c**. Oblast zrn o větší velikosti je obklopena téměř kompletně zrny velice jemnými. Díky TKD analýze vykazovala lamela ve stavu as-sprayed ve srovnání s bulkovým nástřikem dramaticky nižší množství neindexovaných oblastí. Hlavní výhodou TKD je v tomto případě možnost použití mnohem menšího kroku svazku ($\sim 50\ \text{nm}$).



Obr. 46: Výsledky TKD analýzy lamel: a) IPF mapa lamely ve stavu as-sprayed, b) KAM mapa lamely ve stavu as-sprayed, c) IPF mapa lamely ve stavu po TZ, d) KAM mapa lamely ve stavu po TZ.

Diskuse k optimalizaci SD

Na substrátu 1.7225 nebyly z důvodu jeho vysoké tvrdosti ve srovnání s AA5083 pozorovány charakteristiky mechanického zámkování. Tato ocel byla mimo jiné vybrána z důvodu srovnatelné tvrdosti s materiálem IN713LC, který je jako substrát i jako prášek primárním předmětem studia této práce a disponuje tvrdostí v rozmezí 285 až 500 HV [161, 163]. Díky nízké tvrdosti (88 ± 3 HV1) a předehřevu AA5083 bylo při depozici mechanické zámkování uplatněno, což bylo jednou z příčin velice vysokého tlakového napětí, kterým nástríky deponované na tento substrát disponovaly. Předpokládá se totiž, že přítomnost mechanického zámkování je zodpovědná za vyšší kvalitu a pevnost rozhraní substrát/nástrík a zvýšenou schopnost přenosu zatížení ve srovnání s pouhým metalurgickým spojením [38, 53].

K dispozici je pouze malé množství studií zabývajících se CS depozicí IN713 [14, 24], a ačkoliv je slitina IN718 studovaná mnohem podrobněji, stále neexistuje shoda nad ideální povrchovou úpravou a drsností substrátu před depozicí. Singh et al. ve své práci [81] v rámci depozice IN718 na IN718 na základě porovnání dvou tryskaných povrchů (FEPA F36 a F150) a povrchu leštěného odvodili, že pro získání kvalitního rozhraní je vhodné mít substrát s R_a vyšší než $3 \mu\text{m}$. Takové rozhraní i v případě depozice tvrdého materiálu na tvrdý substrát disponuje znaky mechanického zámkování, což je ve zmíněné práci potvrzeno jeho vysokou kvalitou. V našem případě nebylo při depozici podobného systému (1.7225/IN713LC) mechanické zámkování pozorováno. Dle našich experimentů a práce [58] dále vyvstává otázka, zda pozitivní vliv mechanického zámkování nebude degradován fragmenty částic tryskačního média, které inherentně zůstávají v podpovrchových vrstvách substrátu a působí jako koncentrátoři napětí. Tato problematika bude podrobněji popsána dále v rámci měření adhezní

pevnosti. Z experimentů provedených v rámci této práce vyplývá, že broušení jako povrchová úprava vhodnější je než tryskání.

Měření DE celého experimentu bylo provedeno v rámci optimalizace metodiky jejího výpočtu a prokázalo se, že DE je v souladu s hypotézou ve srovnání s efektivitou předchozího procesu násobně vyšší. DE nebyla měřena pro jednotlivé sady vzorků z několika důvodů, a těmi byly zejména technologická náročnost vážení zásobníku prášku během depozice, neekonomické prodlužování doby trvání depozice (plýtvání dusíku) a zvyšování rizika nestability procesu depozice.

Příčiny nízké depoziční efektivity byly a budou probírány v rámci celé této práce, jelikož se jedná o zásadní problém, ale zároveň o jednu z největších výhod (hammering efekt). Zvýšení DE může být dosaženo změnou primárních a sekundárních parametrů depozice, například snížením rychlosti skenování (SS), což by vedlo k vyšší teplotě substrátu a již deponovaného nástřiku, čímž by klesla kritická rychlost částic. Pravděpodobně by se zvýšila kvalita metalurgického spojení a následně DE. Zvýšená povrchová teplota již naneseného nástřiku může být velice významná, protože nástřik má vyšší tvrdost než substrát, což vede k ještě vyšší kritické rychlosti dopadajících částic potřebné pro úspěšnou depozici [164]. Technické možnosti, jak depoziční efektivitu zvýšit, byly zmíněny v diskusi k předchozímu experimentu, zde je ale důležité zmínit tepelné zpracování vstupního prášku. Tento přístup by mohl vést k zisku prášku s nižší mírou přesycení tuhého roztoku, vyšší plasticitou a nižší tvrdostí. Depozice takového prášku by mohla vést k nárůstu DE, a to za použití stejných depozičních parametrů, a tudíž rozšířit portfolio materiálů deponovatelných pomocí snadno dostupného a relativně levného dusíku [16, 40, 83, 151, 153, 165].

Nástřiky deponované v sadách A30 a A60 vykazovaly porozitu $0,72 \pm 0,38$ % a $2,11 \pm 0,61$ %. Sady S30 a S60 disponovaly v obou případech porozitou nižší, jmenovitě $0,19 \pm 0,09$ % a $0,24 \pm 0,06$ %, což jsou hodnoty velice blízké těm nejnižším, které je možné v dostupné literatuře nalézt. Porozita nástřiků slitin typu Inconel (625, 713C, 718 a 738) deponovaných pomocí dusíku dosahovala hodnot v rozmezí 0,11 až 2,5 % [14, 17–19, 22, 23, 81, 166–168].

Podobný trend je pozorovatelný i ve srovnání naměřené tvrdosti s publikovanými daty. Nejvyšší publikovaná hodnota tvrdosti nástřiku byla naměřena na IN738 deponovaném pomocí helia, a to 714 HV_{0,2} [123], zatímco IN718 deponovaný pomocí helia vykazoval maximálních hodnot tvrdosti kolem 600 HV_{0,3} [18]. Všechny další nalezené hodnoty tvrdosti nástřiků slitin typu Inconel byly měřeny při zatížení 100 až 500 g a byly v rozmezí 400 a 600 HV [14, 17, 19, 23, 81, 103, 166, 168, 169]. I navzdory použití dusíku jako pracovního plynu a vysokého zatížení při měření tvrdosti, vykazovaly námi deponované nástřiky, zejména tedy ty ze sad S30 a A30 hodnot 615 ± 50 a 619 ± 44 HV₁. Tvrdosti nástřiků ze sad S60 a A60 byly nižší, i tak ale dosahovaly relativně vysokých hodnot. Pokles ve srovnání se sadami S30 a A30 byl způsoben použitím vyšší SD, kdy částice nedopadaly na substrát s tak vysokou kinetickou energií, což mělo negativní vliv jak na tvrdost, tak porozitu i zbytková napětí. Vzhledem k tomu, že nebyl prokázán negativní vliv bow shock efektu, jako optimální SD byla pro budoucí experimenty zvolena hodnota 30 mm.

Měření tvrdosti s nižším zatížením než HV0,2 je možné označit jako měření mikrotvrdosti. Z hlediska použití CS nástřiků v průmyslu jsou však tyto hodnoty a tento typ měření neprůkazné či minimálně zavádějící. Na základě námi aplikovaného zatížení (1000 g) je možné sledovat a v určitých mezích i hodnotit křehkost testovaného nástřiku, protože velikost vtisku přesahuje velikost jednoho splatu a je tak testována odezva hranic několika splatů. Podrobné testování a hodnocení bude uvedeno v dalších kapitolách.

Hodnoty zbytkových napětí naměřené v této práci předčily hodnoty publikované ve všech ostatních pracích, kdy maximální tlaková napětí dosahovala hodnot ~ 400 MPa v hloubce ~ 1100 μm po povrchu nástřiku [17]. Ve zmíněné práci se jednalo o depozici IN718 na tryskaný IN718 substrát, a to za použití téměř shodných parametrů jako v naší práci. DE dosahovala hodnoty 60 %, byla však počítána odlišnou metodikou. Porozita nástřiku vykazovala hodnotu $1,3 \pm 0,1$ % a tvrdost dosahovala 465 ± 32 HV0,3. Z publikovaných dat je možné vyvodit, že nízká DE naměřená v naší práci vedla k vyššímu vlivu hammering efektu, tedy vyšší míře peening efektu, který zvýšil celkovou hodnotu tlakového napětí naměřenou v nástřicích deponovaných na ocelový substrát.

V rámci ostatních vědeckých prací zabývajících se měřením zbytkových napětí byly deponovány slitiny typu Inconel na různé substráty, zejména však na tvrdé s obdobným koeficientem teplotní roztažnosti. V případě práce [170] bylo na povrchu nástřiku IN625, který byl před měřením oddělen od substrátu, naměřeno tahové napětí, které v průběhu měření do hloubky 1 mm změnilo svůj charakter a vykazovalo hodnoty až 200 MPa v tlaku. Charakter zbytkového napětí IN718 deponovaného stejnými parametry byl od povrchu až do hloubky 1 mm stále tlakový, přičemž zbytkové napětí v této hloubce bylo opět ~ 200 MPa. Vasen et al. [155] i Singh et al. [19] ve svých pracích potvrdili skutečnost, že s rostoucí tloušťkou vrstvy, minimálně v případech, kdy je deponován tvrdý materiál na tvrdý substrát, dochází k poklesu hodnot tlakových napětí, přičemž nástřik o tloušťce 216 μm , může způsobit takové prohnutí substrátu, že vypočítaná hodnota tlakového napětí uvnitř něj dosahuje ~ 1200 MPa. Ke zjištění těchto hodnot bylo vyvinuta metodika in-situ měření průhybu substrátu, která je od námi použité metody velice odlišná, a jak bylo zmíněno v teoretické části práce, spolehlivost srovnání takových výsledků není vysoká [105].

Během TZ docházelo pravděpodobně kvůli rozdílu v CTE mezi substrátem a nástřikem k porušování jak rozhraní, tak také nárůstu porozity v samotném nástřiku (S60). Soudržnost rozhraní substrát/nástřik nebyla pravděpodobně dostatečně vysoká, aby dokázala akomodovat délkové rozdíly (rozdílná tepelná roztažnost) při ohřevu a následném ochlazení na vzduchu. Delaminace nástřiků mohla být také podpořena přítomností fragmentů tryskacího média v povrchu substrát [155]. V průběhu dalších experimentů bylo provedeno rozpouštěcí žihání (1200 $^{\circ}\text{C}/2$ h/vzduch) s následným precipitačním vytvrzením (890 $^{\circ}\text{C}/8$ h/vzduch) na vzorcích sady A4, která dosahovala mnohem vyšší kvality nástřiku než S60 nebo S30 a byla deponována na IN713LC. Porozita nástřiku po TZ klesla z $0,05 \pm 0,01$ % na 0,01 %. Metalografická analýza neodhalila významné porušení jak rozhraní substrát/nástřik, tak ani nespojitosti mezi splaty. Pokud však nástřik nedosahuje vysoké kvality, jako právě v případě S30 a S60, je možné implementovat technologii HIP, která by měla eliminovat delaminaci nástřiku a tvorbu nespojitostí mezi splaty.

4.6 Optimalizace SS a trysky

Na základě DE a dalších hodnocených vlastností nástřiků z předchozích experimentů a pokusů o optimalizaci depozičních parametrů bylo zjištěno, že částice prášku nedosahují dostatečně vysoké rychlosti, která by zabezpečovala vysokou úroveň DE a zároveň kvalitu nástřiku. Proto byl navržen nový přístup založený na použití delší trysky s označením „OUT 4“ a proporcionálním snížení SS a otáček podavače prášku. Díky použití trysky s delší divergentní částí (180 mm) by dle teorie a simulací mělo docházet k delšímu vystavení částic horkému pracovnímu plynu, a tím k poklesu jejich kritické rychlosti nutné pro úspěšnou depozici. Snížení SS a zvýšení teploty pracovního plynu bylo provedeno také s cílem snížení kritické rychlosti částic. Tento vliv se projevuje až při dopadu částice na substrát, který by měl mít vyšší teplotu, protože je proud horkého plynu vystaven delší dobu než v případě experimentů předchozích. Snížení otáček podavače bylo implementováno z důvodu eliminace rizika ucpávání trysky při dlouhých depozicích, jejichž délka při snížení SS dramaticky narůstá.

Hlavní hypotézou ověřovanou tímto experimentem bylo zvýšení DE na základě přijetí změn v nastavení procesu depozice zmíněných výše. Vliv SS, který prozatím podrobně sledován nebyl, bude vyhodnocen na základě kvality nástřiku podobně jako v kapitole optimalizace SD. Snížení SS na 100 mm/s by však mělo vnést do systému substrát/nástřik více tepla a podstatně tak DE zvýšit. Je však také možné, že se její nárůst projeví v dramatickém poklesu hammering efektu a kvalita nástřiku bude degradovat, jak jsme mohli pozorovat v předchozích experimentech.

V rámci studia vlivu trysky a změny SS na kvalitu nástřiku byl použit prášek s označením X stejně jako v předchozích experimentech. Jako substrát byly použity dvě desky z oceli 1.7225 shodné s předchozím experimentem, a to i v rámci jejich povrchových úprav (**obr. 35, tab. 4**). Depozice proběhla za pomoci parametrů v **tab. 7** a bylo tak vytvořeno celkem 6 vzorků (**tab. 8**). Předehřev substrátu pozůstával z jednoho přejezdu trysky nad substráty před samotnou depozicí, což rezultovalo v povrchovou teplotu substrátu SS1 o hodnotě ~ 300 °C a SS2 přibližně 273 °C, protože doba, kterou tryska strávila přímo nad tímto substrátem, byla díky vyšší SS kratší.

Tab. 7: Parametry depozice pro optimalizaci SS a trysky

Sada	Teplota [°C]	Tlak [bar]	SD [mm]	SS [mm/s]	Ot. podav. [ot./min]	Nos. plyn [m ³ /h]	Tryska	Předehřev a počet vrstev
SS1	1075	47,5	30	100	1	5	OUT 4	1 + 30
SS2	1075	47,5	30	200	1	5	OUT 4	1 + 30

XRD fázová analýza neodhalila ve srovnání s difraktogramem prášku X žádný rozdíl ve fázovém složení. Stejně jako v předchozích experimentech však došlo k drobné změně mřížkového parametru přesyceného tuhého roztoku na bázi NiCr (fáze γ), a to na 3,600 Å. Došlo také k rozšíření peaků, které patří fázi γ , což je spojeno s poklesem velikosti krystalitů vlivem plastické deformace při depozici nástřiku. Jednalo se o pokles velikosti krystalitů z hodnoty 368 Å na 202 Å.

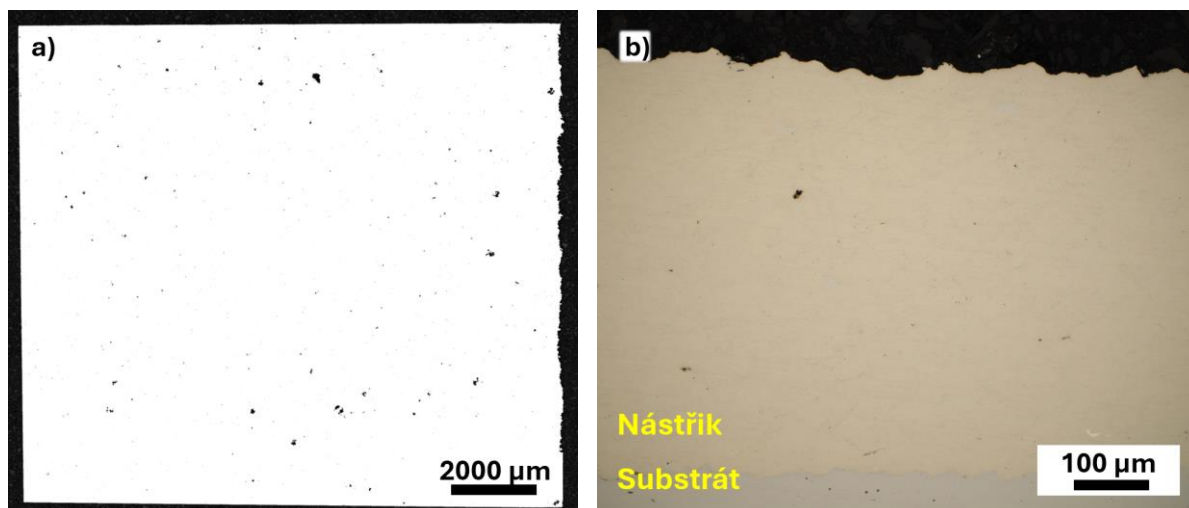
Z hlediska naměřené tvrdosti (**tab. 8**) bylo dosaženo nových maxim, a to zejména v případě sady SS1, která vykazovala průměrné hodnoty 735 ± 36 HV1. Ve srovnání se sadami S30 a A30 se jednalo o nárůst o ~ 20 %, zatímco sada SS2 vykazovala nárůst o ~ 10 %. Nástřiky G a IR měřeny se zatížením 500 g také nedosahovaly tak vysokých hodnot. Z hlediska hodnocení kohezní pevnosti vykazovaly nástřiky sad SS1 a SS2 nejvyšší kvality pevnosti rozhraní mezi jednotlivými sploty.

Podobně jako u tvrdosti, i u porozity byly nalezeny nové extrémy, a to ve formě nejnižších naměřených hodnot (**tab. 8**). Hodnoty obou sad se pohybovaly v rozmezí $0,05 \pm 0,04$ % a $0,13 \pm 0,04$ %. Maximální velikost pórů byla při vyhodnocování porozity příčným řezu ~ 20 μm .

Tab. 8: Výsledky metalografické analýzy

Vzorek	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [$\mu\text{m}/\text{vrstvu}$]	Tvrdost HV1
SS1_F10	$0,13 \pm 0,02$	484 ± 45	~ 16	732 ± 31
SS1_F30	$0,10 \pm 0,02$	457 ± 45	~ 15	766 ± 25
SS1_P500	$0,12 \pm 0,02$	546 ± 45	~ 18	710 ± 27
SS2_F10	$0,13 \pm 0,04$	167 ± 8	~ 6	681 ± 29
SS2_F30	$0,11 \pm 0,04$	152 ± 8	~ 5	696 ± 28
SS2_P500	$0,05 \pm 0,04$	159 ± 8	~ 5	667 ± 36

Pro porovnání byla na vzorku SS1_P500 porozita vyhodnocována i z jeho povrchu (směru depozice, podélný řez), a to na ploše $98,9$ mm^2 . Výsledná hodnota byla $0,24$ % a největší pór měl velikost 253 μm . Na **obr. 47a** můžeme pozorovat plochu vzorku SS1_P500 a zjistit, že se porozita skládá zejména ze splotů, které při se metalografické přípravě separovaly od nástřiku (nízká kohezní pevnost) a relativně malého množství drobných nespojitostí mezi sploty. V příčném řezu vzorku (**obr. 47b**), na podstatně menší ploše se tak velké vady nevyskytovaly. Je však možné pozorovat velice kvalitní rozhraní bez jakýchkoliv vad. Nástřiky deponované na tryskané oblasti substrátů vykazovaly v oblastech rozhraní vady ve formě přítomnosti tryskacího média, což snižovalo jejich kvalitu. Na druhou stranu, podobně jako u sad S30 a S60 byly na tryskaných vzorcích zejména F30 pozorovatelné náznaky mechanického zámkování. V případě SS1_F30 je díky změně depozičních parametrů možné sledovat takových oblastí více. Posouzení kvality rozhraní z hlediska mechanického testování bylo zkoumáno pomocí scratch testu, čemuž se tato práce věnuje v dalších kapitolách.



Obr. 47: Snímky vzorku SS1_P500 (SM): a) podélný řez připravený pro obrazovou analýzu (ČB), b) příčný řez.

S vysokou tvrdostí a nízkou porozitou koreluje opět velice nízká DE. Ta byla v případě sady SS1 6,9 % a v případě sady SS2 pouhých 4,8 %. Díky zvýšení teploty pracovního plynu, snížení SS a změně trysky došlo ke změnám vlastností jednotlivých sad vzorků. K očekávaným pozitivním změnám ve smyslu zvýšení DE však nedošlo. Ve srovnání s předchozím experimentem dokonce DE klesla. Pokud porovnáme hodnoty efektivity procesu s depozicí nástřiků G a IR, dostáváme se v případě SS1 na hodnotu 4,2 % a v případě sady SS2 na 2,9 %, což jsou hodnoty vyšší.

Během depozice sady SS2 dopadlo na substrát méně částic, což bylo způsobeno vyšší SS. Domníváme se tedy, že díky tomu klesla i samotná DE, a to tím, že dopadající částice ve větším množství případů stihly dopadnout na substrát a následně se odrazit bez toho, aby na ně dopadly další částice a došlo tak alespoň k částečnému metalurgickému spojení. Takto deponované splaty jsou následně podrobovány přechováním dalšími dopadajícími částicemi a kvalita jak rozhraní, tak samotného nástřiku roste. To můžeme pozorovat na sadě SS1, kde kvalita nástřiku přesáhla nástřiky předchozí.

Diskuse k optimalizaci SS a trysky

Díky znalosti DE můžeme dále konstatovat, že největší vliv na kvalitu jak rozhraní, tak i nástřiků měl opět velice výrazný hammering efekt. Výrazné zlepšení způsobené použitím trysky OUT 4 se neprojevilo, a proto nebyla tryska pro navazující experimenty využívána. Zvýšení teploty pracovního plynu je změna, která principiálně nemůže negativně ovlivnit depozici. Díky tomuto experimentu bylo zjištěno, že jsme schopni i navzdory technologickým omezením a nutnosti snížení tlaku pracovního plynu takto vysoké teploty dosáhnout, a to při zachování dostatečné stability procesu a pouze malého zvýšení spotřeby dusíku. Z těchto důvodů bude tato změna implementována i v dalších experimentech, a to spolu se snížením SS pro vyšší ohřev systému substrát/nástřík a proporcionálním snížením otáček podavače pro omezení rizika ucpávání trysky.

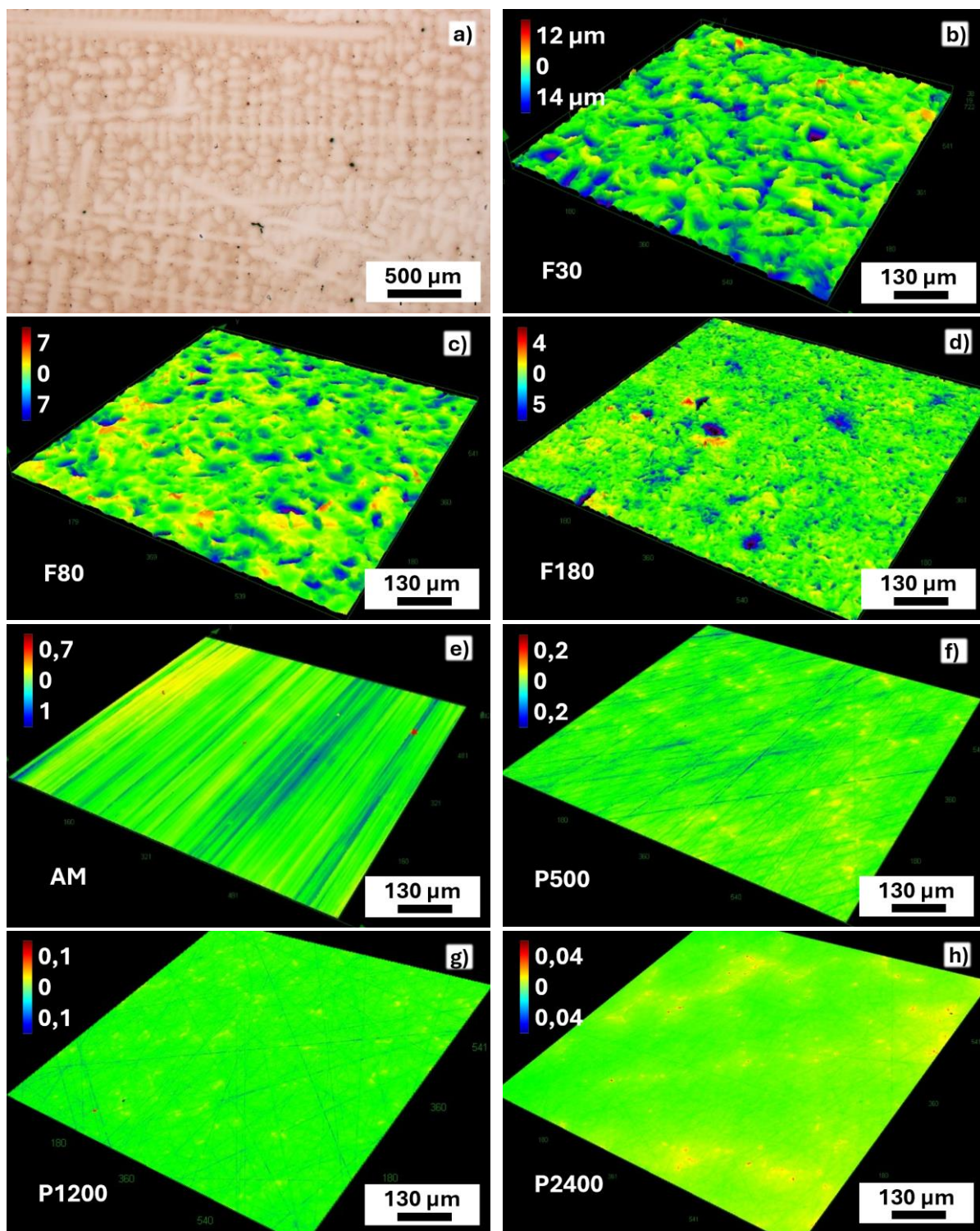
4.7 Zkoušky adhezní pevnosti

Stejně jako je adhezní pevnost rozhraní kriticky důležitou vlastností všech systémů substrát/nástřík a zaručuje tak jejich potenciální funkčnost [4, 5], bylo zkoušení adhezní pevnosti jedním ze stěžejních experimentů této práce. Adhezní a kohezní pevnosti byly mimo jiné testovány za účelem experimentálního ověření optimalizace, a to na nástřících deponovaných pomocí různých depozičních parametrů. Důkladně studovanou vlastností byla také morfologie povrchu substrátů a charakteristiky jejich drsnosti. Měření probíhala na laserovém konfokálním mikroskopu a na jejich základě byly vybrány reprezentativní povrchové úpravy od tryskání, přes broušení až k leštění. Tyto úpravy byly vždy aplikovány na substráty ve tvaru penízků (**obr. 24a**). Jak již bylo zmíněno, práce se zaměřuje na opravy opotřebených součástí z materiálu IN713LC a jeho depozici. V rámci tohoto experimentu bylo důležité tuto návaznost dodržet i v případě substrátů, což vedlo k nutnosti zkoušení adhezní pevnosti dle normy ČSN EN ISO 14916, konfigurace B (**obr. 24b**).

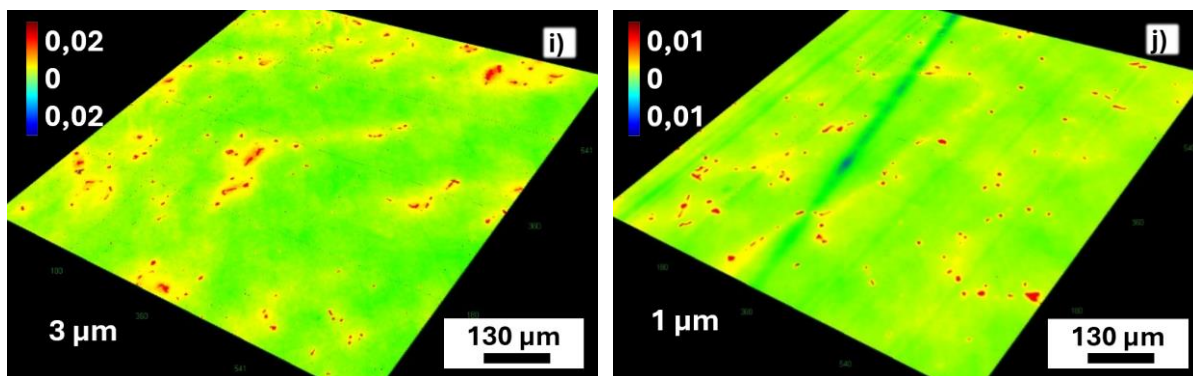
Během předchozích experimentů bylo zmiňováno, že minimálně vizuální kvalita rozhraní klesá, pokud se v jeho blízkosti vyskytují částice tryskacího média. Ty se z důvodu nedostatečné vazby jak se substrátem, tak nástříkem chovají jako koncentrátoři napětí. Zkoušení adhezní pevnosti je ideální metodou, jak jejich vliv ověřit. Další předpoklad k ověření se vztahuje na optimalizaci depozičních parametrů, kdy by s rostoucí teplotou pracovního plynu měla růst také adhezní i kohezní pevnost. Optimalizace parametrů a další změny, které při depozici probíhaly, znemožnily depozici konstantní tloušťky nástříku. Zkoušení adhezní pevnosti by tedy také mělo potvrdit negativní vliv nárůstu tloušťky nástříku na adhezní pevnost.

Substráty byly vyrobeny z odlitého polotovaru tvaru tyče dle požadavků normy (**obr. 24a**). Mikrostruktura vykazovala dendritický charakter a drobné množství staženin či chybějících karbidických částic (**obr. 48a**). Spolu s mikrostrukturou je na **obr. 48b-j** zobrazen povrch získaný všemi připravenými a testovanými povrchovými úpravami. Tvrdost substrátu v dodaném stavu byla 374 ± 11 HV1.

Výběr reprezentativních povrchových úprav byl proveden na základě vybraných charakteristik povrchu, které jsou určeny zejména pro hodnocení nerovností povrchu, respektive jejich výšky nebo hloubky od střední čáry (**tab. 9**). Všechny povrchové úpravy zvolené pro depozice a následné zkoušení adhezní pevnosti jsou označeny zeleně v **tab. 9**. Výběr respektoval všechny druhy příprav povrchu a pro svou jednoduchost se mezi reprezentativní způsoby přípravy kvalifikoval i AM („*as-manufactured*“).



Obr. 48: Penízky z IN713LC: a) mikrostruktúra v leptanom stave (SM), b) tryskaný korundom F30, c) F80, d) F180, e) broušený AM („as-manufactured“), f) broušený papírom P500, g) P1200, h) P2400.



Obr. 48 - pokračování: i) leštěný pastou 3 μm , j) 1 μm .

Dle vzhledu povrchů (**obr. 48**) a naměřených hodnot můžeme konstatovat (**tab. 9**), že distribuce výšky jednotlivých ploch má normální rozdělení. Na plochách se nevyskytují žádné výrazné vady nebo odchylky, což naznačuje vysokou opakovatelnost přípravy takových povrchů.

Tab. 9: Vybrané charakteristiky drsnosti jednotlivých povrchových úprav

Char.\Vz.	F30	F80	F180	AM	P500	P1200	P2400	3 μm	1 μm
Ra [μm]	3,11	1,78	1,08	0,20	0,05	0,03	0,011	0,006	0,003
Rq [μm]	3,98	2,30	1,42	0,26	0,06	0,04	0,014	0,008	0,004
Rp [μm]	12,19	6,57	3,92	0,67	0,17	0,14	0,042	0,024	0,010
Rv [μm]	13,80	6,82	5,20	1,06	0,17	0,11	0,036	0,015	0,008
Rz [μm]	25,99	13,39	9,12	1,73	0,34	0,25	0,078	0,039	0,018
Sa [μm]	3,22	1,90	1,06	0,21	0,05	0,03	0,011	0,005	0,005
Sq [μm]	4,08	2,43	1,43	0,26	0,07	0,04	0,016	0,011	0,009
Sp [μm]	18,24	8,90	8,15	3,93	0,42	0,44	0,419	0,497	0,222
Sv [μm]	19,42	11,26	12,64	1,25	0,41	0,21	0,162	0,054	0,065
Sz [μm]	37,66	20,16	20,79	5,18	0,83	0,65	0,581	0,551	0,287

Jednotlivé sady, které budou dále srovnávány na základě adhezní pevnosti rozhraní budou nejdříve popsány z hlediska kvality rozhraní a nástřiku podobně jako v předchozích experimentech. Parametry deposice pro jednotlivé sady jsou uvedeny v **tab. 10**.

Tab. 10: Parametry depozice jednotlivých sad pro zkoušení adhezní pevnosti

Sada	Teplota [°C]	Tlak [bar]	SD [mm]	SS [mm/s]	Ot. podav. [ot./min]	Nos. plyn [m³/h]	Tryska	Předehřev a počet vrstev
A0	1000	50	30	400	3	8	OUT 1	5 + 15
A1	1025	50	30	400	3	5	OUT 1	5 + 10
A2	1075	47,5	30	100	2	5	OUT 1	2 + 20
A3	1075	47,5	30	200	2	5	OUT 1	2 + 10
A4	1075	47,5	30	200	3	5	OUT 1	2 + 10

Sada A0, jak je patrné z nízkých depozičních parametrů (**tab. 10**), byla připravena v rámci jednoho z prvních experimentů, jehož úkolem bylo získat prvotní informace o deponovatelnosti IN713LC (prášek X) na IN713LC s různými povrchovými úpravami. V rámci tohoto experimentu vznikaly první návrhy na držáky substrátů (**obr. 24d**) pro depozice a prizmatický držák pro lepení vzorků pro adhezní zkoušky (**obr. 24c**).

Metodika pro výpočet depoziční efektivity ještě nebyla vyvinutá, tudíž bylo možné pro srovnání dopočítat pouze míru nárůstu nástřiku na jednu deponovanou vrstvu. V rámci sady A0 bylo deponováno 5 vzorků na broušené (P500, P1200, P2400) a leštěné (3 a 1 μm) penízky (**obr. 49**), kdy nárůst tloušťky vrstvy odpovídal průměrné hodnotě 13,6 μm /vrstvu (**tab. 11**).

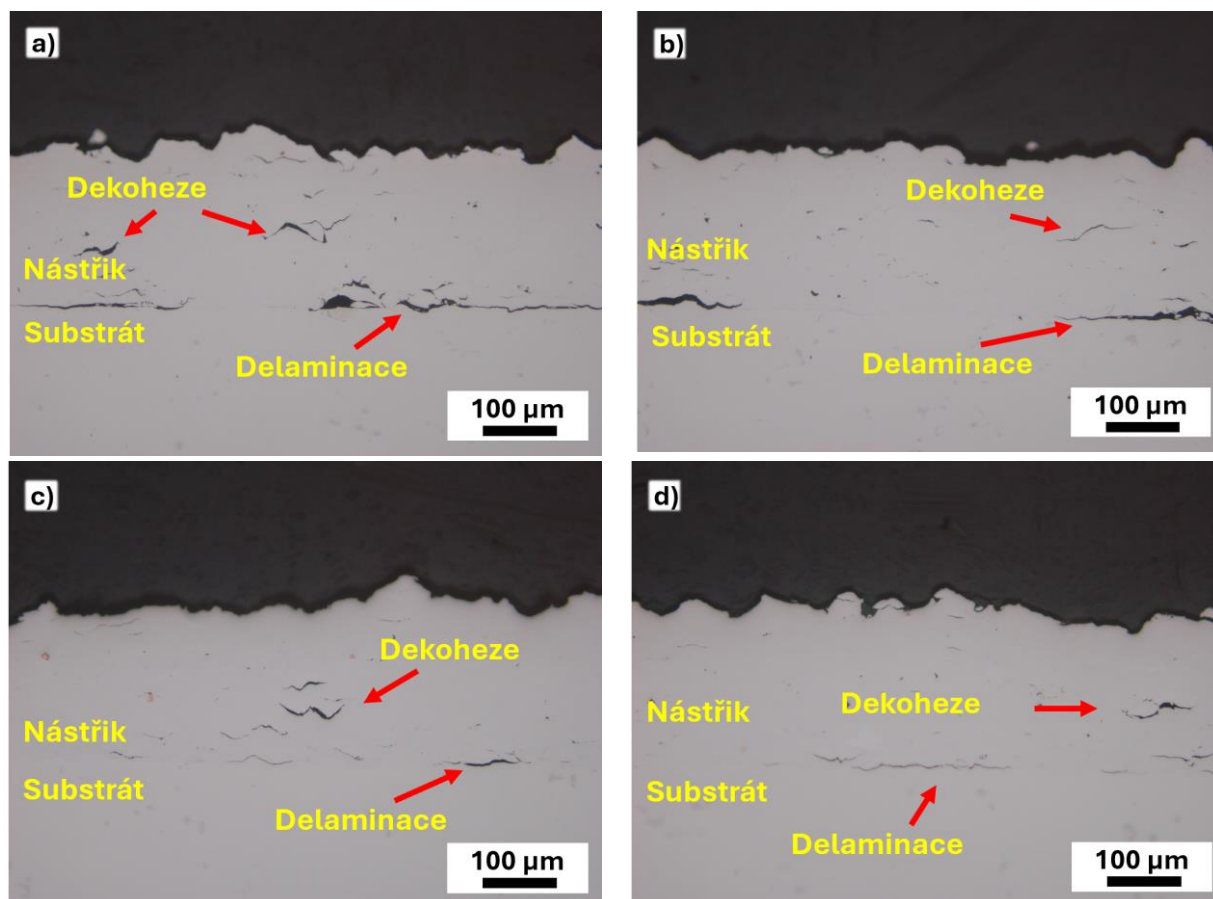
Tab. 11: Výsledky metalografické analýzy vzorků sady A0

Sada_Série	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [μm /vrstvu]	Tvrdost HV1
A0_P500	0,21 $\pm$ 0,02	196 $\pm$ 4	~13	631 $\pm$ 34
A0_P1200	0,18 $\pm$ 0,03	203 $\pm$ 8	~14	650 $\pm$ 25
A0_P2400	0,23 $\pm$ 0,03	204 $\pm$ 8	~14	632 $\pm$ 20
A0_3 μm	0,25 $\pm$ 0,05	225 $\pm$ 12	~15	646 $\pm$ 27
A0_1 μm	0,23 $\pm$ 0,08	200 $\pm$ 7	~13	646 $\pm$ 18

Za pomoci téměř totožných depozičních parametrů byla deponována sada S30, v jejím případě však vykazoval substrát 1.7225 tvrdost nižší (279 $\pm$ 19 HV1). Při depozici sady S30 nebyl odhalen výrazný vliv povrchové úpravy na kvalitu nebo efektivitu depozice, což potvrzuje i sada A0. Výrazný vliv však měl nárůst tvrdosti substrátu, což vedlo k poklesu nárůstu tloušťky na vrstvu, a to korelovalo s nižší DE. Tím se zvýšila míra vlivu hammering efektu, který zapříčinil opět nízkou porozitu a mírně vyšší tvrdost nástřiků než v případě sady S30.

Jak vyplývá z metalografické analýzy (**obr. 49**), porozita se skládala zejména z dekoheze splatek mezi jednotlivými vrstvami nástřiku. Takové chování se zdálo nezvyklé a nelogické. Naznačovalo, že nástřik vykazuje relativně nízkou úroveň kohezní pevnosti,

což bylo i při měření tvrdosti prokázáno, a to nejen během tohoto experimentu. Neobvyklost v tomto chování spočívala zejména v tom, že se dekoheze začala objevovat ve fázi jemného broušení, či leštění metalografických výbrusů. Na základě těchto poznatků byla vyvinuta metodika pro přípravu metalografických výbrusů CS nástřiků, která byla dále úspěšně implementována a toto chování bylo eliminováno (**viz příloha 2**). I přes nestandardní chování dosahovala porozita hodnot nižších než ve většině publikovaných prací zabývajících se nástřiky slitin typu Inconel. Dále metalografická analýza odhalila zvyšování kvality rozhraní s klesající drsností povrchu, což bylo indikováno sníženým výskytem necelistvostí na rozhraní substrát/nástřik.



Obr. 49: Metalografická analýza nástřiků sady A0 na substrátech s odlišnou drsností povrchu (SM):
a) broušený P500, b) broušený P1200, c) broušený P2400, d) leštěný 3 µm.

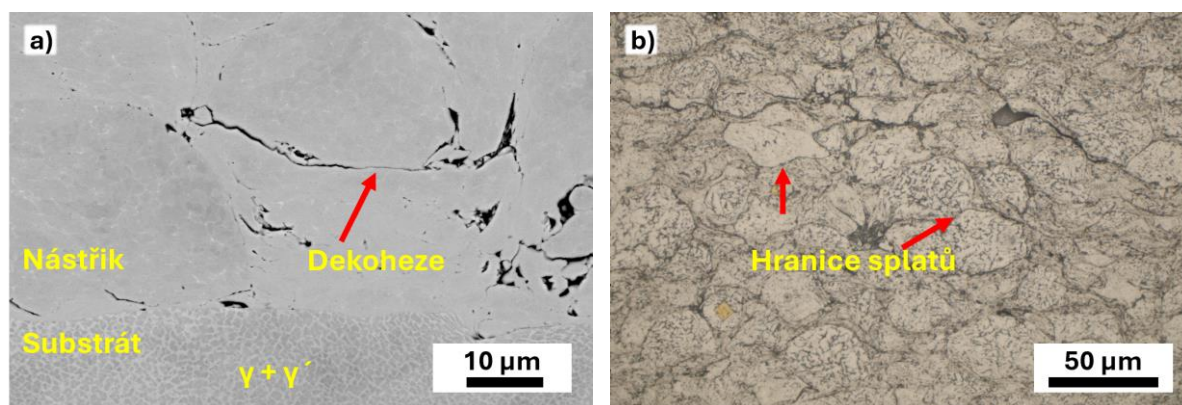
Na základě poznatků získaných pomocí metalografické analýzy vzorků sady A0 byly pro depozici sady A1 zvoleny substráty leštěné diamantovou pastou s velikostí částic 1 µm, a také vyšší teplota pracovního plynu (**tab. 10**) a prášek s označením X. V době této depozice nebylo technologicky možné vyvinout vyšší teplotu než 1025 °C. Tato relativně malá změna však přinesla dramatický vývoj adhezni pevnosti rozhraní. Z hlediska metalografické analýzy a kvality nástřiku k pozitivním změnám nedošlo, spíše naopak (**tab. 12**). Dle normy ČSN EN ISO 14916 je doporučená minimální tloušťka nástřiku pro testování 300 µm, čehož bylo v této sadě dosaženo. Hlavním důvodem, i navzdory depozici pouze deseti vrstev, bylo právě zvýšení teploty pracovního plynu. To mělo za následek dramatický nárůst DE ve srovnání se sadami A0 nebo S30, což logicky rezultovalo ve snížení vlivu hammering efektu. V návaznosti na pokles množství částic, které bombardují povrch, došlo k poklesu tvrdosti na hodnoty

~530 HV1, což je ve srovnání se sadou A0 pokles o 17 %. Došlo také ke zvýšení porozity a dramatickému nárůstu jejího rozptylu mezi jednotlivými vzorky.

Tab. 12: Výsledky metalografické analýzy vzorků sady A1

Sada_Série	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [μm/vrstvu]	Tvrdost HV1
A1_1 μm	0,34 ± 0,24	300 ± 7	~30	531 ± 38

Leptání metalografického výbrusu pro vyvolání mikrostruktury v jednotlivých splatech je náročné. Pro vyvolání mikrostruktury IN713LC jsou vhodná leptadla jako Marble nebo Kallings, která jsou spolehlivá a rychlá při leptání konvenčně vyrobených součástí. Leptání nástřiků často vyžaduje delší časy, ohřev leptadla nebo kombinaci obojího. Vzhledem k tomu, že splaty tvořící nástřík jsou původní částice atomizovaného prášku, ani po depozici nevykazují mikrostrukturu, která je pro IN713LC charakteristická. Tu můžeme pozorovat na **obr. 50a**, kde vidíme ve spodní části substrát obsahující precipitáty fáze γ' ($\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$) v matici γ . Dále můžeme pozorovat dekohezi mezi jednotlivými splaty, která byla částečně způsobena leptáním. V případě nástřiků jsou hranice splatů, jako nejslabší článek mikrostruktury leptány primárně. Až poté je odhalena mikrostruktura splatů, které stejně jako původní prášek disponují dendritickou mikrostrukturou a leptány jsou primárně právě mezidendritické prostory, což můžeme pozorovat na **obr. 50b**.



Obr. 50: Snímky mikrostruktury vzorku A1_1 μm: a) substrátu a nástřiku (SEM, BSE), b) nástřiku (SM).

Tato sada vzorků měla sloužit k ověření optimalizace depozičních parametrů sady SS1. Tryska OUT 4 nepřinesla prokazatelné benefity, a tak byla do experimentů zařazena opět kratší OUT 1. Vzhledem k tomu, že během depozice sady SS1 nedocházelo k poklesům ani fluktuaci průtoku pracovního plynu, byla zvýšena rychlost podávání prášku (**tab. 10**). Tím mělo být, ve srovnání se sadou SS2, dosaženo zaručeně vyšší tloušťky nástřiku a možnosti studia jejího vlivu na adhezní pevnost.

Sada A2 se skládala z depozice nástřiků na vzorky s povrchovými úpravami F30 a F180. Teplota povrchu substrátů z IN713LC byla vždy měřena bezkontaktním infračerveným teploměrem a emisivitou nastavenou na hodnotu 0,7. Povrchová teplota v případě penízků s povrchovou úpravou F30 byla ~390 °C a v případě F180 ~415 °C. Důvodem rozdílu v teplotě je opět fakt, že nebylo možné obě série deponovat najednou. Při depozici série F180 bylo v CS

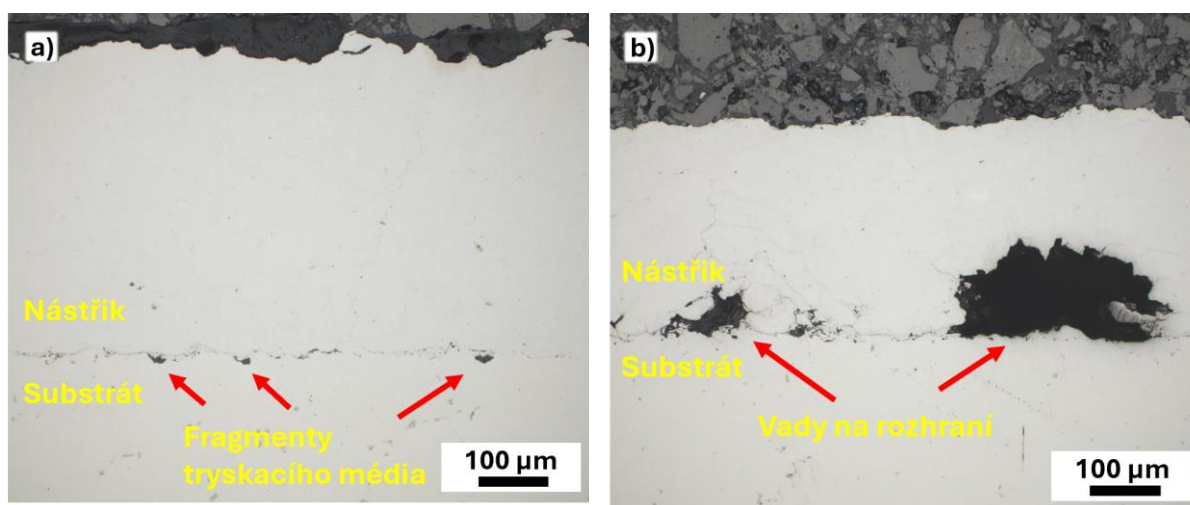
kabině ~55 °C a svěrák, ve kterém byl držák se vzorky uchycen, byl ohřátý z depozice série F30. Drobný rozdíl při měření teploty také hrála mírně odlišná morfologie povrchu, při měření pomocí stejné emisivity nastavené na infračerveném bezkontaktním teploměru.

Ačkoliv byly použity pokročilé depoziční parametry, shodné metody přípravy a čištění vzorků před depozicí, došlo v případě série F180 k delaminaci nástřiku již během depozice. Během metalografické přípravy a měření tvrdosti se nástřik choval netradičně křehce a vykazoval relativně vysoké hodnoty porozity. DE série F180 dosáhla hodnoty pouhých 3,5 %, zatímco série F30 hodnoty 6,3 %, což u série F30 odpovídá očekávání. Ve srovnání se sérií SS1 se totiž jedná o depozici na tvrdší substrát. Výsledky však naznačují, že úspěšná depozice na takto upravený povrch nemusí být v případě tak tvrdého substrátu proveditelná. Při nízké DE se opět prokázal pozitivní vliv hammering efektu na eliminaci porozity a nárůst tvrdosti, která dosáhla nových maxim, když série F30 dosáhla hodnoty 786 ± 24 HV1 (**tab. 13**).

Tab. 13: Výsledky metalografické analýzy vzorků sady A2

Sada_Série	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [$\mu\text{m}/\text{vrstvu}$]	Tvrdost HV1
A2_F30	$0,10 \pm 0,05$	416 ± 13	~21	786 ± 24
A2_F180	$0,41 \pm 0,11$	300 ± 3	~15	765 ± 18

Metalografická analýza vybraných vzorků dále odhalila vady na rozhraní, a to zejména u série F180. Nižší kvalita rozhraní substrát/nástřik na tryskaném substrátu byla očekávaná a jak je pozorovatelné na **obr. 51a**, v blízkosti rozhraní se fragmenty tryskacího média nacházejí. V případě série F180 však tryskání a mnohem menší částice tryskacího média měly dramatický negativní dopad na kvalitu rozhraní substrát/nástřik. Na **obr. 51b** je možné pozorovat vady o velikosti desítek až nižších stovek μm , které způsobují snížení kohezní pevnosti nástřiku a vedou až k jeho úplné delaminaci buď během depozice, nebo při přípravě metalografických vzorků. Velké vady na rozhraní ($>100 \mu\text{m}$) byly z měření porozity vyčleněny. Na základě výsledků z metalografické analýzy bylo rozhodnuto, že série F180 nebude dále podrobena zkouškám adhezní pevnosti.



Obr. 51: Snímky rozhraní a nástřiků ze sady A2 (SM): a) F30, b) F180.

Z důvodů nízké depoziční efektivity všech předchozích experimentů nastala situace, kdy ze zbylého množství prášku X nebylo možné dokončit všechny plánované experimenty. V rámci tohoto a následujících experimentů byl použit prášek Y (**tab. 1**), který je charakteristický menší velikostí částic, nižší tvrdostí a také vyšší kvalitou z hlediska morfologie.

Sada A3 sestávala opět ze dvou sérií, a to P500 a P2400. Povrchová teplota substrátů v jednotlivých sadách byla 200 a 220 °C. Pokles teploty ve srovnání se sadou A2 byl zapříčiněn použitím vyšší SS (200 mm/s), tudíž byly substráty vystaveny proudu horkého plynu pouze poloviční dobu (**tab. 10**). I přes tuto změnu parametrů došlo k radikálnímu nárůstu DE, a to na 22,0 a 21,4 %.

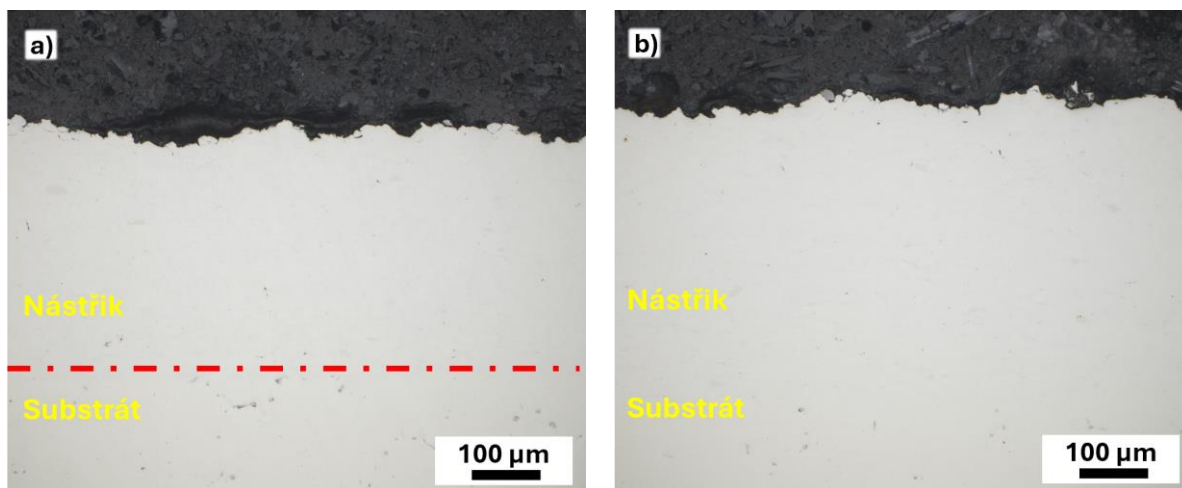
Jak bylo možné pozorovat již v předchozích sadách, s rostoucí DE klesá vliv hammering efektu. Stejně jako v případě sady A1 nedošlo však k dramatickému nárůstu porozity, pouze k poklesu tvrdosti, a to na hodnotu ~647 HV1 (**tab. 14**). Ve srovnání se sadou SS2, která je z hlediska depozičních parametrů nejpodobnější, došlo nejen k nepatrnému snížení porozity, ale i tvrdosti. Depoziční efektivita vzrostla téměř pětinašobně a můžeme tak s jistotou tvrdit, že prášek Y má mnohem lepší depoziční vlastnosti než prášek X.

Tab. 14: Výsledky metalografické analýzy vzorků sady A3

Sada_Série	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [μm/vrstvu]	Tvrdost HV1
A3_P500	0,07 ± 0,01	383 ± 3	~38	646 ± 6
A3_P2400	0,10 ± 0,02	431 ± 7	~43	648 ± 11

Pro porovnání se vzorkem SS1_P500 byla porozita v sérii A3_P500 vyhodnocována i z povrchu (směru depozice, podélný řez), a to na ploše 35,4 mm². Výsledná hodnota byla 0,08 % a největší pór měl velikost ~95 μm. Ve srovnání s hodnotou porozity 0,24 % a největším pórem o velikosti 253 μm na vzorku SS1_P500 můžeme hovořit o dramatickém zvýšení jak kohezni pevnosti, tak celkové kvality nástřiku.

Díky nepřítomnosti částic tryskacího média v blízkosti rozhraní a relativně nízké drsnosti povrchu v případě obou sérií není možné na snímcích pořízených pomocí světelného mikroskopu na první pohled najít rozhraní. V neleptaném stavu je možné rozeznat nástřik od substrátu díky tomu, že substrát je charakteristický karbidy po hranicích zrn (**obr. 52**).



Obr. 52: Snímky rozhraní a nástrůků ze sady A3 (SM): a) A3_P500, b) A3_P2400.

S cílem ověřit vliv tloušťky vrstvy na adhezní pevnost bylo pro depozici sady A4 zvýšeno množství podávaného prášku (**tab. 10**). Sada sestávala ze čtyř sérií zbývajících povrchových úprav, jmenovitě se jednalo o F30, F180, AM a 1 μm . Povrchové teploty jednotlivých sérií před depozicí byly 210; 210; 130 a 150 $^{\circ}\text{C}$. Rozdíly teplot opět spočívají v návaznosti jednotlivých depozic. Důležité je také ale zmínit, že samotné měření disponuje určitou odchylkou a ta je umocněna mimo jiné měřením povrchů s odlišnými povrchovými úpravami pomocí stejné nastavené hodnoty emisivity. Uváděná povrchová teplota je ve všech případech orientační a doplňková. Depoziční efektivita byly opět vysoké, jmenovitě dosahovaly hodnot 17,3; 13,2; 15,3 a 18,4 %.

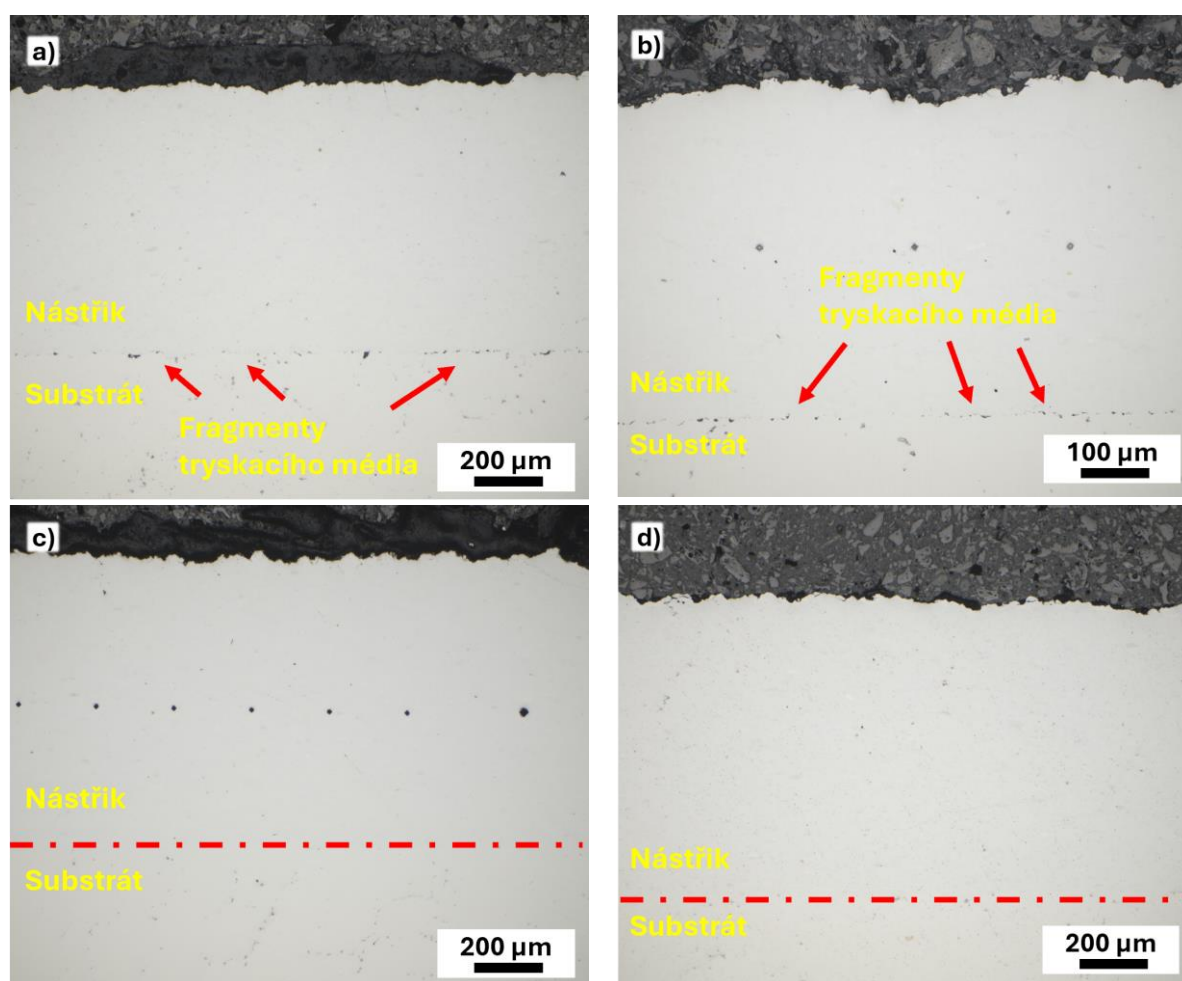
Z **tab. 15** je možné odvodit, že depozice série F180 opět vykazovala nestandardní chování. Během depozice docházelo na několika vzorcích k delaminaci nástrůku, což mělo ve srovnání s ostatními nástrůky za následek nízkou tloušťku vrstvy a vysokou směrodatnou odchylku. Vzhledem k delaminaci nemohlo dojít ke stejné významnému vlivu hammering efektu, a tak můžeme pozorovat nárůst porozity. Ta je ve srovnání s předešlými experimenty ale pořád velice nízká. Po tomto experimentu můžeme konstatovat, že tryskání substrátů korundem s velikostí částic odpovídající FEPA F180 není vhodnou povrchovou úpravou.

Nižší DE a také nárůst tloušťky vrstvy u série F30 způsobil mírně vyšší tvrdost ve srovnání se sériemi AM a 1 μm , které vykazovaly nejvyšších tloušťek ze všech doposud deponovaných nástrůků (**tab. 15**). Jak bylo již předchozími experimenty ověřeno, s rostoucí DE klesá vliv hammering efektu na tvrdost, zatímco porozita je stále na velice nízké úrovni. V případě sérií F30, AM a 1 μm bylo dosaženo prozatím nejnižších hodnot porozity a nejvyšších tloušťek nástrůků, přičemž porozita vzorků ze série AM a 1 μm po TZ klesla na hodnotu 0,01 %.

Tab. 15: Výsledky metalografické analýzy vzorků sady A3

Sada_Série	Porozita [%]	Tloušťka [μm]	Tloušťka/vrstva [μm/vrstvu]	Tvrdost HV1
A4_F30	0,04 ± 0,01	817 ± 23	~82	680 ± 24
A4_F180	0,08 ± 0,05	614 ± 122	~61	672 ± 15
A4_AM	0,05 ± 0,01	876 ± 17	~88	660 ± 14
A4_1 μm	0,05 ± 0,01	865 ± 20	~87	674 ± 15

Na **obr. 53a-d** můžeme pozorovat jednotlivé nástřiky a rozhraní. V případě sérií F30 a F180 je rozhraní díky přítomnosti částic tryskacího média snadno rozeznatelné, v případě sérií AM a 1 μm je téměř nerozpoznatelné od nástřiku.

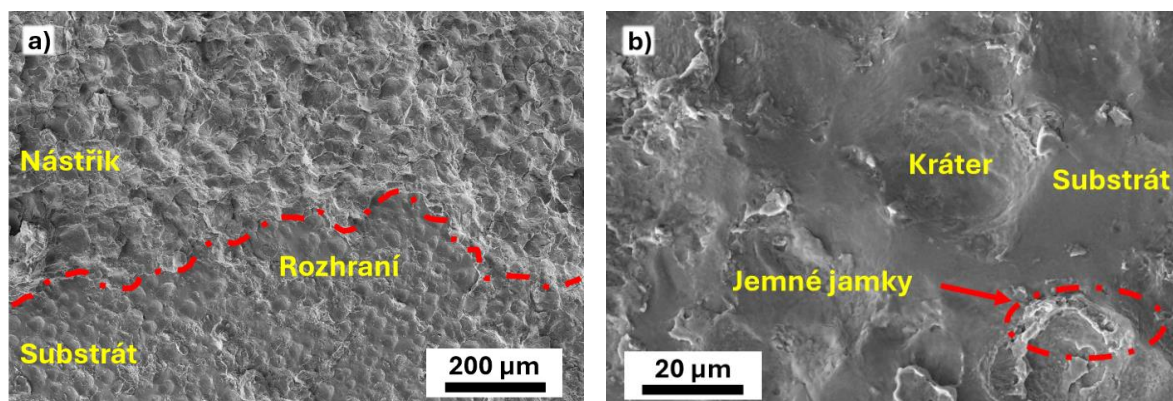


Obr. 53: Snímky nástřiků a rozhraní ze sady A4 (SM): a) A4_F30, b) A4_F180, c) A4_AM, d) A4_1 μm.

XRD fázová analýza potvrdila, že v případě žádného nástřiku ze sad A0 až A4 nedošlo ke změně fázového složení. Jedinými dvěma charakteristikami, které se měnily, byly mřížkový parametr fáze γ v rozmezí 3,588 a 3,606 Å a velikost krystalitů, která dosahovala hodnot mezi 146 a 203 Å.

ZKOUŠKY ADHEZNÍ PEVNOSTI A FRAKTOGRAFIE

Jak odhalila metalografická analýza nástrůků sady A0 (**obr. 49**), kvalita rozhraní se zvyšuje s klesající drsností povrchu substrátu. Z toho důvodu byl zkoušce adhezní pevnosti podroben ze sady A0 pouze nástrůk deponovaný na substrát leštěný diamantovou pastou s velikostí částic 1 μm , který vykazoval adhezní pevnost o hodnotě 39,3 MPa (**tab. 16**). Nástrůk byl testován, stejně jako všechny ostatní, v as-sprayed stavu a při zkoušce došlo k adhezně/koheznímu poškození nástrůku. Fraktografická analýza (**obr. 54a**) odhalila na substrátu velké množství kráterů po částicích IN713LC, které byly během adhezní zkoušky odděleny (delaminovány). Pouze v ojedinělých případech bylo možné najít drobnou jamkovou morfologii na okraji kráteru (**obr. 54b**), zatímco náznak tvorby výronu jako známky kvalitního spojení nalezen nebyl. To svědčí o slabém metalurgickém spojení jak mezi substrátem a nástrůkem, tak mezi sploty samotnými, kde docházelo k dekohezi po jejich hranicích, což rezultovalo v relativně nízkou hodnotu kohezní pevnosti, která v případě tohoto typu porušení odpovídá pevnosti adhezní.



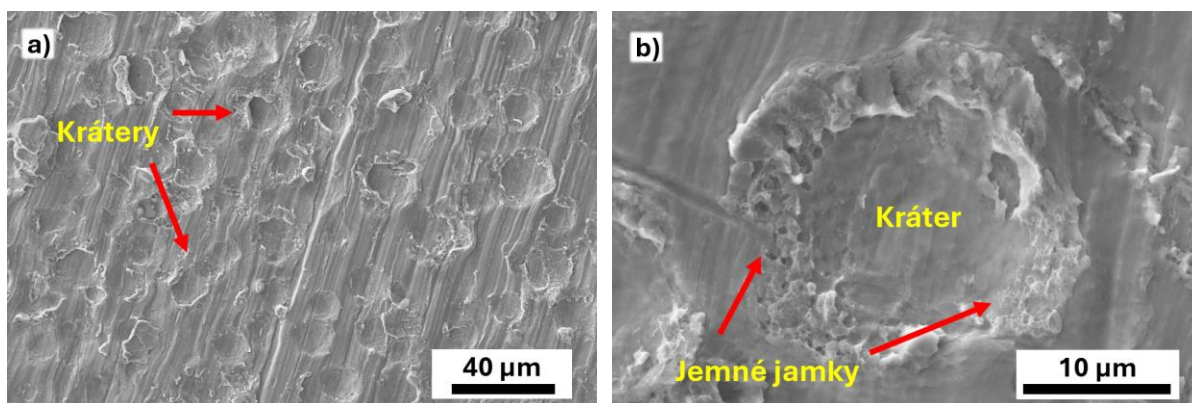
Obr. 54: Fraktografická analýza vzorku A0_1 μm (SEM, SE): a) rozhraní substrát/nástrůk, b) detail povrchu.

Zkoušce adhezní pevnosti byly podrobeny čtyři vzorky sady A1, přičemž tloušťka jejich nástrůků dosahovala $\sim 300 \mu\text{m}$ (**tab. 12**). Fraktografická analýza těchto vzorků nebyla provedena, protože k jejich porušení došlo v lepidle, a to při průměrné hodnotě napětí $60,4 \pm 5,5 \text{ MPa}$. Nejnížší hodnotou bylo 51,4 a nejvyšší 65,5 MPa (**tab. 16**). Je tedy možné konstatovat, že adhezní i kohezní pevnost jsou v tomto případě vyšší než minimální naměřená hodnota, přičemž je důležité mít na paměti zmíněnou relativně nízkou tloušťku nástrůků. Sada A1 byla ve srovnání se sadou A0 deponována pomocí vyšší teploty dusíku o pouhých 25 $^{\circ}\text{C}$, nárůst adhezní pevnosti i přes nárůst tloušťky vrstvy byl ale markantní.

V sadě A2 byly testovány pouze vzorky ze série F30 a stejně jako v sadě A1, došlo na všech čtyřech vzorcích k porušení v lepidle. Nejnížší a nejvyšší naměřenou hodnotou bylo 49,6 a 51,9 MPa. Průměrná hodnota tedy ve srovnání se sadou A1 klesla, hovoří však spíše o pevnosti lepidla než o pevnosti rozhraní, jelikož nedošlo k jeho porušení.

V sérii P500 sady A3 došlo při zkoušení adhezní pevnosti pěti vzorků k jednomu porušení v lepidle (40,2 MPa), dvěma adhezně/kohezním poškození v nástrůku (27,3 a 31,2 MPa) a dvěma adhezním porušením při 22,2 a 25,8 MPa. Adhezní pevnost série P500 tedy dosahovala pouhých 22,2 MPa. Průměrná hodnota měření, kde se vyskytovalo adhezní poškození, činila $26,6 \pm 3,2 \text{ MPa}$ (**tab. 16**).

Na základě fraktografické analýzy můžeme pozorovat, že se ve srovnání se sadou A0 na povrchu substrátu nachází mnohem méně kráterů, které jsou menší a nepokrývají tak velkou plochu substrátu (**obr. 54a, 55a**). Během depozice sady A0 byla DE mnohem nižší, tudíž byl substrát vystaven dopadu částic delší dobu před tím, než částice ulpěly. V případě sady A3 je patrné, že na povrchu substrátu ulpěly hned první částice, které dopadly. Téměř každý kráter vykazuje jemnou jamkovou morfolologii po svém obvodu, což dokazuje relativně kvalitní metalurgické spojení (**obr. 55b**). Z hlediska adhezní pevnosti však pravděpodobně došlo k tomu, že vysoká kvantita méně kvalitních vazeb předčila nízkou kvantitu vazeb kvalitnějších. V rámci analýzy nástřiku byla objevena jemná jamková morfologie i mezi jednotlivými splaty, což ve srovnání se sadou A0 hovoří o nárůstu kvality nástřiku, ačkoliv tomu hodnoty adhezní a kohezní pevnosti nenasvědčují.

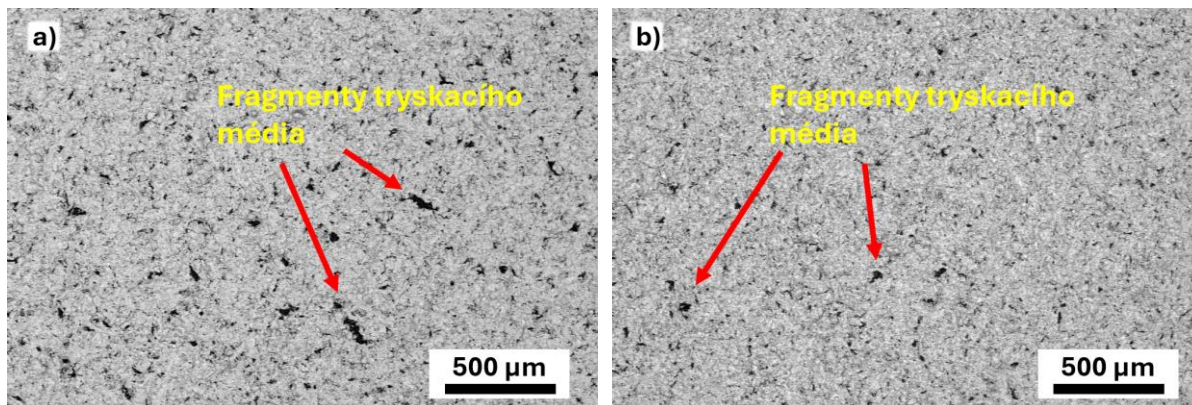


Obr. 55: Fraktografická analýza vzorku ze série A3_P500 (SEM, SE): a) povrch substrátu, b) detail kráteru.

Série P2400 vykazovala vyšších hodnot, přičemž na žádném z pěti vzorků nedošlo k poškození nástřiku ani rozhraní. Hodnota adhezní pevnosti tedy může být opět stanovena jako minimální naměřená hodnota, tedy 31,2 MPa, zatímco nejvyšší naměřená hodnota dosahovala 50,9 MPa. Rozdíl mezi drsnostmi série P500 a P2400 není ve srovnání s velikostí dopadajících částic významný. Vzdálenost nejhlubšího údolí a nejvyššího peaku nepřesahují ani v jednom případě velikost 1 µm, zatímco částice prášku Y mají průměr 10 až 32 µm. Na **obr. 55b** můžeme pozorovat kráter, který je protnut jednou z rýh, přičemž i v rýze se nachází jemné jamky. Z toho můžeme usoudit, že takto připravených povrch by měl být dostatečně kvalitní pro to, aby na něm mohlo z hlediska jeho drsnosti vznikat rozhraní bez vad jako například dutiny, které mohou vznikat na rozhraní hrubě tryskaného substrátu, jelikož dopadající částice a ani substrát nejsou schopny dostatečné plastické deformace.

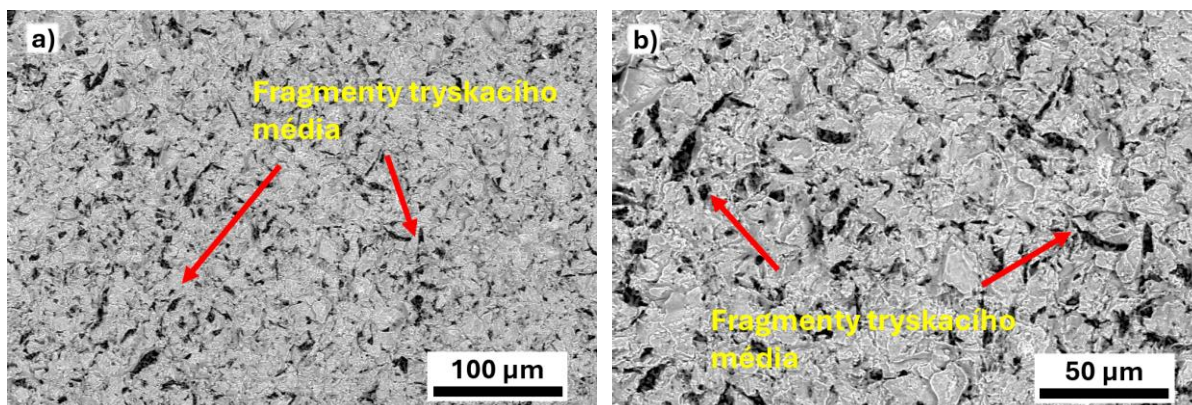
V rámci sady A4 byly připraveny vzorky, které i navzdory relativně vysoké tloušťce nástřiků dosahovaly vysokých hodnot adhezní pevností. Nebylo tomu tak ale ve všech případech. V sérii F30 bylo pozorováno defektní chování, kdy nejnižší hodnota adhezní pevnosti byla pouhých 4,6 MPa (A4_F35). Další tři vzorky také vykazovaly čistě adhezní poškození, a to na hodnotách 12,6; 37,1 a 38,3 MPa. Při testování jednoho vzorku došlo k porušení v lepidle při 48,6 MPa (A4_F32). Na základě depoziční efektivity je možné odvodit, že díky téměř totožnému nárůstu hmotnosti během depozice je tloušťka všech nástřiků také téměř totožná, což bylo metalografickou analýzou potvrzeno. Dramaticky odlišná tloušťka nástřiků tedy nemohla být důvodem tohoto rozptylu hodnot. Ten byl způsoben přítomností

tryskacího média v blízkosti rozhraní, zejména tedy jeho velkých fragmentů. Původní velikost částic tryskacího média odpovídá dle FEPA F30 přibližně 650 μm . Během tryskání dochází k jejich fragmentaci a ulpívání v povrchu, což nenávratně vede ke snížení adhezní pevnosti rozhraní substrát/nástřík. Podobně velké částice na povrchu substrátu nalezeny nebyly, dle **obr. 56** je však možné odvodit, že důvodem velice nízké adhezní pevnosti vzorku A4_F35 (4,6 MPa) ve srovnání s A4_F32 (38,3 MPa) je právě velikost tryskacího média chovajícího se jako koncentrátor napětí (černé částice).



Obr. 56: Fraktografická analýza vzorků ze série A4_F30 (SEM, BSE): a) fragmenty tryskacího média v povrchu substrátu vzorku A4_F35, b) fragmenty menších rozměrů na povrchu vzorku A4_F32.

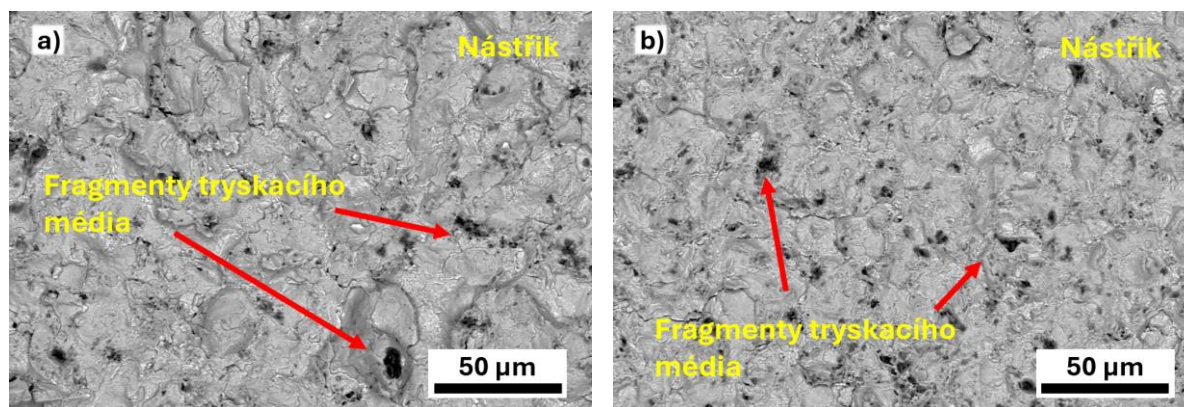
Série F180 a s ní spojená povrchová úprava, tryskáním médiem o velikosti částic odpovídající FEPA F180 ($\sim 80 \mu\text{m}$), se již v předchozí sadě prokázala jako problematická. Depozice nástříků byla v případě všech pěti vzorků spojena s delaminací, tudíž tloušťky nástříků byly nižší a nekonzistentní. Pro komplexnost experimentu byly však všechny vzorky podrobeny zkouškám adhezní pevnosti s očekávaným výsledkem. Vzorek A4_F181 s nejvyšší tloušťkou ($\sim 750 \mu\text{m}$) byl poškozen adhezně již při napětí 3,5 MPa. Takové defektní chování bylo způsobeno opět přípravou povrchu. V tomto případě můžeme na **obr. 57** pozorovat velké množství malých fragmentů tryskacího média (černé částice o velikosti jednotek až desítek μm) v povrchu substrátu.



Obr. 57: Fraktografická analýza vzorku A4_F181 (SEM, BSE): a) velké množství fragmentů tryskacího média na povrchu substrátu, b) detail povrchu substrátu.

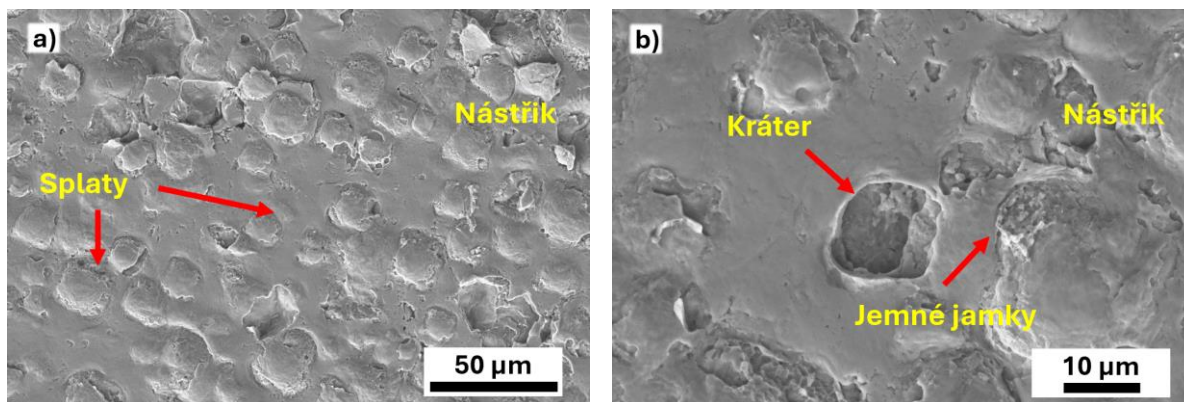
Ostatní vzorky defektní chování nevykazovaly a během jejich zkoušení došlo k poškození v lepidle při průměrné hodnotě $32,5 \pm 9,7$ MPa. Hlavním důvodem, proč nedošlo k adheznímu poškození dalších vzorků, které bylo na základě stavu povrchu substrátu možné očekávat, byla o 20 až 40 % nižší tloušťka nástříků.

Na **obr. 58** můžeme pozorovat nástříky A4_F33 a A4_F181 z jejich spodní strany, která před zkouškou adhezní pevnosti tvořila rozhraní se substrátem. Stejně jako na povrchu substrátu, i zde můžeme sledovat fragmenty tryskacího média. Morfologie nástříku je velice členitá a kopíruje povrch substrátu. I v případě tryskaných substrátů bylo možné najít jemnou jamkovou morfologii na splatech, které byly v přímém kontaktu se substrátem. Použité depoziční parametry opět umožnily při bližším zkoumání sledování jamkové morfologie i mezi jednotlivými splaty.



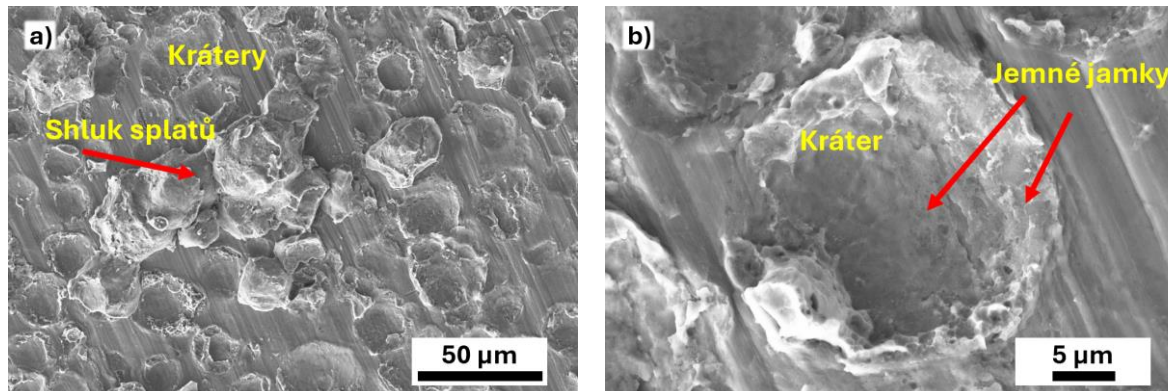
Obr. 58: Fraktografická analýza nástříků (SEM, BSE): a) vzorek A4_F33, b) vzorek A4_F181.

V případě fraktografické analýzy nástříku na substrátu leštěném diamantovou pastou o velikosti částic $1\text{ }\mu\text{m}$ (A4_13) bylo hledání jemné jamkové morfologie snadné. Nástriek byl opět pozorován ze strany od rozhraní a kopíroval povrch substrátu, který byl ale téměř bez vad. Bylo tak snadné pozorovat jednotlivé splaty, které byly před zkouškou adhezní pevnosti pevně spojeny se substrátem (**obr. 59a**). Pevnost těchto spojení udávala celkovou adhezní pevnost rozhraní, protože jak je pozorovatelné na **obr. 59b**, oblast nástříku mezi vystouplými splaty nevykazuje téměř žádné známky poškození po oddělení od substrátu. Pouze na okrajích splatů se nachází jemná jamková morfologie, která je negativem jamek na okrajích kráterů nacházejících se v substrátu.



Obr. 59: Fraktografická analýza nástříku A4_13 (SEM, SE): a) povrch nástříku odděleného od substrátu, b) detail povrchu nástříku.

Nejvyšších hodnot adhezní pevnosti v sadě A4 dosáhly dle očekávání série AM a 1 µm. Na základě zkoušek adhezní pevnosti nelze tvrdit, že by tyto série vykazovaly defektní chování tak jako série F30 a F180. Obě série ale obsahovaly vzorky, které nedosahovaly vysokých úrovní adhezní pevnosti. Minimální hodnotou adhezní pevnosti v sérii AM je 18,8 MPa a v sérii 1 µm 15,8 MPa, přičemž průměrné hodnoty všech vzorků, které byly v obou sériích adhezně poškozeny jsou $26,2 \pm 10,0$ MPa (série AM) a $17,5 \pm 1,7$ MPa (série 1 µm). Fraktografická analýza podobně jako u ostatních sad a sérií odhalila shluky splatů (**obr. 60a**), které vykazovaly vyšší adhezní než kohezní pevnost a zůstaly tak spojeny s povrchem substrátu i po zkouškách adhezní pevnosti. Výsadou série AM byla možnost pozorovat jemnou jamkovou morfologii i uvnitř kráterů, a ne pouze po jeho okraji (**obr. 60b**).



Obr. 60: Fraktografická analýza povrchu substrátu A4_AM2 (SEM, SE): a) krátory a shluk splatů na povrchu, b) detail kráteru.

Diskuse ke zkouškám adhezní pevnosti

Singh et. al [19] deponovali IN718 na tryskaný IN718 (FEPA F36) s výslednou drsností povrchu odpovídající Ra 3,1 µm. Depozice sestávala z 2 až 13 přejezdů, při kterých se míra nárůstu nástříku na vrstvu pohybovala od 70 do 90 µm/vrstvu. V tomto rozmezí se pohybovala i série F30, AM a 1 µm ze sady A4. Cílem jejich práce bylo studovat synergický vliv zbytkových napětí a rostoucí tloušťky vrstvy na adhezní pevnost. Měření zbytkových napětí bylo prováděno jak metodou postupného odvrtávání, tak metodou měření průhybu substrátu. Ve všech případech bylo zbytkové napětí tlakové a způsobené zejména hammering/peening efektem (DS) při samotné depozici, jejíž DE podobně jako v rámci našich experimentů

nedosahovala vysokých hodnot.

Z měření provedených v práci [19] vyplývá, že absolutní hodnota tlakového zbytkového napětí klesá s rostoucí tloušťkou vrstvy. K tomu může docházet zejména působením dynamické rekrytalizace, relaxace napětí a anihilace dislokací během depozice. Nejvyšší adhezní pevnosti dosahují nástriky s tloušťkou do $\sim 300 \mu\text{m}$ ($77 \pm 1,4 \text{ MPa}$), přičemž právě v těchto případech docházelo k adhezně/koheznímu poškození. S dále rostoucí tloušťkou nástriku dochází k pozvolnému poklesu adhezní pevnosti. Nástriky o tloušťce $\sim 850 \mu\text{m}$ vykazovaly adhezní pevnost $\sim 25 \text{ MPa}$ a s dalším nárůstem k $\sim 1100 \mu\text{m}$ došlo k poklesu až na $17,7 \pm 2,8 \text{ MPa}$. V případě vyšších tloušťek však docházelo k čistě adheznímu poškození [19, 155].

V rámci našeho experimentu jsme narazili na stejné potíže a podobné závěry. Depozice IN713LC na IN713LC je z hlediska tvrdosti materiálu znatelně náročnější než depozice IN718. Je potřeba vyšších depozičních parametrů na získání pouze obdobných výsledků. Mimo ověření skutečnosti, že s rostoucí tloušťkou nástriku klesá adhezní pevnost rozhraní substrát/nástrik bylo možné také zdokumentovat a potvrdit příčiny defektního chování nástriků deponovaných na tryskané substráty. Fragmentace a ulpívání částic média v povrchu substrátu negativně ovlivňuje pevnost rozhraní a eliminuje tak možnost použití takového systému v praxi (obr. 56, 57).

Zkoušení adhezní pevnosti nástriků je také vhodnou metodou pro ověření optimalizace depozičních parametrů, a to v kombinaci s metalografickou a fraktografickou analýzou. Na základě výsledků můžeme konstatovat, že s rostoucími depozičními parametry rostla kvalita nástriků, což bylo pozorovatelné jak na DE, nárůstu tloušťky nástriku na vrstvu, tak na mechanismech poškození, které byly v rámci fraktografické analýzy odhaleny. S rostoucími parametry se zvyšuje rychlost částic dopadajících na substrát a klesá jejich kritická rychlost. Na základě tohoto předpokladu tak dochází ke vzniku kvalitnějších vazeb jak mezi substrátem a nástrikem, tak mezi splaty samotnými. Jednotlivé hranice mají díky vyšší kinetické energii dopadajících částic vyšší čistotu, protože inherentně přítomné oxidy jsou efektivněji rozbíjeny a vytlačovány mimo rozhraní. Po oddělení splatů od rozhraní anebo dalších splatů můžeme ve více případech pozorovat jemnou jamkovou morfologii charakteristickou pro tvárný mechanismus poškození. Stále se však jedná o silně minoritní zastoupení a většina splatů je od sebe oddělena čistě pomocí dekoheze po jejich hranicích [19, 49, 74].

Jak již bylo zmíněno v teoretické části práce, depozice tvrdého materiálu na tvrdý substrát je komplikovaná a vyžaduje vysoké depoziční parametry a vhodnou povrchovou úpravu. Ideální povrchová úprava je stále diskutabilním tématem, na kterém nepanuje obecná shoda. Z naší práce však vyplývá, že je vhodné použít povrchovou úpravu, která bude efektivně snižovat drsnost a nezanechávat na povrchu žádné nežádoucí částice, které se budou chovat jako vady a koncentrátoři napětí [15, 18, 19, 81, 155]. Experimentálním důkazem je série A1_1 μm , kdy za použití relativně nízkých depozičních parametrů byl připraven nástriky s tloušťkou $\sim 300 \mu\text{m}$ vykazující adhezní pevnost vyšší než $51,4 \text{ MPa}$. Z hlediska morfologie povrchu substrátů a výsledných hodnot adhezní pevnosti i s ohledem na odlišné tloušťky nástriků, parametry jejich depozice a jednoduchosti přípravy se jeví jako nejlepší povrchové úpravy AM a P2400.

4.8 Hodnocení adheze/koheze pomocí Scratch Testu

Adhezní a kohezní pevnost byla hodnocena také kvalitativně, a to pomocí scratch testu dle modifikované metodiky vycházející z normy ISO 27307. Vybrané vzorky deponované pomocí různých depozičních parametrů na substráty s odlišnými povrchovými úpravami byly testovány a porovnány jak mezi sebou, tak s výsledky zkoušek adhezní pevnosti dle ČSN EN ISO 14916. Podrobnou metodiku testování je možné nalézt v **příloze 1**. Samotná metoda testování je navržena tak, aby bylo možné hodnotit jak kohezní, tak adhezní poškození vzorků a porovnání tak bylo komplexní.

Jedním z cílů a hlavní hypotézou tohoto experimentu bylo, zda se podaří najít spojitosti, trendy a možnost porovnání výsledků scratch testu se zkoušením adhezní pevnosti dle ČSN EN ISO 14916. Jedná se o principálně naprosto odlišné metody zkoušení, obě však mají své silné stránky, kterých je v rámci experimentů využíváno. Poslední hypotézou k testování je míra vlivu tloušťky vrstvy na výslednou adhezní pevnost, kdy v tomto případě je poškození pouze lokální.

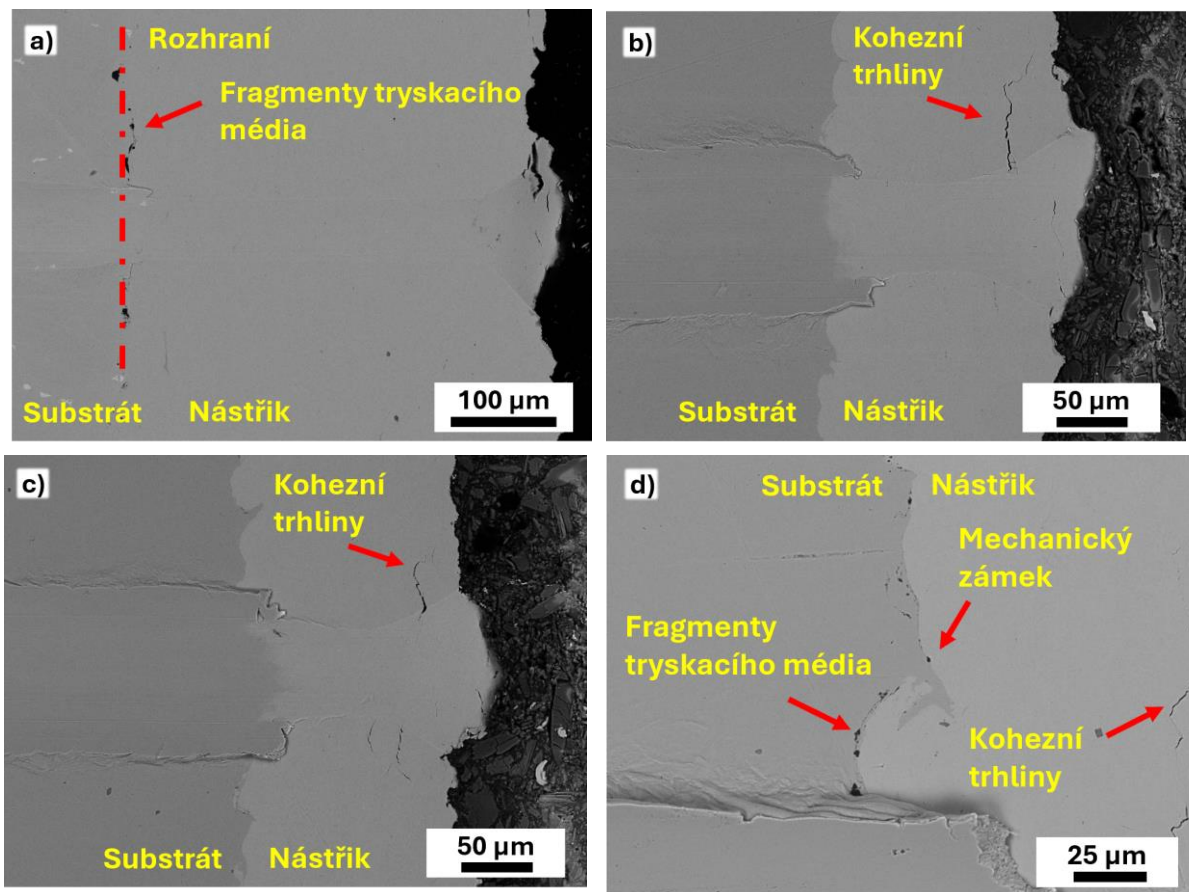
Adhezní pevnost je stěžejní vlastnost všech systémů substrát/nástřík, proto byly všechny vzorky testovány od nízkých hladin normálového zatížení, kde docházelo pouze ke koheznímu poškození, až do vysokých hladin, kdy docházelo k adheznímu poškození a bylo tak možné komplexně hodnotit chování nástříků i jejich rozhraní se substrátem. Jako adhezní pevnost vzorku naměřená pomocí scratch testu byla vždy označena nejvyšší hodnota normálového zatížení, kdy se adhezní poškození vyskytlo v menším než nadpolovičním počtu rýh. V případě rovnosti hodnot normálového zatížení byla porovnána délka adhezních trhlin. Při rovnosti délky adhezních trhlin by se porovnávala délka kohezních trhlin a poté plocha a úhel kužele (menší je vždy lepší).

Jednou z dalších výhod této metodiky je možnost efektivně pracovat s materiálem, proto v případech, kdy to bylo možné, byly použity metalografické výbrusy vzorků, které prošly zkouškou adhezní pevnosti dle ČSN EN ISO 14916 a následným měřením porozity a tloušťky vrstvy. **Tabulka 16** reprezentuje pořadí všech testovaných vzorků ze sad SS1, SS2 a A0 až A4 vyhodnocené dle vyvinuté metodiky. Pořadí sice s drobnými odchylkami, ale kopíruje trend optimalizace procesních parametrů, která je ústředním tématem a cílem této práce. V posledním sloupci je pro srovnání uveden výsledek zkoušky adhezní pevnosti jednotlivých vzorků.

Tab. 16: Výsledky scratch testu

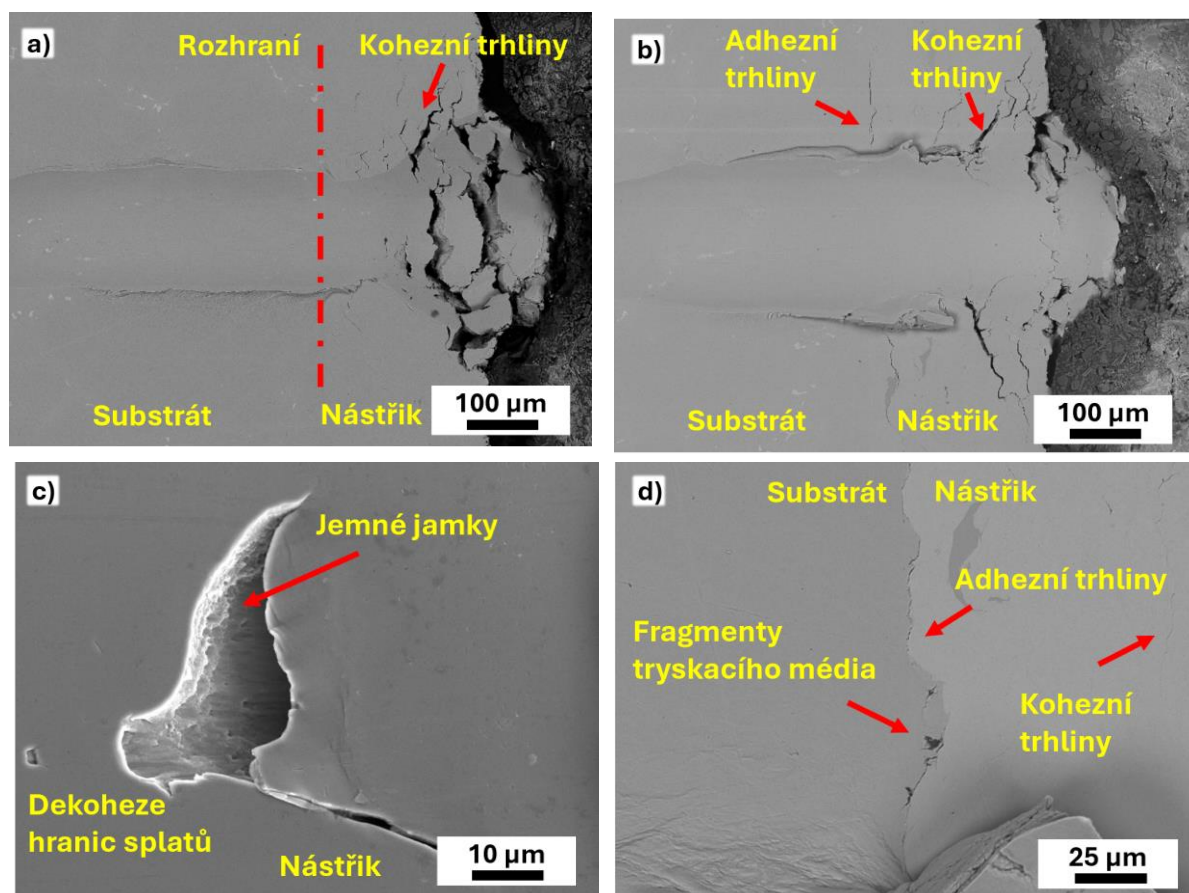
Pořadí	Vzorek	Norm. zatížení [N]	Délka adhezních trhlin [μm]	Délka kohezních trhlin [μm]	Plocha kužele [mm^2]	Úhel kužele [$^\circ$]	ČSN EN ISO 14916 [MPa]
1	A4_AM1	>200	0	1489	1,62	63,9	>38,7
2	A4_11	>200	978	967	1,79	69,8	>45,1
3	A4_F31	175	225	50	1,61	74,9	>48,6
4	SS1_P500	150	42	1258	1,37	66,9	X
5	SS1_F10	150	250	1017	1,27	53,5	X
6	A3_P2403	100	68	1157	0,66	60,1	>31,2
7	A3_P2405	100	461	975	0,71	54,2	>50,9
8	A3_P505	100	3339	793	0,63	63,9	>40,2
9	SS1_F30	75	83	1017	0,53	55,6	X
10	A0_1 μm	75	157	1114	0,5	71,3	39,3
11	A1_12	75	543	4829	0,55	67,2	>51,4
12	A1_13	50	371	4686	0,4	69,7	>65,5
13	SS2_F10	30	383	1867	0,15	53,5	X
14	SS2_F30	15	190	1592	0,09	59,3	X
15	SS2_P500	15	345	1088	0,08	57,7	X
16	A2_F31	15	1660	350	0,33	57	>49,6

Pro adekvátní a ukázkovou interpretaci výsledků budou používány snímky rýh pořízené na hladinách normálového zatížení korespondující s **tab. 16**. Na **obr. 61a** můžeme sledovat rozhraní substrátu a nástřiku na vzorku A2_F31, které disponuje několika fragmenty tryskacího média, které při vyšších zatíženích způsobují adhezní poškození rozhraní. Spolu s nízkou adhezní pevností vykazuje nástřik i nízkou kohezní pevnost, což dokazuje trhlina šířící se z oblasti kužele směrem do nástřiku a na volný povrch. **Obr. 61b** reprezentuje vzorek SS2_P500, který nevykazuje známky adhezního poškození, můžeme však pozorovat trhliny, které se šíří z rýhy, což hovoří o nižší kohezní pevnosti, než kdyby vycházely z kužele na volném povrchu. Díky použitému zobrazení (BSE) můžeme na snímku pozorovat rozdíl mezi substrátem a nástřikem. V případě sad SS1 a SS2 byla jako substrát použita ocel 1.7225. Stejně chování vykazoval i vzorek SS2_F30 (**obr. 61c**), u kterého se navíc naskýtá pohled na známky mechanického zámkování, a to i přes poměrně vysokou tvrdost substrátu. **Obr. 61d** poskytuje detail mechanického zámku na vzorku SS2_F10 s větším množstvím fragmentů tryskacího média v blízkosti rozhraní a trhlinami kopírující hranice splatů šířící se z rýhy.



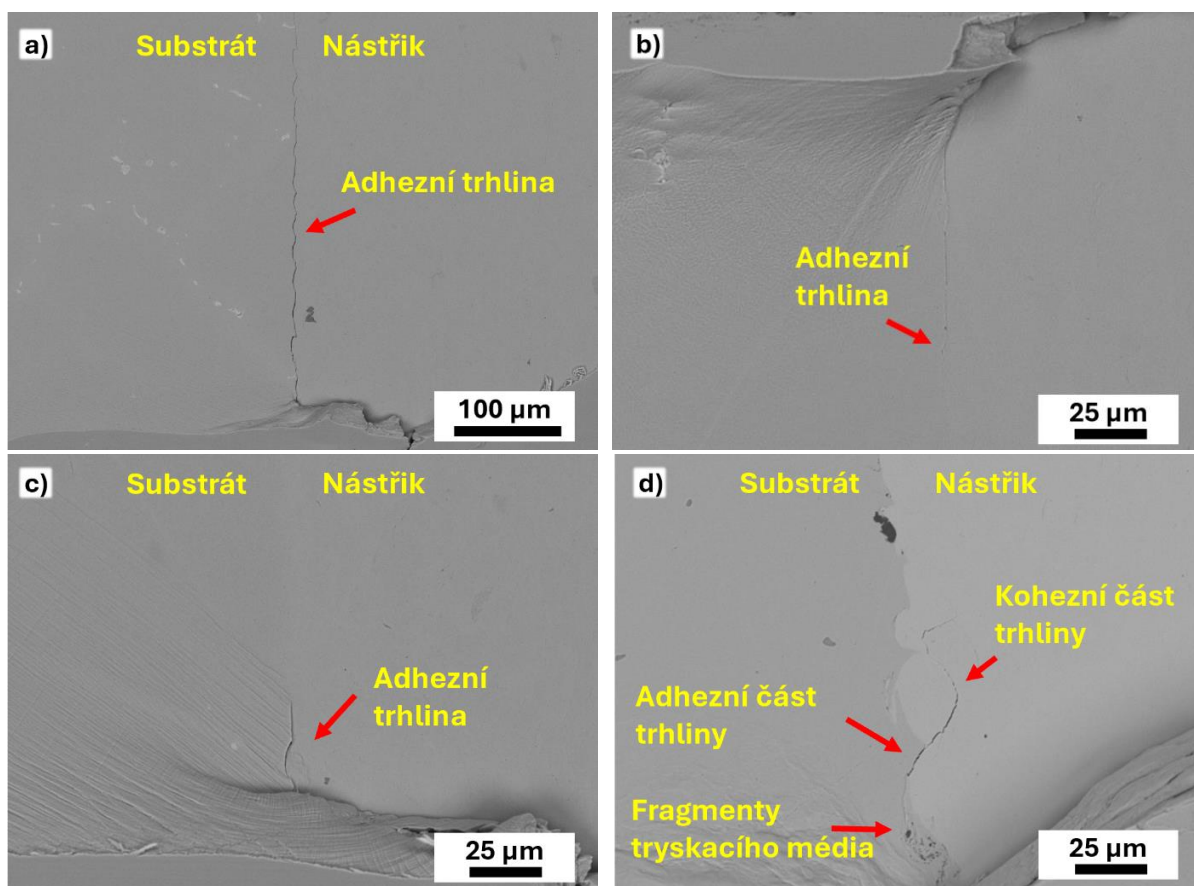
Obr. 61: Fraktografická analýza rýhy na vzorku (SEM, BSE): a) A2_F31, b) SS2_P500, c) SS2_F30, d) SS2_F10.

Vzorek A1_13 byl sice podroben při tvorbě rýhy normálovému zatížení 50 N, jak ale naznačuje i délka kohezních trhlin v **tab. 16** a **obr. 62a**, kohezní pevnost tohoto nástřiku je nízká. Ačkoliv při zkouškách adhezní pevnosti dle ČSN EN ISO 14916 vykazovala tato sada s ohledem na nízké depoziční parametry dobré výsledky, tento druh zkoušky odhalil velice slabou kohezní pevnost. Podobně dopadl i vzorek A1_13 ze stejné sady, který ale dosáhl vyšší hladiny normálového zatížení (**obr. 62b**). Vzorek A0_1 μm deponován pomocí nejnižších depozičních parametrů vykazoval mnohem vyšší kohezní pevnost ve srovnání se vzorky sady A1. O kvalitě rozhraní splatů přesvědčivě hovoří jemná jamková morfologie nalezená mezi oddělenými splaty uvnitř rýhy (**obr. 62c**). Posledním vzorkem, jehož maximem byla hladina normálového napětí o hodnotě 75 N, byl SS1_F30. Na **obr. 62d** můžeme pozorovat detail rozhraní vykazující adhezní poškození jak v okolí fragmentů tryskacího média, tak i mimo něj.



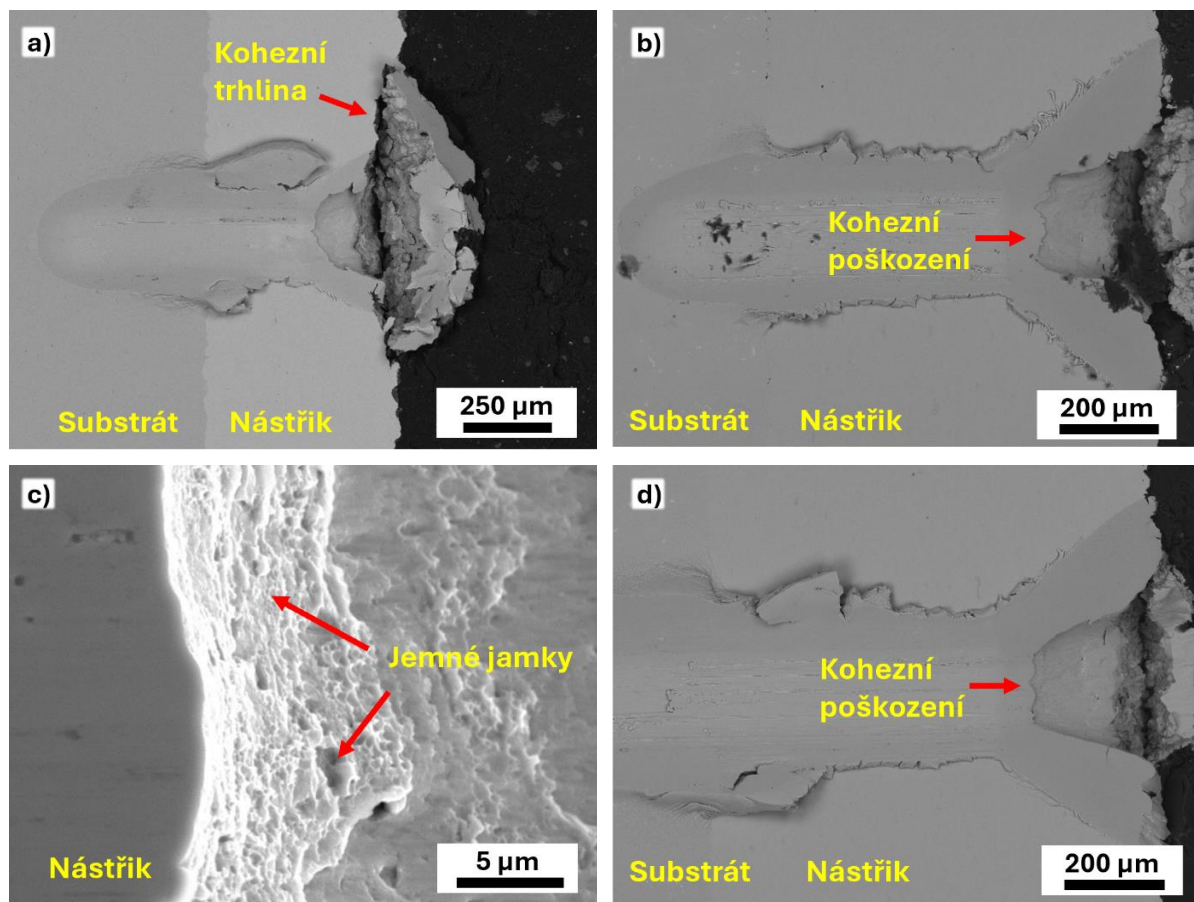
Obr. 62: Fraktografická analýza rýhy na vzorku (SEM, BSE): a) A1_13, b) A1_12, c) A0_1 μm (SE), d) SS1_F30.

Situace vyobrazená na **obr. 63a**, kdy došlo k iniciaci trhliny na rozhraní substrátu, nástříku a rýhy, která se šířila po rozhraní několik stovek μm, nastala u několika rýh na vzorku A3_P505. Příčinou tohoto poškození bylo pravděpodobně přetížení rozhraní, na které působil indenter s normálovým zatížením 100 N. Z fraktografické analýzy po zkouškách adhezní pevnosti této sady vyplynulo, že nízká kvantita relativně kvalitně spojených splateů se substrátem nepřináší tak vysokou adhezní pevnost jako vysoká kvantita méně kvalitně spojených splateů se substrátem, což rezultovalo v absolutně nejvyšší celkovou délku adhezních trhlin ze všech vzorků. **Obr. 63b** vykresluje detail rozhraní, které bylo také označeno jako adhezně poškozené. Můžeme pozorovat nepatrný posun mezi substrátem a nástříkem, který hovoří o tom, že rozhraní není pevně spojené. V substrátu nalevo od rozhraní v oblasti, kde se nachází nakupení materiálu způsobené vznikem rýhy, můžeme sledovat výraznější morfologii povrchu spojenou s pohybem dislokací, které se dostaly na povrch. Díky tomu, že má nástřík v as-sprayed stavu poměrně vyčerpanou plasticitu, nemůžeme na něm takové chování v podobné míře pozorovat. Napětí, které působí v okolí rýhy dává možnost vzniku nakupení dislokací a následnému porušení rozhraní (**obr. 63c**). V případě vzorku SS1_F10 můžeme na **obr. 63d** pozorovat vzácný jev, kdy trhlina iniciuje na rozhraní v blízkosti rýhy a fragmentu tryskacího média, ale následně pokračuje v šíření do nástříku, kde je rozhraní mezi jednotlivými splatey méně pevné než rozhraní vedlejšího splate a substrátu.



Obr. 63: Fraktografická analýza rýhy na vzorku (SEM, BSE): a) A3_P505, b) A3_P2405, c) A3_P2403, d) SS1_F10.

Obr. 64a reprezentuje vzorek SS1_P500, na kterém můžeme pozorovat část vyoraného materiálu substrátu. Tato situace nastává často v případě substrátu 1.7225 z důvodu nižší tvrdosti ve srovnání s IN713LC. V extrémních případech se může stát, že materiál zakrývá kohezní nebo adhezní poškození. Normálové zatížení aplikované na indentor mělo hodnotu 150 N, přičemž vykazuje pouze tvorbu kužele a kohezního poškození na volném povrchu. To hovoří o dramatickém nárůstu kvality nástříku ve srovnání se SS2, A0, A1 a A2. Vzorek A4_F31 vykazuje obdobnou kvalitu, a to při zatížení 175 N (**obr. 64b**). **Obr. 64c** opět ukazuje jemnou jamkovou morfologii uvnitř rýhy na vzorku A4_11. Jedná se o jasný důkaz vysoké kvality rozhraní splatů. Nejvyšší kvalitu rozhraní vykazoval vzorek A4_AM1, jehož rozhraní nebylo porušeno ani při normálovém zatížení 200 N (**obr. 64d**).



Obr. 64: Fraktografická analýza rýhy na vzorku (SEM, BSE): a) SS1_P500, b) A4_F31, c) A4_11 (SE), d) A4_AM1.

Diskuse k hodnocení adheze/koheze pomocí Scratch Testu

Scratch test je při použití metodiky odvozené od standardu ISO 27307 velice užitečný nástroj pro hodnocení kohezní pevnosti nástřiků, jelikož při každém vrypu dochází k tvorbě kužele na rozhraní volného povrchu nástřiku a pryskyřice (**obr. 23**). Plocha kužele je vhodným parametrem pro její hodnocení, protože vykazuje lineární závislost na rostoucím normálovém zatížení a spolu s délkou kohezních trhlin je možné efektivně jednotlivé nástřiky porovnávat [122].

Díky tomu, že indentor interaguje jak se substrátem, rozhraním substrát/nástřik a nástřikem, slouží k odhalení nejslabšího článku celého systému. Ať už se jedná o nízkou kohezní pevnost splatů nebo adhezní pevnost rozhraní. Získané znalosti a informace mohou sloužit jako vstupní data pro efektivní optimalizaci procesních parametrů.

Z hlediska původních hypotéz můžeme konstatovat, že porovnání metody scratch test a zkoušky adhezní pevnosti dle ČSN EN ISO 14916 není minimálně na základě získaných dat možné. Existuje globální trend, kdyby s rostoucí adhezní pevností v tahu měla růst i adhezní pevnost získaná pomocí scratch testu. Námi získaná data však tomuto trendu neodpovídají. Je důležité zopakovat, že principy obou metod jsou velice odlišné a rýhy vytvořené pomocí scratch testu jsou velice lokalizované, zatímco ČSN EN ISO 14916 získává odezvu z mnohem většího objemu materiálu. Obě metody mají svá úskalí a na základě jejich porovnávání nebylo

možné vyvozovat přímé a jasné závěry [122]. Scratch test je pouze kvalitativní metodou vhodnou pro přímé porovnávání vzorků s etalony nebo mezi sebou. Přepočet normálového zatížení na napětí a možnost srovnávání s jinými metodami testování prozatím není možný [171].

Vliv tloušťky nástřiku na adhezní nebo kohezní pevnost nástřiku při tomto typu testování nebyl odhalen. Jasně pozorovatelným trendem byl nárůst kvality nástřiků s rostoucími depozičními parametry, což se promítlo ve vyšších hodnotách normálového zatížení, které bylo aplikováno na vzorky, dokud adhezní poškození nebylo převládajícím typem poškození.

4.9 Zkoušky tvrdosti

Instrumentovaná zkouška tvrdosti byla provedena jak na částicích prášku, tak také substrátech a nástřicích, čemuž se tato kapitola převážně věnuje. Jednou z hypotéz, která byla v rámci těchto experimentů ověřena, byla ta, zda a v jaké míře dochází k deformačnímu zpevnění podpovrchové vrstvy substrátu po depozici. Jelikož pomocí měření tvrdosti s nízkým zatížením (dle Vickerse) nemusí být možné vytvořit dostatečně jemnou síť vtisků, byla zvolena instrumentovaná zkouška tvrdosti se zatížením 5, 10, 100 a 400 mN, a to na vzorku SS1_P500.

Použitím CMC módu je možné relativně snadno provést komplexní hodnocení chování a odezvy materiálu na zatížení v rozmezí 2 až 500 mN, a to na základě měření tvrdosti, Youngova modulu pružnosti a například podílu elastické práce (η_{IT}). Tento mód částečně simuluje cyklické zatížení a jeho výsledky je možné interpretovat s přesahem k dalším metodám testování, jako například únavovým zkouškám. Další ověřovanou hypotézou byla ta, zda je možné sledovat a hodnotit změnu depozičních parametrů na základě Youngova modulu pružnosti jednotlivých vzorků. Vzorky byly vybrány tak, aby korelovaly s hodnocením adhezní a kohezní pevnosti pomocí scratch testu a ČSN EN ISO 14916. Změna Youngova modulu pružnosti, a tedy potenciálně i kohezní pevnost nástřiků by měla být pozorovatelná i na změně podílu elastické práce, což bylo také ověřováno.

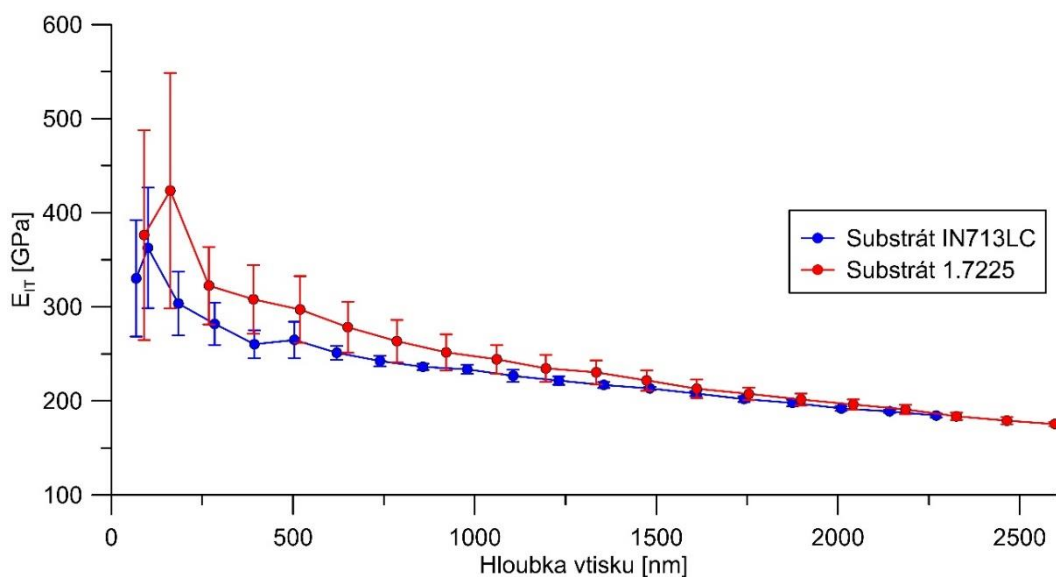
Poslední předpoklad navazuje na kohezní pevnost nástřiků, která v průběhu optimalizace depozičních parametrů měla růst. K jeho ověření bylo využito kombinace CMC a měření tvrdosti dle Vickerse, a to v rozmezí zatížení 2 až 5000 g (HV5). V rámci tohoto experimentu bylo také cílem ověřit přítomnost vlivu velikosti vtisku (ISE) na hodnotu tvrdosti a zjistit, zda a při jak velkém zatížení již tvrdost dále neklesá. Měření bylo provedeno jak na substrátech IN713LC a oceli 1.7225, tak vybraných reprezentativních nástřicích.

Měření map tvrdosti se zatížením 100 a 400 mN ukázalo, že opravdu dochází k vytvrzení vrstvy substrátu, která sahá do hloubky $\sim 100 \mu\text{m}$ (**tab. 17**). Díky tomu, že tvrdé částice dopadají při depozici na relativně měkký substrát, dochází k deformaci a vytvrzení zejména substrátu. To je možné pozorovat na hodnotách tvrdosti nástřiku přibližně $20 \mu\text{m}$ od rozhraní. Tvrdost je relativně nízká ve srovnání s vyššími vrstvami nástřiku. Ty dosáhly vyšší tvrdosti, protože při jejich depozici nebyla substrátem relativně měkká ocel, ale již deponovaný nástřik. Trend rostoucí tvrdosti nástřiku směrem od rozhraní byl pozorovatelný i v případě měření se zatížením 5 a 10 mN. V těchto dvou případech však vlivem ISE nebylo možné identifikovat a hodnotit vytvrzení podpovrchové vrstvy substrátu.

Tab. 17: Reprezentace map tvrdosti

Vzdálenost [μm]	Průměr [MPa]	Min	Max		Průměr [MPa]	Min	Max
340	9847 ± 403	8779	10648		9277 ± 712	7545	10102
260	9499 ± 508	8593	10336		8991 ± 729	7749	10184
180	9293 ± 706	8135	10411		9135 ± 559	7656	9783
100	9534 ± 653	8049	10511		9249 ± 647	7981	10402
20	8995 ± 454	8360	9904	↑Nástřík	8636 ± 462	7709	9395
0 μm		100 mN	Rozhraní		400 mN		
20	4337 ± 225	3789	4719	↓Substrát	3761 ± 171	3504	4071
100	4105 ± 184	3795	4329		3612 ± 94	3458	3789
180	3951 ± 130	3750	4133		3545 ± 146	3278	3950
260	3917 ± 171	3536	4172		3573 ± 155	3365	3958

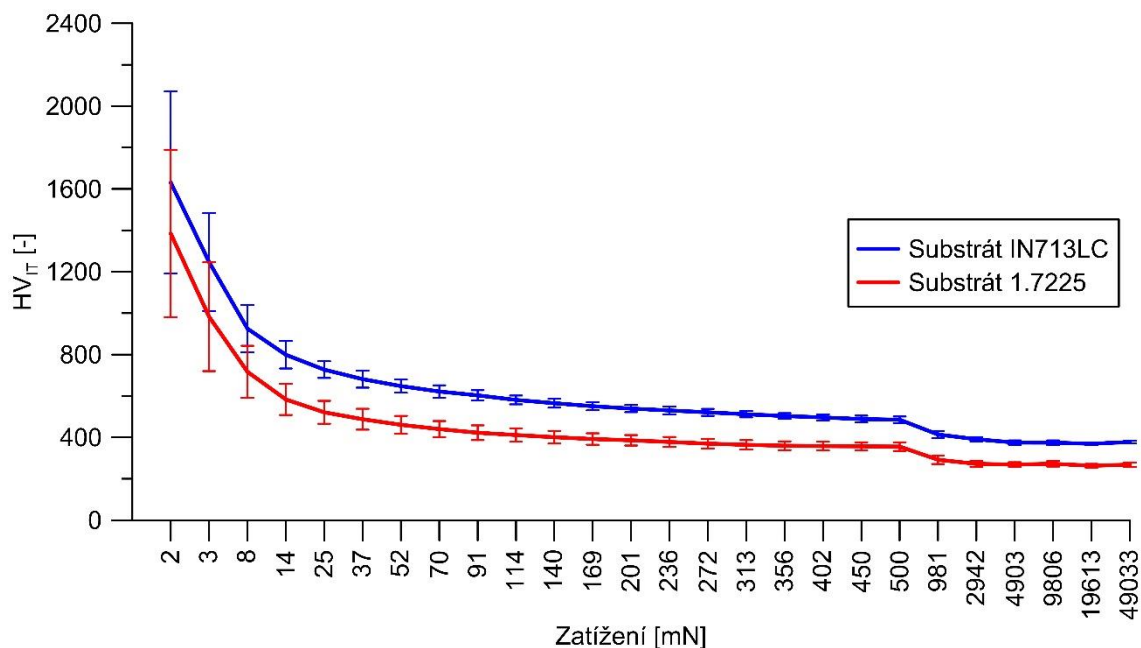
Při analýze substrátů (1.7225 s IN713LC) byl nalezen shodný trend v poklesu jak Youngova modulu pružnosti v závislosti na hloubce vtisku (**obr. 65**), tak tvrdosti v závislosti na velikosti zatížení (**obr. 66**). Pokles je způsoben zejména poklesem vlivu velikosti vtisku (ISE) a zvyšujícím se interakčním objemem. V případě Youngova modulu pružnosti nevidíme dosažení konstantních hodnot, pouze postupné klesání, které by dle literatury mělo v obou případech kulminovat kolem hodnoty 190 GPa. U hodnot tvrdosti bylo nalezeno plató, a to díky měření tvrdosti při zatíženích navazujících na instrumentovanou zkoušku tvrdosti (~50 g, HV0,05), jehož maximální hodnotou bylo 5000 g (HV5). Proto také můžeme pozorovat skok v naměřených hodnotách (~HV0,1). V okolí zatížení 300 (HV0,3) a 500 g (HV0,5) hodnoty tvrdosti přestávají klesat a je dosaženo plató (**obr. 66**).



Obr. 65: Graf závislosti Youngova modulu pružnosti substrátů na hloubce vtisku.

Instrumentovaná zkouška tvrdosti probíhala v CMC módu, což mělo za následek odlišné chování podílu elastické práce ve srovnání s klasickým módem zkoušek tvrdosti, kdy dochází k tvorbě vtisku jedním zatížením. V tomto případě dosahovaly substráty 1.7225 a IN713LC hodnot podílu elastické práce (η_{IT}) v rozmezích 20 až 50 % a 28 až 56 %. S rostoucím zatížením roste podíl elastické práce, a to z důvodu cyklického zatěžování, kdy před každým novým zatížením na vyšší hladinu nedochází k úplnému odtížení, a tak se elastická energie kumuluje. Posun k vyšším hodnotám je přičítán vyšší tvrdosti a nižší plasticitě a tažnosti (min 5 %) IN713LC za pokojových teplot, zatímco 1.7225 dosahuje tažnosti min. 11 % a vykazuje nižší tvrdost. Při provádění instrumentované zkoušky tvrdosti v klasickém módu při zatížení 5, 10, 100 a 400 mN byla hodnota podílu elastické práce 13,2 až 11,6 v případě oceli 1.7225 a 20,1 až 16,4 v případě IN713LC. Můžeme pozorovat, že pokud se jedná o tento mód zatěžování, podíl elastické práce klesá. IN713LC však stále vykazuje vyšší hodnoty, což je v souladu s předchozími závěry.

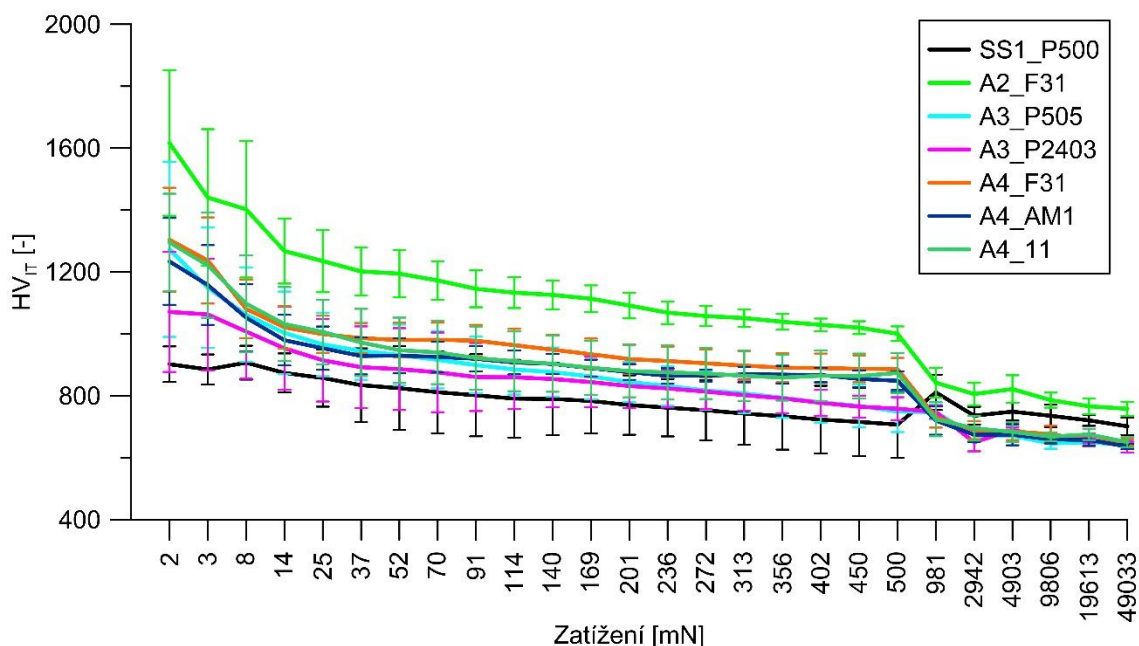
Schopnost a ochota substrátu se deformovat má výrazný vliv také na rozhraní, což je pozorovatelné v **tab. 17**. Pokud by byl substrátem IN713LC, došlo by pravděpodobně k poklesu hloubky a míry vytvrzení substrátu a nárůstu tvrdosti prvních vrstev nástřiku.



Obr. 66: Graf závislosti tvrdosti substrátů na zatížení.

Na **obr. 67** a **68** je možné pozorovat závislost tvrdosti na velikosti zatížení a Youngova modulu pružnosti na hloubce vtisku jako v předchozím případě. Nyní se však jedná o nástříky z jednotlivých sad. V obou případech došlo k tomu, že vzorky A2_F31 a SS1_P500 svými hodnotami ohraničují ostatní vzorky v pásu hodnot. Sada A2 vykazovala ze všech nástřiků nejvyšší tvrdost způsobenou vysokou mírou hammering efektu, čímž si série SS1_P500 prošla v menší míře také. Nízké naměřené hodnoty tvrdosti i Youngova modulu pružnosti pomocí CMC módu byly způsobeny pravděpodobně vlivem rozdílného substrátu (1.7225) a odlišné distribuce i velikosti zbytkových napětí, což je jeden z faktorů, který má také vliv na ISE.

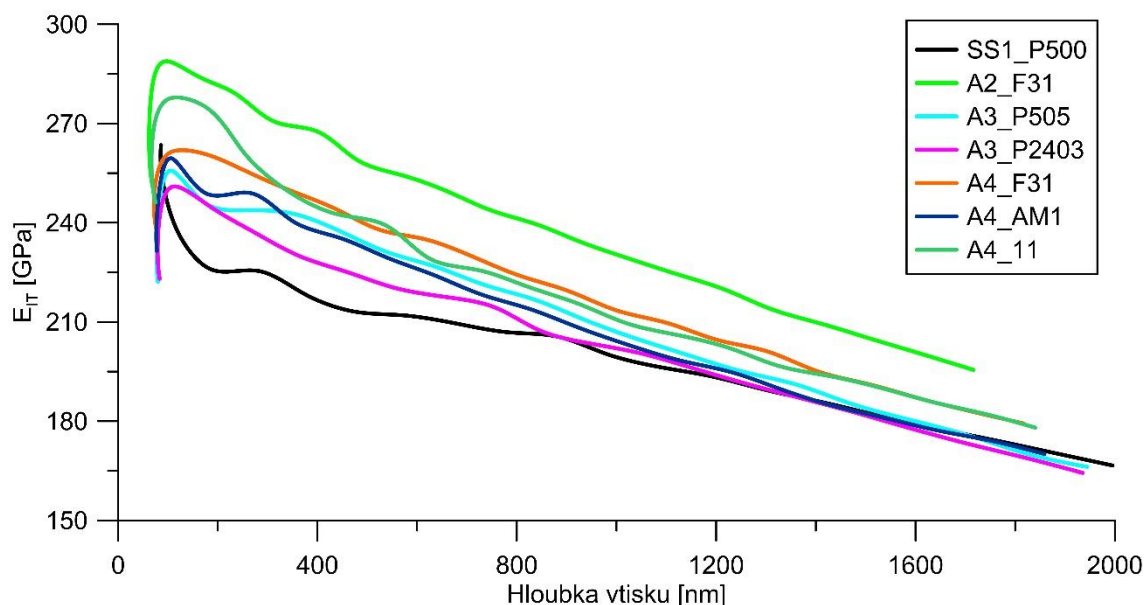
V oblasti tvrdosti, která byla měřena dle Vickerse a s vyšším zatížením (**obr. 67**), můžeme vidět, že hodnoty SS1_P500 rostou nad sady A3 a A4 a téměř se vyrovnávají A2_F31. V případě vyšších zatížení vliv zbytkových napětí a ISE klesá, což je v souladu s teorií i předchozím experimentem. Nástríky se chovají odlišně ve srovnání se substráty, což je v této oblasti vidět. Výsledkem je stále postupné klesání tvrdosti, a to i při zatížení 5000 g. Vzhledem k tomu, že nástríky vykazují i více než dvojnásobnou tvrdost, interakční objem je při stejném zatížení menší. Dále musíme brát v potaz distribuci a interakci dislokací, zrn, precipitátů, to že nástríky obsahují mnohem více defektů a další faktory, které mají vliv na ISE.



Obr. 67: Graf závislosti tvrdosti vybraných nástríků na zatížení.

Z hlediska evoluce Youngova modulu pružnosti měl hammering efekt větší vliv než optimalizace depozičních parametrů. Ačkoliv vzorky sady A4 (11, F31 a AM1) vykazovaly po vzorku A2_F31 nejvyšší hodnoty Youngova modulu pružnosti. Dále následovaly vzorky sady A3 a SS1_P500. Pro srovnání byl ze sady A4 připraven vzorek pro měření Youngova modulu pružnosti pomocí impulzní excitační metody (IET). Ta je na základě znalosti velikosti a hmotnosti vzorku a jeho specifického útlumu vibrací schopná určit hodnotu Youngova modulu pružnosti, která byla stanovena na 181 ± 10 GPa. Ve srovnání s konvenčně vyrobeným materiálem, ať už ve stavu litém nebo tvářeném, se jedná o drobný pokles, který byl očekáván.

Hodnota podílu elastické práce byla vyhodnocována nejen v CMC módu, ale i z vtisků vytvořených při zatíženích 5, 10, 100 a 400 mN, a to na vzorku SS1_P500. Hodnota se pohybovala v rozmezí 28 ± 2 %, což je hodnota, která byla očekávána. Ve srovnání se substrátem IN713LC můžeme říct, že nástrík má dramaticky vyšší tvrdost, a tudíž bude lépe odolávat další plastické deformaci. Díky principu CS depozice však bude charakteristický spíše křehkým chováním, což vysvětluje nárůst podílu elastické práce. Kombinace těchto vlastností by mohla být zajímavá z hlediska otěruvzdornosti jak ve stavu as-sprayed, tak po případném zařazení TZ.



Obr. 68: Graf závislosti Youngova modulu pružnosti vybraných nástřiků na hloubce vtisku.

Jak již bylo zmíněno, podíl elastické práce měřený pomocí CMC vykazoval trend odlišný. Hodnota η_{IT} se v následujících sadách a vzorcích pohybovala v těchto rozmezích:

- Sada A0 – 35 až 58 %
- Sada A1 – 36 až 69 %
- Sada SS1, vzorek SS1_P500 – 35 až 68 %
- Sada A2, vzorek A2_F31 – 44 až 72 %
- Sada A3 – 37 až 70 %
- Sada A4 – 37 až 74 %.

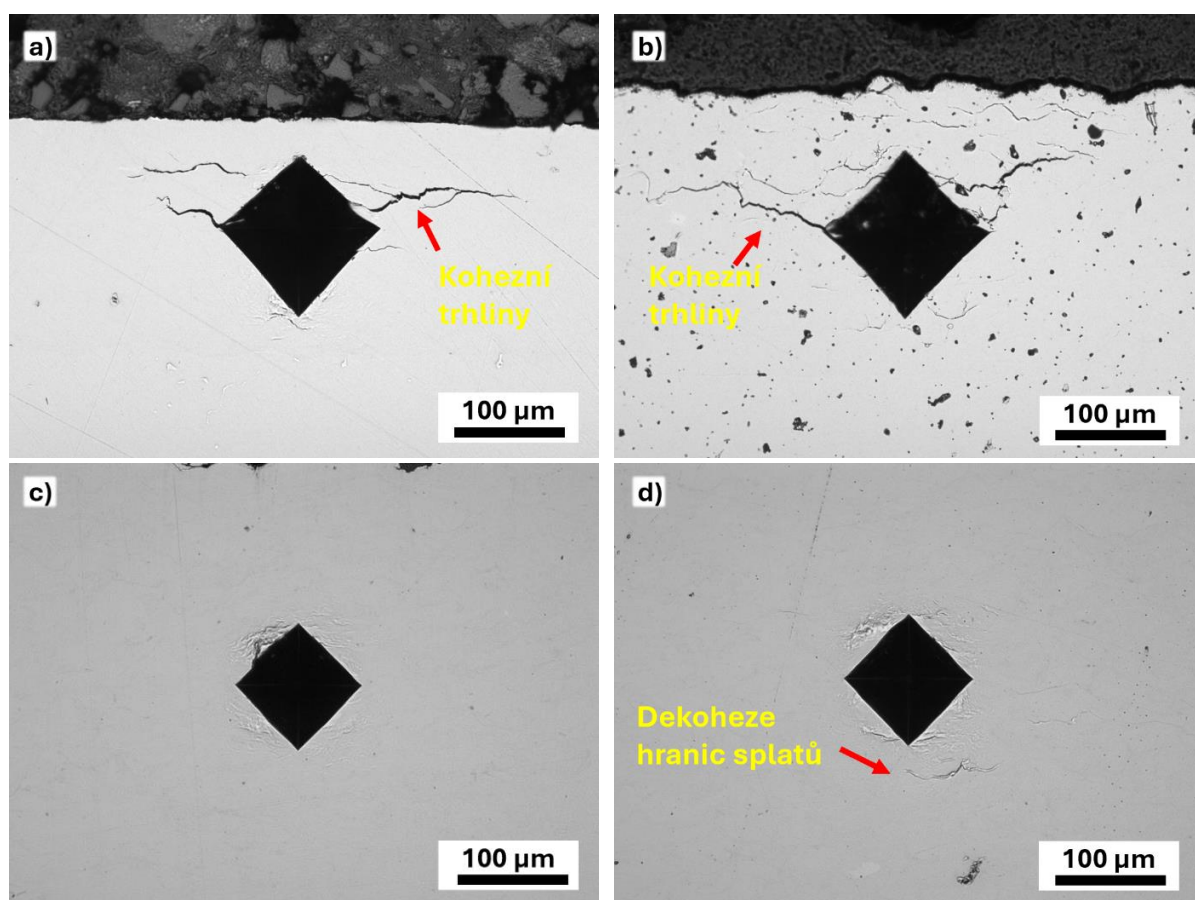
Vzorek A2_F31 prošel nejvyšší mírou hammering efektu a dosahuje nejvyšší tvrdosti i hodnotě Youngova modulu pružnosti. I přes použití prášku X, který disponoval prokazatelně horšími depozičními vlastnostmi než prášek Y, dosáhl vzorek velice dobrých hodnot kohezní pevnosti.

Postupný nárůst hodnoty elastické práce odpovídá snaze o optimalizaci depozičních parametrů. Na základě tohoto parametru můžeme dále odvodit, že deponované vzorky s vysokou tvrdostí nebudou dosahovat vysokých hodnot plasticity a brzy bude docházet spíše ke křehkému chování.

Z hlediska kvalitativního hodnocení je možné s postupnou optimalizací depozičních parametrů pozorovat trend v nárůstu kohezní pevnosti nástřiků. V podstatě nejvýraznější vliv na kohezní pevnost má hammering efekt. Čím více budou splaty přechovány dopadajícími částicemi, tím vyšší bude tvrdost nástřiku, ale také kohezní pevnost spojená s kvalitou rozhraní jednotlivých splatů. Toto tvrzení podporuje analýza vzorku A2_F31, který dosahoval nejvyšší tvrdosti, Youngova modulu pružnosti a také solidní kohezní pevnosti při scratch testu (**tab. 16**) a při srovnání s ostatními vzorky, dosahoval téměř nejvyšších hodnot podílu elastické práce.

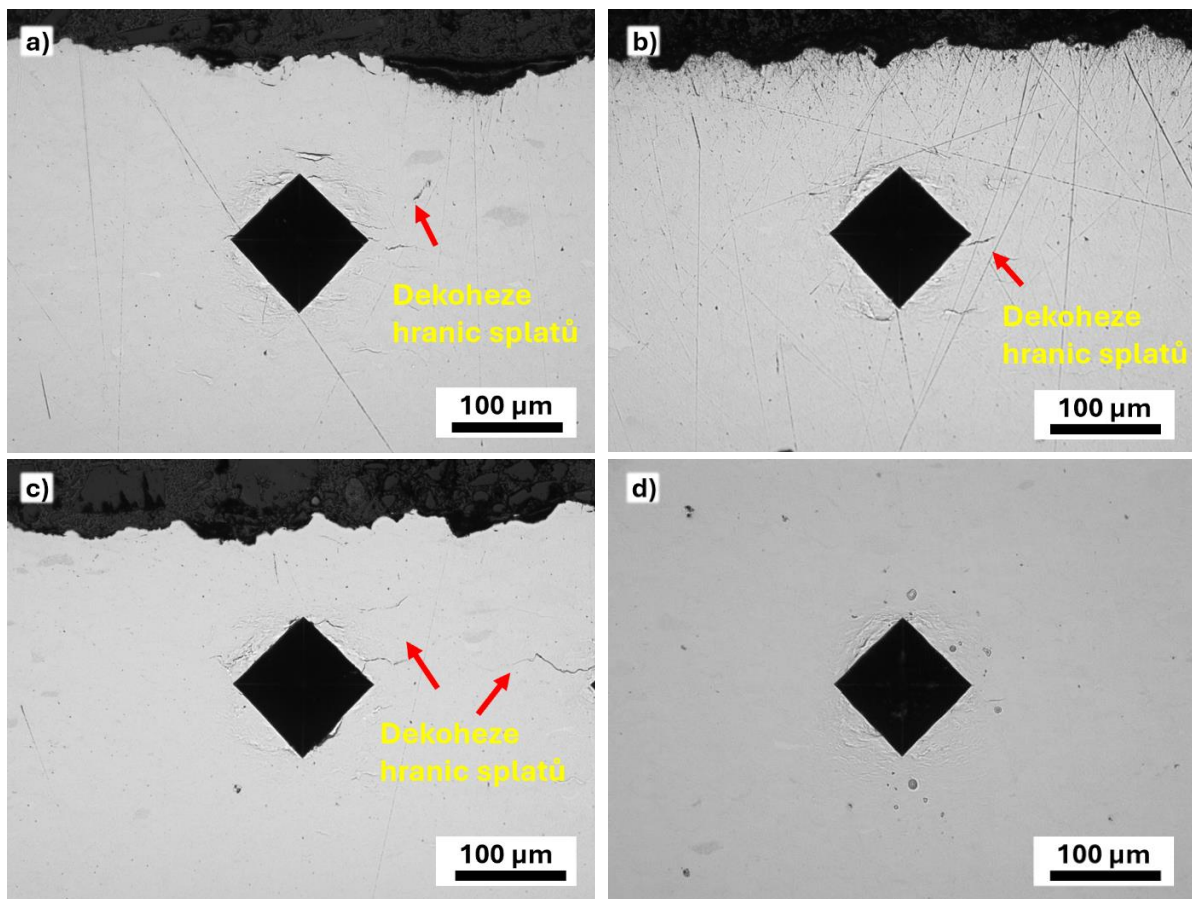
Jak již bylo zmíněno, měření tvrdosti žárových nástřiků zatížením přesahujícím 500 g není běžné. V návaznosti **obr. 66** budou ukázány vtisky, které byly na vybraných vzorcích vyrobeny zatížením 5000 g (HV5). Na **obr. 69a-d** vidíme největší rozdíly mezi kohezní pevností jednotlivých vzorků. Vzorky A0_1 μm a A1_12 byly deponovány při teplotě dusíku 1000 a 1025 $^{\circ}\text{C}$, což jsou nejnižší hodnoty. Z hlediska šíření kohezních trhlin z vtisku však dopadl lépe vzorek A0_1 μm (**obr. 69a**), a to zejména z důvodu, že jeho depozice měla znatelně nižší DE, a tedy vyšší míru hammering efektu. Vzorek A0_1 μm vykazoval nárůst tloušťky 13 μm /vrstvu, zatímco A1_12 (**obr. 69b**) 30 μm /vrstvu. Vyšší teplota dusíku efektivně zvýšila DE, v tomto případě byl však vliv negativní. Rozhraní tohoto vzorku ale bylo velice kvalitní a adhezní pevnost přesahovala 65,5 MPa, během testování totiž nedošlo k porušení.

Vzorek A2_F31, jak můžeme sledovat na **obr. 69c**, vykazoval velice vysokou kohezní pevnost spojenou s hammering efektem. Podobně na tom byl i vzorek SS1_P500, ačkoliv drobné nespojitosti po hranicích splatů je možné na **obr. 69d** pozorovat.



*Obr. 69: Vtisky provedené Vickersovým indetorem se zatížením 5 kg na vzorcích (SM):
a) A0_1 μm , b) A1_12, c) A2_F31, d) SS1_P500.*

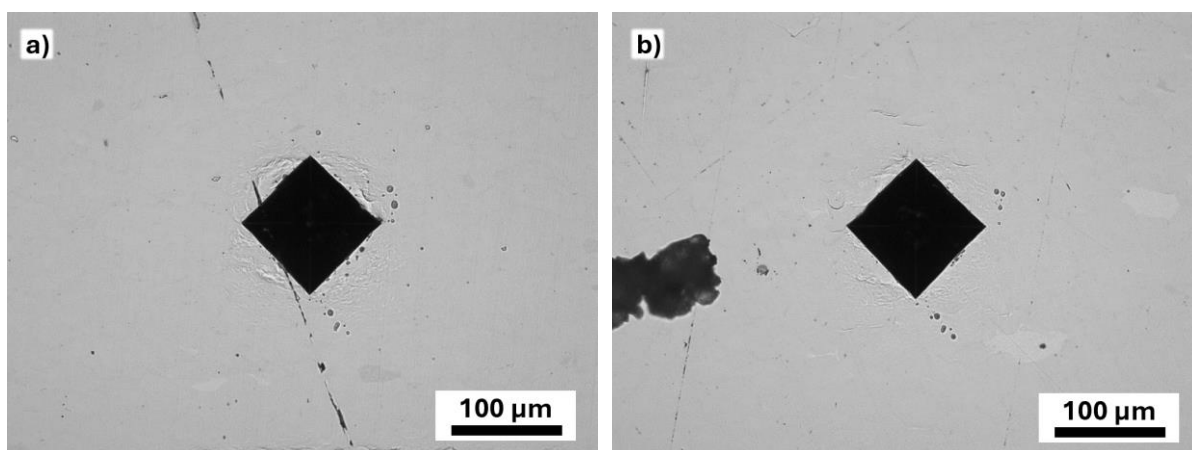
Na **obr. 70a-d** můžeme pozorovat také vysokou kvalitu kohezní pevnosti na vtiscích, které jsou doprovázeny drobnými nespojitostmi po hranicích splatů. Ty jsou však ve srovnání se vzorky A0_1 μm a A1_12 tak malé, že nejsou v rozporu s normou měření tvrdosti dle Vickerse [99]. Z důvodu blízkosti volného povrchu nástřiku se však nejedná o platné vtisky. S nárůstem depozičních parametrů v tomto případě rostly další důležité vlastnosti nástřiků, jak již bylo zmíněno v předchozích kapitolách.



Obr. 70: Vtisky provedené Vickersovým indentorem se zatížením 5 kg na vzorcích (SM):

a) A3_P505, b) A3_P2403, c) A3_P2405, d) A4_F31.

Nejvyšších tlouštěk a kvalit dosahovaly vzorky sady A4, přičemž ty nejlepší z hlediska scratch testu a s vysokou kohezní pevností dokázanou zde, můžeme pozorovat na **obr. 71a,b**.



Obr. 71: Vtisky provedené Vickersovým indentorem se zatížením 5 kg na vzorcích (SM):

a) A4_AM1, b) A4_11.

DISKUSE KE ZKOUŠKÁM TVRDOSTI

Hypotéza týkající se vytvrzování povrchové vrstvy substrátu byla potvrzena. Došlo k měřitelnému nárůstu jak průměrné hodnoty, tak hodnot minima i maxima, a to až do hloubky 100 μm . Tento fenomén byl však měřitelný pouze v případě zatížení 100 a 400 mN. Při použití 5 a 10 mN byla jakákoliv změna neměřitelná, a to pravděpodobně z důvodu výrazného vlivu ISE [111, 121].

Nárůst Youngova modulu pružnosti při optimalizaci parametrů je znatelný, jeho maxima však zdaleka nedosahují konvenčně vyrobeného IN713LC. Nejvyšších hodnot Youngova modulu pružnosti dosahuje vzorek A2_F31, ten byl díky použitému prášku X podroben extrémnímu vlivu hammering efektu, což způsobilo nejvyšší míru vytvrzení a spolu s tím kvalitu spojení jednotlivých splatek. Tuto skutečnost můžeme pozorovat také na vtisku vytvořeném Vickersovým indentorem a zatížením 5000 g, kdy nedochází k porušení žádných hranic splatek v okolí. I podíl elastické práce ve srovnání s ostatními vzorky byl vysoký. Dle hodnot Youngova modulu pružnosti následovaly vzorky sady A4, jejichž kohezní pevnost testovaná vtiskem se zatížením 5 kg byla z hlediska kvality také vysoká, a to spolu s podílem elastické práce, který v tomto případě dosahoval svého maxima na hodnotě 74 %. Jak Youngův modul pružnosti, tak kohezní pevnost a podíl elastické práce spolu korelují, rostou se snahou o optimalizaci parametrů napříč jednotlivými experimenty. Dále můžeme říci, že hlavní a neustále se opakující motiv celé práce, hammering efekt, velice silně ovlivňuje všechny zmíněné charakteristiky.

Dle **obr. 66** byly nalezeny hodnoty tvrdosti substrátů, které značí plató. Nebyly však získány pomocí CMC módu, nýbrž měřením tvrdosti dle Vickerse. Oblast konstantních hodnot začíná přibližně při zatížení 300 až 500 g. Jmenovitě se pro IN713LC a 1.7225 jednalo o 375 a 270 HV_{0,3}. V tomto případě se však jednalo o konvenčně vyrobené materiály. Nohava et al. ve své práci [121] uvádí, že právě hodnota zatížení 300 g odpovídající 3 N, by měla být v případě žárových nástřiků považována za minimální hodnotu zatížení, pokud je cílem měření snadno a rychle získat informace o elasticko-plastické odezvě materiálu. V případě substrátů byla tato idea potvrzena, ale v případě CS nástřiků IN713LC se však ukázalo, že hodnota zatížení musí být vyšší. Plató totiž nebylo při zkoumání nástřiků objeveno ani při měření tvrdosti dle Vickerse se zatížením 5000 g. Díky jejich vysoké tvrdosti je velikost vytvořeného vtisku menší, tudíž je interakční objem také menší. Je tedy pravděpodobné, že vady v mikrostruktuře nebo jiné mikrostrukturní vlivy v podobě ISE mají stále dostatečně velký vliv na pokles jak tvrdosti, tak Youngova modulu pružnosti, a to i v případě, že vtisk zahrnuje několik splatek [128].

Hodnoty Youngova modulu pružnosti i tvrdosti substrátů dosahují při nízkých zatíženích a měření v CMC módu vyšších hodnot než nástřiky, a to z několika důvodů. Jedním z nich je zatížení o velikosti 2 mN, které vytvoří vtisk sahající do hloubky ~70 (IN713LC) až ~90 nm (1.7225). Interakční objem takového vtisku je tedy velice malý a je ovlivněn jak vyleštěnou povrchovou vrstvou, tak vyšším vlivem elastické deformace než právě tvrdší a deformačně zpevněné nástřiky. Silný vliv mají také další mikrostrukturní vlivy souhrnně označované jako ISE. Při nejvyšších zatíženích (500 mN) je však běžné, že hloubka vtisku v substrátech je vyšší než v případě extrémně tvrdých nástřiků. Se zvyšujícím se zatížením interakční objem roste, vliv ISE klesá a hodnoty jak tvrdosti, tak E také (**obr. 65-68**) [101, 111, 126, 128].

Hodnota Youngova modulu pružnosti nástřiků byla ve srovnání s konvenčně vyrobeným materiálem nižší, což bylo v souladu s očekáváním, protože slitiny typu Inconel deponované pomocí dusíku tak vysokých hodnot nedosahují. Pokud by byla slitina deponovaná pomocí helia, dosahovala by hodnot bližších konvenčně vyrobenému materiálu [128, 172].

Výsledky získané a prezentované v rámci této kapitoly slouží jako důkaz toho, že optimalizace depozičních parametrů je kriticky důležitá a přináší obrovské zvýšení kvality nástřiků. Sada A4 dosahovala nejvyšších tlouštěk a zároveň relativně dobré DE. I při nižší míře hammering efektu došlo k výraznému deformačnímu vytvrzení, a tím tak vysoké hodnotě tvrdosti, nízké porozitě a z hlediska kvalitativního hodnocení k výborné kohezní pevnosti. Díky těmto vlastnostem byly naměřeny vysoké hodnoty podílu elastické práce (η_{IT}), což značí schopnost se elasticky deformovat, a to v relativně vysoké míře. Pokud je zatížení vysoké, může se však projevit negativní signál tohoto parametru, kterým je křehkost. Vysoký podíl elastické práce je však pro nástřiky indikátorem především vysoké soudržnosti, odolnosti vůči cyklickému zatížení, a hlavně výborné otěruvzdornosti [128, 172].

4.10 Zkoušky únavových vlastností

Jako substráty byly použity polotovary z IN713LC připravené vakuovým odléváním. Charakteristická dendritická mikrostruktura s přítomností karbidů a staženin vykazovala porozitu o hodnotě $0,11 \pm 0,02$ % (**obr. 74a**). Tvrdost substrátů byla 413 ± 9 HV1, což je ve srovnání se substráty z IN713LC použitými pro adhezní zkoušky hodnota vyšší (374 ± 11 HV1).

Na základě předchozích experimentů byla potvrzena teorie, že pro úspěšnou depozici tvrdých materiálů na tvrdé substráty je vhodné mít povrch substrátu s nízkou povrchovou drsností, a především bez nečistot například ve formě fragmentů tryskacího média. Takové nečistoty by obzvláště u únavového testování mohly působit jako koncentrátoři napětí a rezultovat v defektní chování celého systému substrát/nástřik. Polotovary pro únavové testování byly vždy obrobena a v případech následné depozice na únavová tělesa byly specificky ručně doleštěny pomocí rouna. Výsledné hodnoty vybraných charakteristik povrchu reprezentuje **tab. 18**. Stejným způsobem byla připravena konvenční tělesa bez nástřiku pro testování v režimu ohybu za rotace (sada RBK). Tělesa s CS nástřiky byla připravena pomocí konvenčního broušení, které je součástí standardních postupů přípravy únavových těles pro testování. Vzorky testované v režimu ohybu za rotace jsou označovány jako RBK (vychází z ang. „*rotating bending*“, konvenční) a RBC (s CS nástřikem), a vzorky testované v režimu tah-tlak jako PPC (vychází z ang. „*push-pull*“, s CS nástřikem).

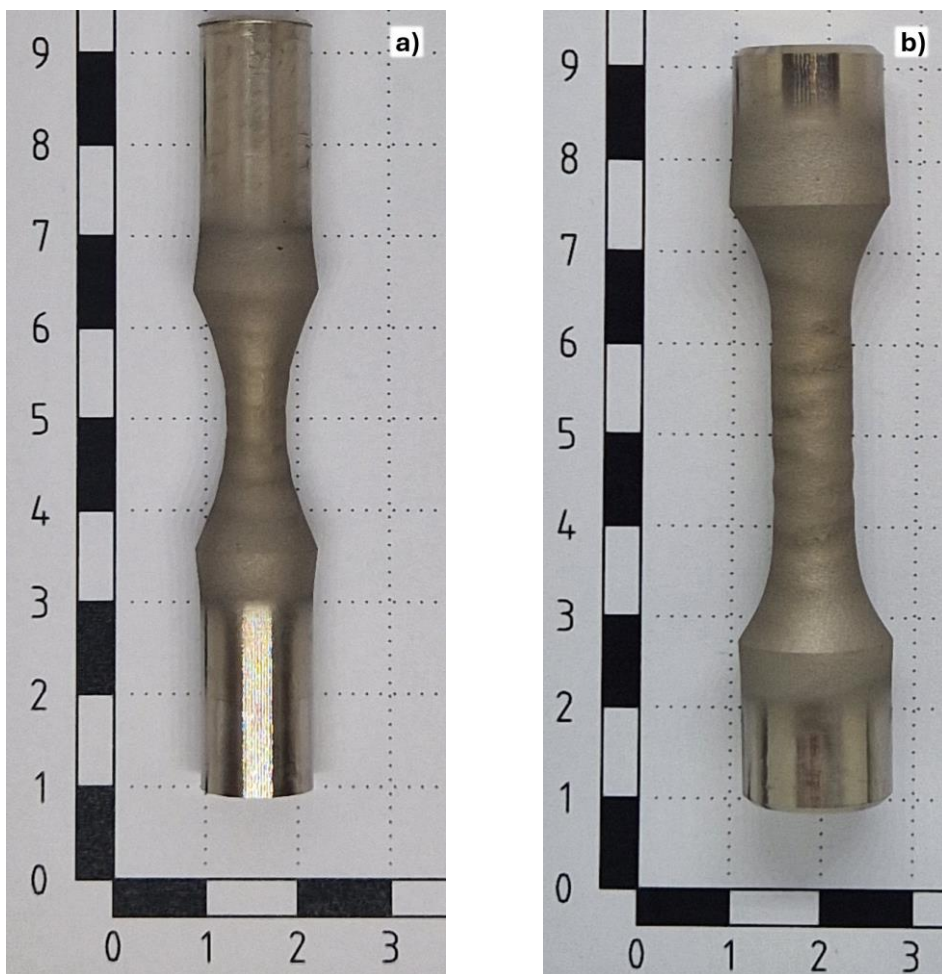
V **tab. 18**, především na hodnotách R_v můžeme pozorovat rozdíl mezi obráběním a následným leštěním rounem nebo broušením, kdy právě díky broušení jsou tyto hodnoty nižší a povrch tak vhodnější pro tento druh testování. Pomocí obrábění a broušení rotačních vzorků vyrobených ze slitiny typu Inconel, je velice náročné získat kvalitní povrch ve srovnání s přípravou vzorků plochých.

Tab. 18: Profilová drsnost jednotlivých stavů těles pro únavové testování

Char.\Vz.	RBC – Před depozicí, RBK	RBC – Před testováním	PPC – Před depozicí	PPC – Před testováním
Ra [μm]	0,36	0,27	0,37	0,19
Rq [μm]	0,46	0,34	0,50	0,23
Rp [μm]	1,12	0,74	0,98	0,63
Rv [μm]	1,56	1,33	2,08	0,78
Rz [μm]	2,68	2,07	3,06	1,41

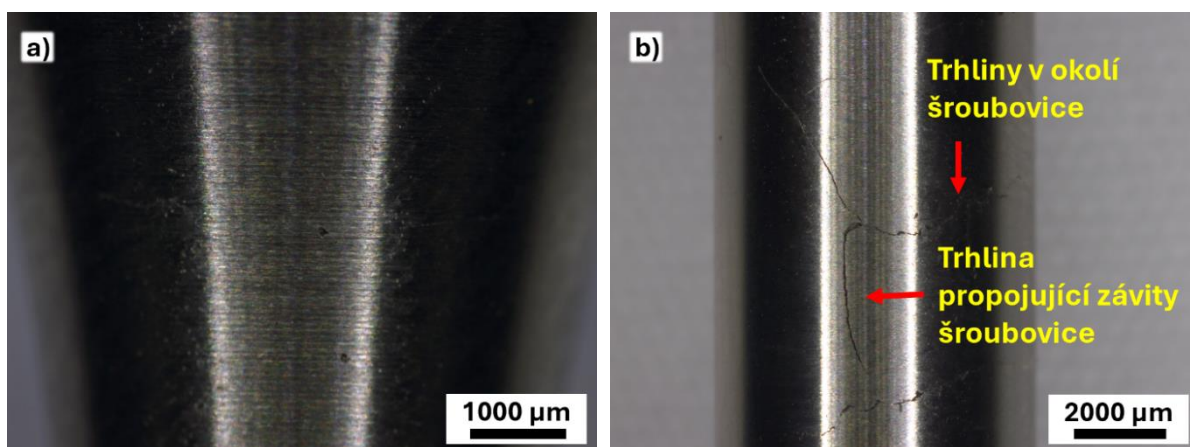
Nástříky na únavová tělesa byly připraveny z prášku Y, a to pomocí parametrů, které se téměř shodovaly se sadou A3 (**tab. 10**). Nižší otáčky disku podavače ve srovnání se sadou A4 byly zvoleny z důvodu časové náročnosti depozice těles, způsobené nízkou depoziční efektivitou, kdy hrozilo ucpání trysky. To dále mohlo vést ke snížené kvalitě nástřiků a plýtvání jak pracovním plynem, tak práškem. Vzhledem k tomu, že depozice probíhala v konfiguraci, kdy těleso rotovalo rychlostí 240 ot./min, byla zvolena odlišná SS (10 mm/s). Předehřev substrátů sestával z 10 přejezdů a tvorba nástřiku z minimálně 80 vrstev, přičemž celková průměrná DE měla hodnotu ~6,8 %.

Ačkoliv proběhla optimalizace depozice na rotační součásti, výsledné nástříky vykazovaly vnitřní defekty, které se podařilo eliminovat pouze částečně. Na **obr. 72** můžeme pozorovat tělesa ve stavu po depozici. Na povrchu je možné sledovat šroubovice, které jsou důsledkem pohybu trysky a rotace tělesa při depozici, a právě v jejich blízkosti docházelo ke kumulaci vad. Konkrétně se jedná o místa, kde dochází k překryvu okrajů ohniska depozice s další deponovanou vrstvou. Okraje ohniska jsou charakteristické nižší rychlostí částic, tudíž se zde mohou vyskytovat vady, které se při broušení mohou propojovat a vytvářet tak trhliny (**obr. 73**).



Obr. 72: Snímky únavových těles po depozici: a) těleso RBC, b) těleso PPC.

V některých případech je po broušení možné najít na povrchu tělesa pouze drobné vady jako chybějící aglomeráty splatů s nízkou kohezní pevností nebo drobnou porozitu, která se nacházela právě v okolí šroubovice a byla broušením odhalena (**obr. 73a**). V horších případech je možné po broušení nalézt trhliny, které vznikly propojením většího množství vad přítomných právě v oblastech kudy šroubovice vedla. Během procesu přípravy a obzvláště testování mohlo docházet k šíření trhlín v nástřiku a jejich propojování mezi závitů šroubovice (**obr. 73b**).

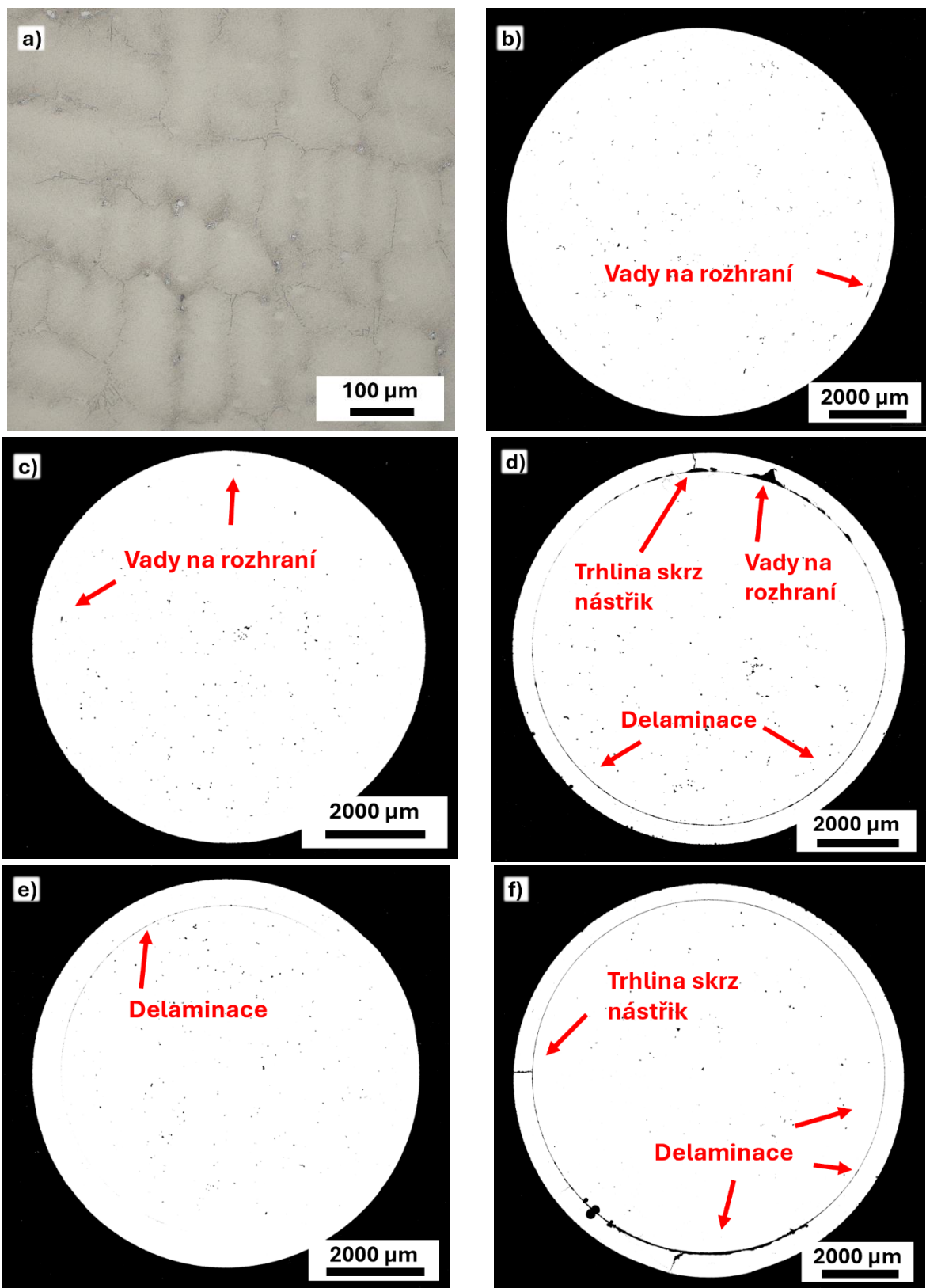


Obr. 73: Detaily povrchu po broušení: a) těleso RBC6, b) PPC10.

Přehledové snímky pořízené pomocí světelné mikroskopie na metalografických výbrusech reprezentativních těles můžeme pozorovat na **obr. 74b-f**. Výbrus tělesa RBC2 (**obr. 74b**) nemohl být připraven z nejužšího místa vzorku přesýpacích hodin, proto tloušťka jeho nástriku nekoreluje s daty v **tab. 20**. Hodnoty tloušťek nástriku byly dopočítány z rozdílu mezi tloušťkou tělesa před únavovým testováním a před CS depozicí. Tloušťka nástriků na vzorcích PPC mohla být díky měrné oblasti o konstantní tloušťce efektivně měřena na reprezentativních vzorcích, přičemž na ostatních byla také dopočítána.

Jak již bylo zmíněno, adhezní pevnost je jednou z nejdůležitějších vlastností systému substrát/nástrih. Z metalografické analýzy únavových těles po testování však není možné s jistotou říci, kdy k adheznímu poškození došlo. Na základě předchozích zkušeností s optimalizací procesu depozice na rotační substráty a výsledků únavových zkoušek můžeme odvodit následující: i) nástrih obsahuje buď porozitu nebo trhliny, které se mohou již při obrábění a broušení šířit (**obr. 73**), ii) rozhraní substrát/nástrih obsahuje minimálně malé množství nespojitostí (**obr. 74b-f**), iii) nástrih v as-sprayed stavu je relativně křehký, iv) během únavového testování bude docházet k šíření a propojování trhlin a může docházet k adheznímu poškození již během prvních zátěžných cyklů. Na přehledových snímcích **obr. 74b-f** můžeme pozorovat jak nespojitosti na rozhraní (delaminace), vady na rozhraní, tak právě trhliny skrz celý nástrih. V některých případech je však kvalita rozhraní tak vysoká, že není možné rozhraní snadno rozpoznat.

Tvrdost nástriku na vzorku RBC1 dosáhla nového maxima ze všech deponovaných nástriků. Hodnota tvrdosti se vyšplhala na 808 ± 24 HV1, což může být opět vysvětleno velice výrazným hammering efektem a vysokou tvrdostí substrátu. Celková doba depozice každého vzorku sady RBC byla dlouhá (45 s přehřev a min. 6 minut depozice), což spolu s rotačním pohybem těles napomohlo výraznému vlivu hammering efektu a nárůstu tvrdosti, a to i ve srovnání se sadou A2 a A3. V případě depozice sad PPC byla doba přehřevu 55 s a depozice minimálně 7 minut. Teplota substrátů dosahovala ve všech případech hodnot kolem 150 °C. Lze tedy předpokládat, že podobnou tvrdostí jako RBC1 se vyznačovaly i vzorky ze sady PPC. Jejich tvrdost byla ale měřena až po únavovém testování. Vzorek PPC3 testovaný za teploty 800 °C dosahoval tvrdosti 774 ± 9 HV1 a vzorek PPC2 testovaný za teploty 950 °C tvrdosti 543 ± 12 HV1.

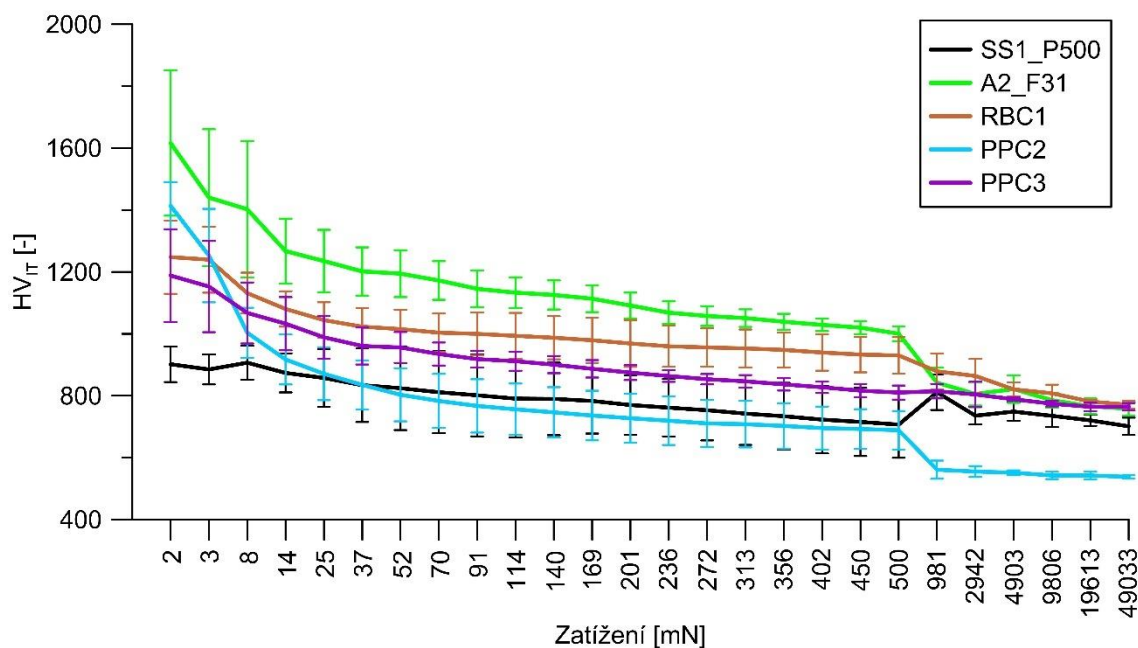


Obr. 74: Snímky únavových těles (SM): a) mikrostruktura substrátu pro únavové testování, b) těleso RBC2, c) těleso PPC3, d) těleso PPC10, e) těleso PPC2, f) těleso PPC9.

Na reprezentativních vzorcích po únavových zkouškách byly provedeny instrumentované zkoušky tvrdosti s cílem odhalit případné odlišnosti v chování. Z hlediska Youngova modulu pružnosti nedošlo jak u substrátů, tak nástřiků k dramatickým změnám. Teplota při testu a doba jejímu vystavení spolu se zatížením neměly dostatečně velký vliv na změnu tvrdosti substrátů, zatímco v případě nástřiků k poklesům došlo (**obr. 75**). Hodnoty tvrdosti vzorku PPC2 vystavenému teplotě 950 °C poklesly pod hodnotu vzorku SS1_P500 již při nízkých zatíženích. V případě vzorku PPC3 byla ve srovnání se vzorkem A2_F31 naměřena nižší tvrdost také již při nízkých zatíženích. Při měření s vyšším zatížením než 100 g (HV0,1), dle Vickerse, nástřik PPC3 dosahoval téměř shodné hodnoty tvrdosti jako vzorek A2_F31. Podobný trend měl i vzorek RBC1 testovaný za pokojové teploty, zde ale nemohlo působením tepla dojít ke statické rekrytalizaci ani výrazné relaxaci napětí a vzorek tak při měření tvrdosti dle Vickerse vykazoval hodnoty vyšší než A2_F31 (**obr. 75**).

S nárůstem teploty je tedy možné sledovat pokles tvrdosti způsobený relaxací napětí a anihilací dislokací, zotavením a rekrytalizací mikrostruktury. XRD fázová analýza neodhalila v případě vzorků PPC3 a PPC2 jakoukoliv fázovou transformaci. Došlo pouze ke zvýšení velikosti krystalitů na hodnoty 444 a 1006 Å, což může korelovat právě s tak dramatickým poklesem tvrdosti v případě PPC2. I přesto je ale nástřik charakteristický vyšší tvrdostí než konvenčně vyrobený IN713LC.

Substráty vzorků RBC1, PPC3 a PPC2, které byly během testování vystaveny teplotě pokojové, 800 °C a 950 °C, dosahovaly téměř totožné hodnoty elastické práce (22 až 60 %) ve srovnání se substrátem IN713LC použitým pro zkoušky adhezní pevnosti (28 až 56 %). Z hlediska podílu elastické práce zde můžeme pozorovat stejný trend jako v případě ostatních nástřiků měřených v módu CMC. Vzorek RBC1 dosahující nejvyšší tvrdost vykazoval podíl elastické práce velice podobný vzorku A2_F31 (44 až 72 %), a to 40 až 73 %, zatímco u nástřiků, které byly testovány za 800 a 950 °C, docházelo k postupnému poklesu rozsahu. Jmenovitě PPC3 se vyznačoval rozsahem 37 až 69 % a PPC2 vystaven teplotě 950 °C zaznamenal dramatický pokles tvrdosti a vykazoval rozsah 37 až 67 %. Závislost mezi podílem elastické práce a tvrdostí je jasná a bezpečně reflektuje objevený trend. Číselné vyhodnocování změn tvrdosti v závislosti na její procentuální změně nedává z hlediska výpovědní hodnoty smysl.



Obr. 75: Graf závislosti tvrdosti vybraných nástřiků na zatížení.

Polotovary jak pro výrobu substrátů pro depozici (RBC, PPC), tak pro sadu RBK, která byla podrobena testování v režimu ohybu za rotace, byly vyrobeny ze stejné tavby, mají tudíž stejné chemické složení odpovídající slitině IN713LC i mechanické a únavové vlastnosti. Sada RBK byla vyrobena a otestována z důvodu neexistence vhodných dat pro srovnání sady RBC s konvenčně vyrobenými tělesy. Výsledky únavového testování konvenční sady jsou uvedeny v **tab. 19**. Jak je možné vidět na **obr.76**, testování probíhalo v rozsahu amplitudy napětí od 200 do 450 MPa. Při amplitudách 200 a 250 MPa je možné nalézt jeden vzorek, který vydržel 10^7 cyklů a neporušil se (označen jako run-out).

Tab. 19: Přehled konvenčních těles pro únavové testování v režimu ohybu za rotace

Char.\Vz.	RBK1	RBK2	RBK3	RBK4	RBK5	RBK6	RBK7	RBK8	RBK9
Průměr tělesa [mm]	6,180	6,163	6,180	6,165	6,155	6,123	6,185	6,155	6,155
Amplituda napětí [MPa]	450	250	350	300	200	250	300	250	300
Počet cyklů do lomu [-]	323656	3159522	822799	2238141	Run-out	1767019	1639540	Run-out	6987968

Z důvodu přítomnosti trhlin v nástřiku a snaze o jejich odbroušení při přípravě těles pro únavové testování (**obr. 73**), došlo k tomu, že tělesa nevykazují identický průměr a tloušťku nástřiku. V některých případech byla tělesa zbavena nástřiku, a ten byl deponován znovu, proto ani průměr substrátů není vždy identický (**tab. 20, 22, 23**).

Na základě provedených únavových testů (**tab. 19 a 20**) byly sestrojeny Wöhlerovy křivky pro sady RBK, RBC (**obr. 76**). Sada RBC obsahující CS nástřiky je charakteristická posunem Wöhlerovy křivky k nižším hodnotám cyklů do lomu, a to i přes snížení rozsahu amplitudy napětí.

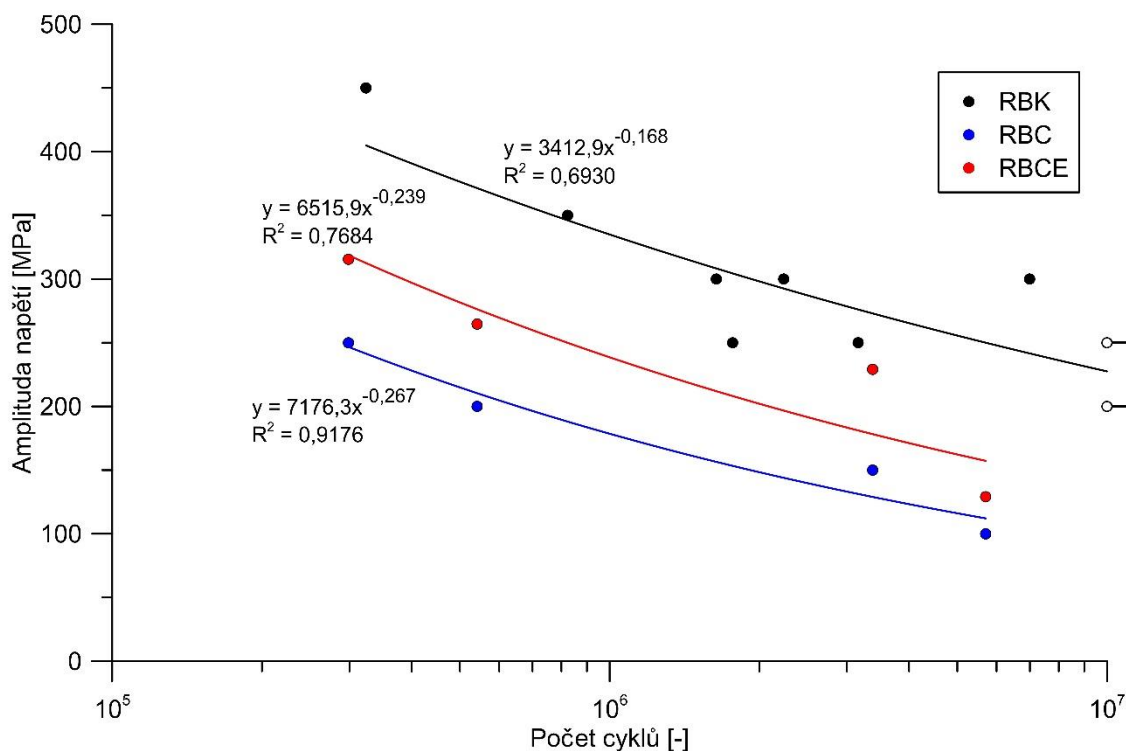
Tab. 20: Přehled těles s CS nástřikem pro únavové testování v režimu ohybu za rotace

Char.\Vz.	RBC1	RBC2	RBC6	RBC7
Průměr substrátu [mm]	3,95	4,10	4,03	3,93
Průměr tělesa [mm]	5,488	5,900	5,473	5,423
Tloušťka nástřiku [μm]	~770	~900	~735	~750
Amplituda napětí [MPa]	200	150	250	100
Počet cyklů do lomu [-]	541697	3379313	298600	5702541
Ekvivalentní napětí [MPa]	265	229	315	129
Porozita [%]	0,16 ± 0,08	0,19 ± 0,03	0,17 ± 0,02	0,25 ± 0,05

Na základě těchto výsledků byla odvozena sada RBCE, pro kterou bylo vypočítáno efektivní napětí za předpokladu, že by únavovému testování byl podroben pouze substrát vzorků sady RBC, tedy tělesa o původním průměru bez nástřiků (**tab. 20**). Tím došlo k posuvu Wöhlerovy křivky k vyšším hodnotám amplitudy napětí, tedy mezi sady RBC a RBK. Spolu s tímto posunem se změnil i koeficienty Basquinovy funkce (**tab. 21**), tedy koeficient únavové pevnosti (σ'_f) a exponent únavové životnosti (b) a zároveň také mez únavy (σ_{NC}) vypočtenou pro 10^7 cyklů. Z výsledků únavového testování plyne degradace únavových vlastností substrátu, a to jak s přítomností nástřiku (RBC), tak jeho pouhou depozicí (RBCE).

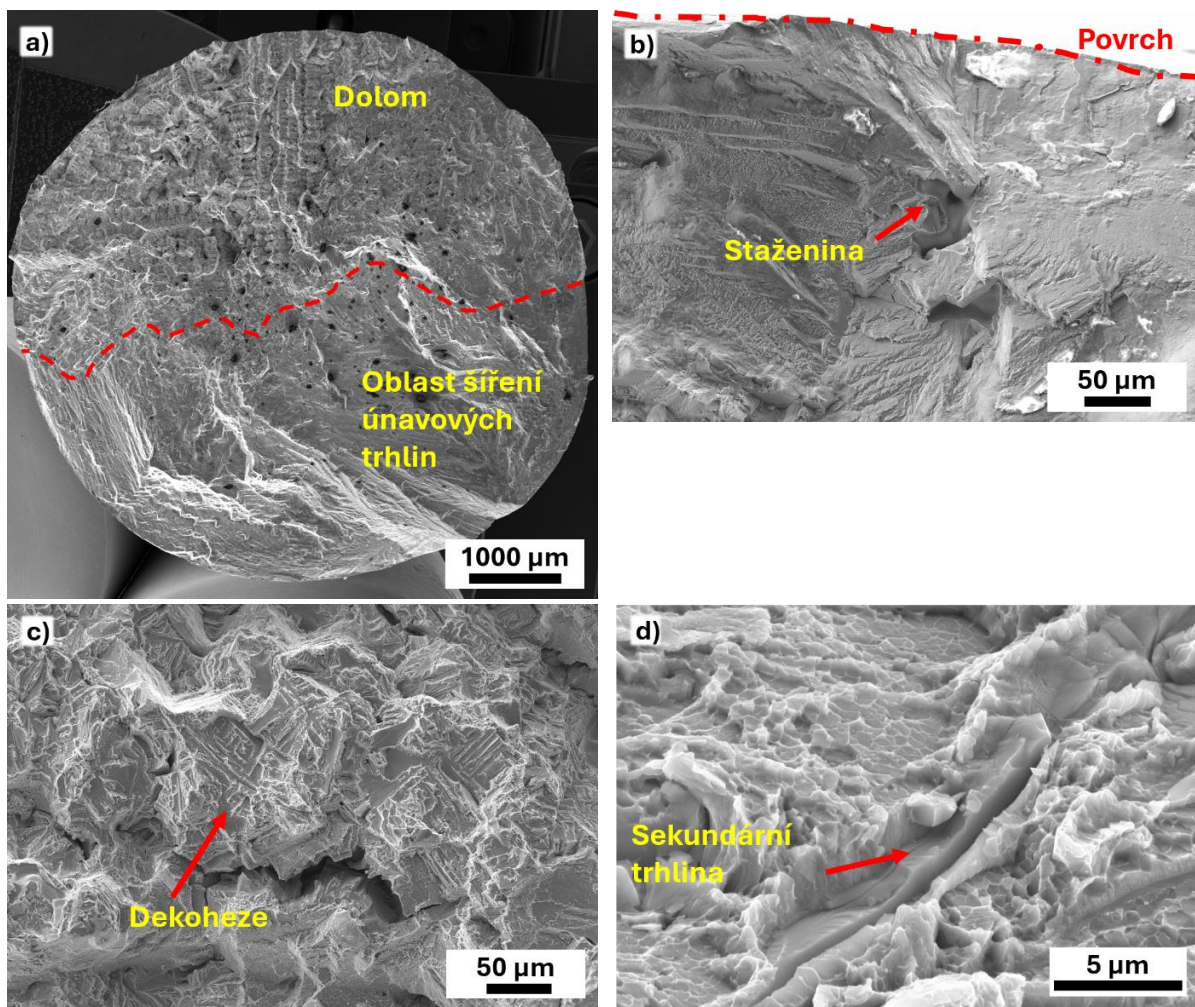
Tab. 21: Basquinovy koeficienty jednotlivých sad vzorků testovaných v režimu ohybu za rotace

Koef./Sada	RBK	RBC	RBCE
σ'_f , koef. únavové pevnosti [MPa]	3834	8635	7690
b , exponent únavové životnosti [-]	-0,168	-0,267	-0,239
σ_{NC} , mez únavy [MPa]	228	97	138



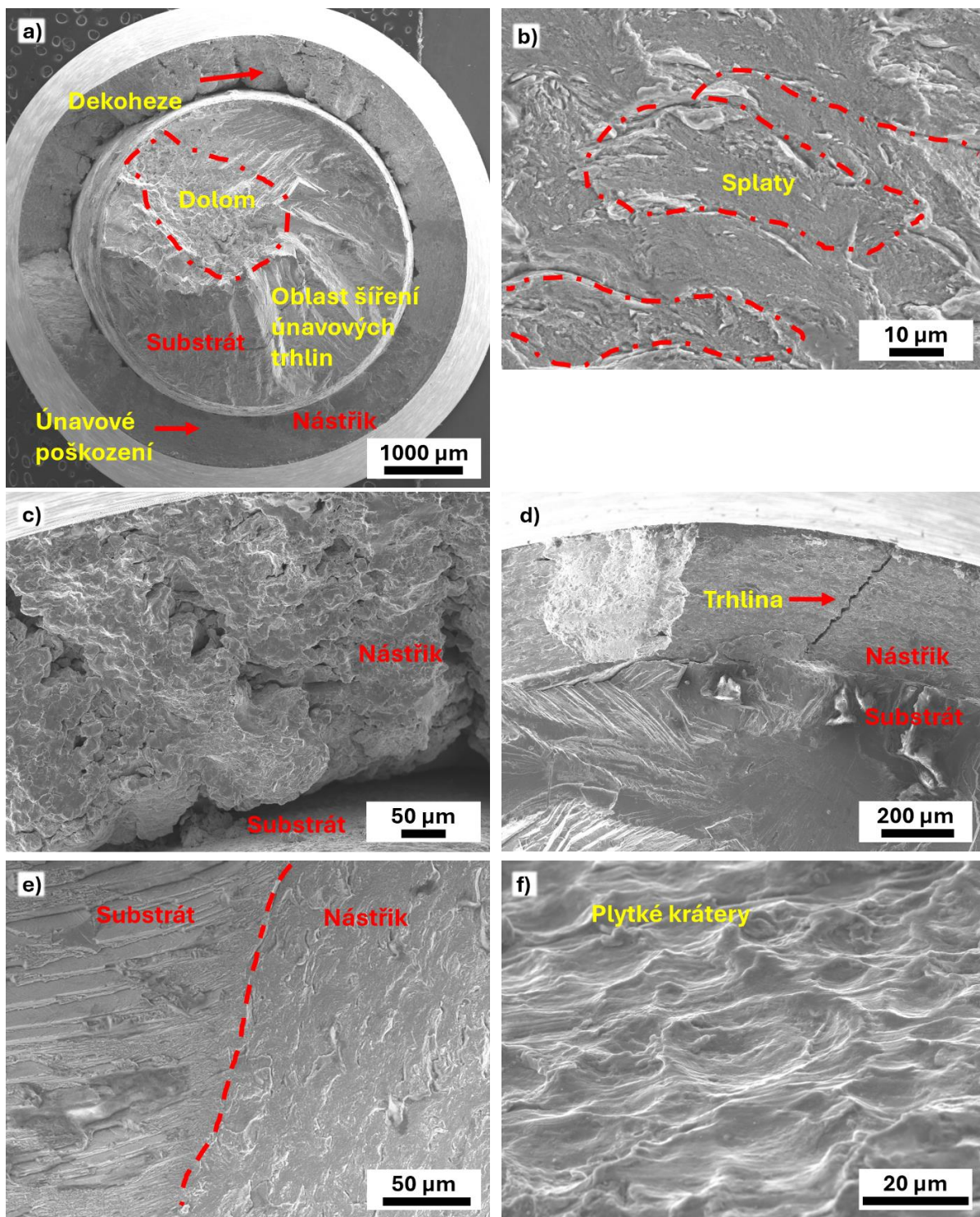
Obr. 76: Wöhlerovy křivky pro únavové testování v režimu ohybu za rotace.

Fraktografická analýza odhalila u sad RBK a RBC testovaných za pokojové teploty vícenásobné iniciace únavových trhlin. Tato skutečnost pravděpodobně nastala z důvodu testování za pokojové teploty, kdy IN713LC není tak houževnatý jako za vysokých teplot, kde jsou součásti běžně provozovány a také přítomností mikrostrukturních vad (staženin) v blízkosti povrchu těles (**obr. 77b**). V případě vzorku RBK1 je oblast dolomu relativně velká, a to z důvodu vystavení nejvyšší amplitudě napětí a krátkého únavového života. Na lomové ploše je možné v oblasti krystalografického šíření únavových trhlin pozorovat fazety vycházející z iniciačních míst. Především v oblasti dolomu můžeme pozorovat specifický jev, označovaný jako dekoheze na karbidech typu MC (v případě IN713LC NbC), které mají tvar látek nebo lamel. Tato morfologie je pojmenována jako tzv. čínské písmo (**obr. 77c**) [173]. V případě materiálu IN713LC se jedná o charakteristické chování, podobně jako tvorba sekundárních trhlin v křehkých karbidech (**obr. 77d**). Se snižováním amplitudy napětí rostl počet cyklů do lomu a také plocha, která byla charakteristická šířením únavových trhlin, a to právě na úkor plochy dolomu.



Obr. 77: Fraktografie únavových těles sady RBK (SEM, SE): a) Přehledový snímek vzorku RBK1, b) staženina v blízkosti povrchu vzorku RBK1, c) karbidy typu MC, tzv. čínské písmo, d) sekundární trhliny v karbidech vzorku RBK2.

V případě vzorku RBC1 odhalila fraktografická analýza dramaticky menší oblast dolomu způsobenou testováním při nižší amplitudě napětí. Na lomové ploše nástřiku, který nedokonale obepíná substrát, můžeme pozorovat dvě odlišné morfologie. **Obr. 78b** ukazuje detail lomové plochy a naznačuje hranice splatů. V této oblasti, popsané jako oblast únavového poškození nástřiku se trhлина šíří skrz splaty (částice). V literatuře se tento mechanismus šíření označuje jako „*transparticular*“ [174]. Druhý mechanismus poškození, který je možné na lomových plochách nástřiků pozorovat, reprezentuje **obr. 78c**, kde jasně vidíme poškození po hranicích splatů („*interparticular*“), tudíž dekohezi což nepovažujeme za únavové poškození [174]. Únavové poškození nástřiku je charakteristické lomovou plochou s velice nízkou členitostí, zatímco dekoheze kopíruje hranice splatů a je tudíž reliéfní. **Obr. 78c** dále naznačuje, že minimálně v této oblasti nebyla adhezní pevnost rozhraní substrát/nástřik příliš vysoká. Naopak **obr. 78d** zobrazuje oblast, kde došlo k iniciaci trhliny pravděpodobně na rozhraní substrát/nástřik, trhлина ale pokračovala jak do podpovrchové vrstvy substrátu, tak skrz celou tloušťku nástřiku na jeho povrch.



Obr. 78: Fraktografie únavových těles sady RBC (SEM, SE): a) přehledový snímek vzorku RBC1, b) únavové poškození nástřiku, c) dekoheze nástřiku, d) trhlina v nástřiku a substrátu vzorku RBC2, e) rozhraní substrát/nástřík vzorku RBC7, f) plytké krátery na povrchu substrátu RBC1.

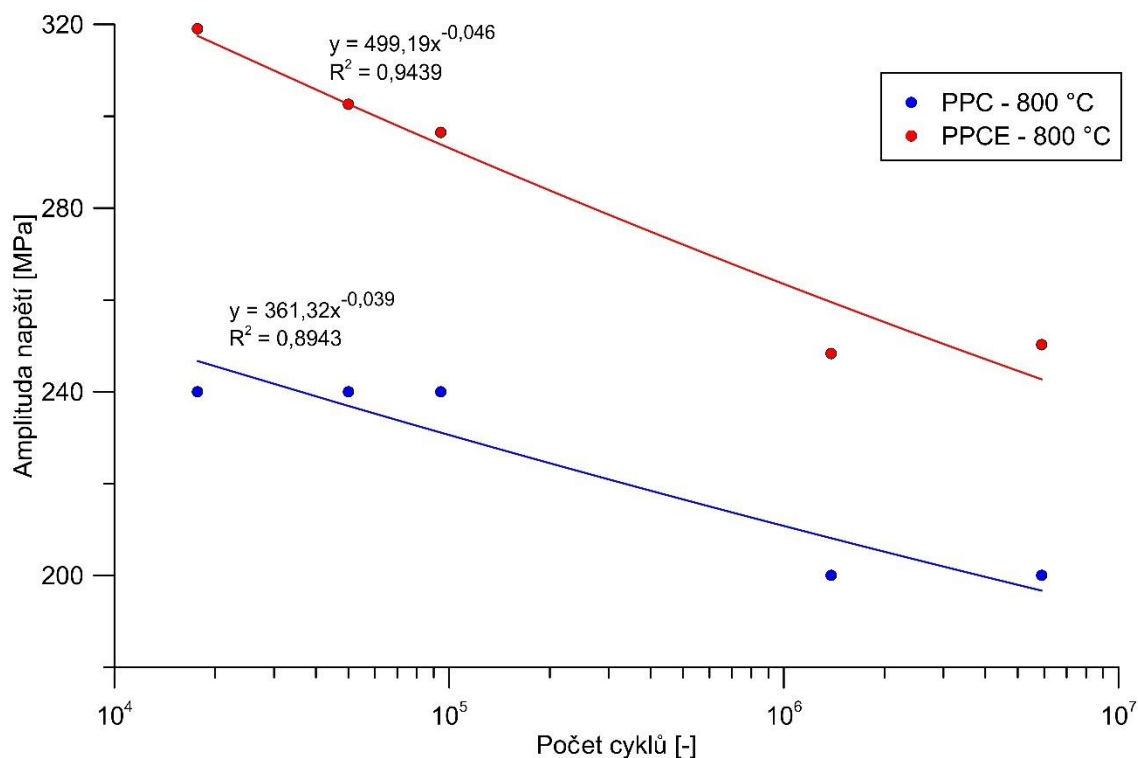
V takovém systému, který je zde předmětem studia, není nejslabším článkem povrch tělesa a vady pod jeho povrchem, na kterých běžně dochází k iniciaci trhlin, ale kvalitní rozhraní substrát/nástřík, kde v tomto případě dochází k iniciaci trhlin. Podpovrchové vady se však nadále chovají jako koncentrátoři napětí a podporují šíření únavových trhlin. Příkladem nekvalitního rozhraní, čehož je trhlina na vzorku RBC2 důkazem, je **obr. 78d**, zatímco příkladem kvalitního rozhraní je **obr. 78e**, zobrazující rozhraní vzorku RBC7, který byl testován při nejnižší amplitudě napětí a dosahoval nejvyšší únavové životnosti. Časté problémy s adhezí pevností a jejich příčinu vyobrazuje detail plochy substrátu na **obr. 78f**, kde můžeme pozorovat velice plytké krátery, které zůstaly po delaminaci nástříku od substrátu pravděpodobně během testování. Krátery nevykazují žádné známky mechanického zámkování, a to z důvodu vysoké tvrdosti substrátu. Také zde nevidíme žádné splaty, jejichž adhezí pevnost se substrátem byla vyšší než kohezí pevnost s dalšími splaty. Na rozdíl od předchozích experimentů, kde substráty disponovaly nižší tvrdostí, zde nebyly nalezeny ani známky jamkové morfologie na okrajích kráterů, což opět značí nízkou adhezí pevnost.

V případě únavového testování v režimu tah-tlak za teploty 800 °C byl pozorovatelný vliv rozdílu tloušťky nástříků a substrátů (**tab. 22**). Na základě předchozího testování byla opět sestrojena Wöhlerova křivka pro situace, kdy substrát neobsahoval nástřík (PPCE - 800 °C). Při porovnání vzorků PPC3, PPC11 a PPC6 můžeme pozorovat nárůst počtu cyklů do lomu s poklesem tloušťky nástříku. Na základě výsledků únavového testování v režimu ohybu za rotace lze předpokládat, že nástřík přenáší napětí jen v omezené míře a dochází tak k únavovému poškození především substrátu. Tuto skutečnost je možné sledovat na přepočtených hodnotách ekvivalentního napětí a posuvu Wöhlerovy křivky. Kdyby nástřík napětí přenášel efektivně, choval by se jako užitečná součást systému a posuv Wöhlerovy křivky by tedy bez jeho přítomnosti nebyl tak výrazný.

Tab. 22: Přehled těles s CS nástříkem pro únavové testování v režimu tah-tlak za teploty 800 °C

Char.\Vz.	PPC3	PPC6	PPC7	PPC10	PPC11
Průměr substrátu [mm]	6,93	7,00	7,00	7,00	7,00
Průměr tělesa [mm]	7,99	7,78	7,80	7,83	7,86
Tloušťka nástříku [μm]	533 ± 15	~390	~400	384 ± 6	~430
Amplituda napětí [MPa]	240	240	200	200	240
Počet cyklů do lomu [-]	17700	94455	1385435	5895000	50000
Ekvivalentní napětí [MPa]	319	296	248	250	303
Porozita [%]	0,22 ± 0,03		0,24 ± 0,04		

Na **obr. 79** si můžeme opět všimnout posuvu křivky k vyšším hodnotám amplitudy napětí (PPCE – 800 °C), což rezultovalo v dosažení vyššího koeficientu únavové pevnosti a meze únavy. Exponent únavové životnosti nepatrně vzrostl, což značí vyšší míru poklesu životnosti s rostoucí amplitudou napětí (**tab. 24**).

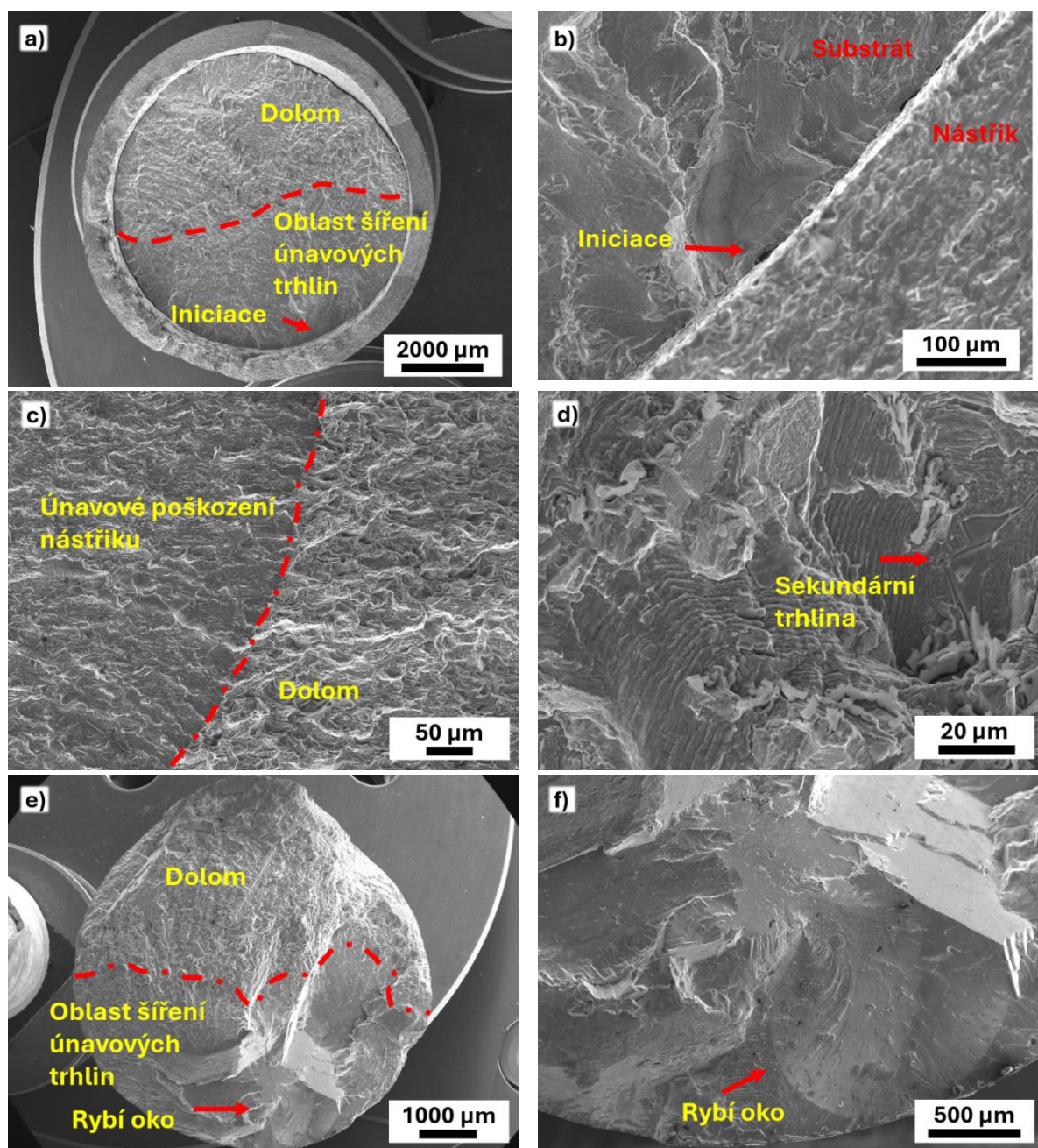


Obr. 79: Wöhlerovy křivky pro únavové testování v režimu tah-tlak při teplotě 800 °C.

Fraktografická analýza vybraných vzorků sady PPC testovaných při teplotě 800 °C odhalila jisté rozdíly mezi vzorky PPC3 a PPC10 (**tab. 22**). První z nich obsahoval nástřík s nejvyšší tloušťkou (~530 μm) a byl zatížen nejvyšší amplitudou napětí (240 MPa) a druhý obsahoval nástřík s nejnižší tloušťkou (~385 μm) a byl vystaven nejnižší amplitudě napětí (200 MPa). Ačkoliv se tyto rozdíly nezdají dramatické, rozdíl v počtu cyklů do lomu dramatický byl (17 700 a 5 895 000). Plocha oblasti šíření únavových trhliny zabírala u vzorků PPC3 a PPC10 ~30 a ~55 % lomové plochy (**obr. 80a,e**). V oblasti dolomu došlo na konci únavového života ke statickému přetížení, které bylo způsobeno postupnou redukcí nosného průřezu v průběhu testování.

Jak již bylo zmíněno, v systému substrát/nástřík je nejslabším článkem rozhraní, což potvrzuje detail iniciace na **obr. 80b**, kde byla iniciačním místem nespojitost na rozhraní pravděpodobně vzniklá při depozici. Jak v případě nástříků v režimu ohybu za rotace za pokojové teploty, tak v režimu tah-tlak při teplotě 800 °C vykazovala lomová plocha nástříku dvě odlišné morfologie. Na **obr. 80c** je možné pozorovat rozhraní mezi plochou oblastí bez výrazného reliéfu vlevo, která je považována za oblast únavového poškození nástříku, a oblast vpravo, která má reliéf výrazný a opět spojený s dekohezí po hranicích splateů. Tato oblast může být stejně jako u substrátu označována jako oblast statického přetížení nástříku nebo jako dolom. V některých případech spolu oblasti únavového poškození jak substrátu, tak nástříku korespondovaly, tedy byly v rámci tělesa na stejné straně, zatímco dolom substrátu a nástříku na straně protější. Nejedná se však o pravidlo (**obr. 78a, 80a, 82a,e**). Oblast nástříku s únavovým poškozením spíše koreluje s oblastí vysoké adhezní pevnosti rozhraní a také kohezní pevnosti samotného nástříku. Ačkoliv vzorek PPC3 dosahoval nejkratší únavové životnosti, bylo na jeho lomové ploše, stejně jako v ostatních případech, možné pozorovat sekundární trhliny v karbidech (**obr. 80d**).

Vzorek PPC10 je svým únavovým chováním specifický. Již metalografická analýza naznačila, že adhezí pevnost rozhraní substrát/nástřík nebude vysoká, jelikož na něm bylo nalezeno velké množství nespojistostí, delaminace a trhliny skrz nástřík. Fraktografická analýza odhalila, že iniciačním místem nebylo tentokrát rozhraní substrát/nástřík, ale vady pod povrchem tělesa. Lomová plocha vykazovala přítomnost rybího oka, které je charakteristické pro slitiny typu Inconel a jeho šíření zaujímá značnou část únavového života. Jeho detail je možné pozorovat na **obr. 80f**.



Obr. 80: Fraktografie únavových těles sady PPC při 800 °C (SEM, SE): a) přehledový snímek vzorku PPC3, b) detail místa iniciace vzorku PPC3, c) změna mechanismu poškození nástříku na vzorku PPC3, d) striace a sekundární trhliny na vzorku PPC3, e) přehledový snímek vzorku PPC10, f) detail rybího oka vzorku PPC10.

Adhezní pevnost rozhraní byla tak nízká, že se vzorek choval tak, jakoby tam rozhraní a nástřík nebyly, což ve výsledku přineslo zlepšení únavových vlastností. Vzorek PPC10 vydržel téměř 5,9 milionu cyklů a na lomové ploše bylo možné pozorovat velké množství striací (**obr. 80d**), zatímco například vzorek PPC7 na stejné amplitudě zatížení s podobně tlustým nástříkem vydržel pouhých 1,4 milionu. Nástřík na vzorku PPC10 nevykazoval téměř žádné známky únavového poškození. Nástřík se delaminoval pravděpodobně po několika zátěžných cyklech a poté došlo k jeho dekohezi podél šroubovice vzniklé při depozici a vad přítomných v této oblasti (**obr. 72, 73**).

Teplota 950 °C je pro použití slitiny IN713LC již hraniční a její únavové vlastnosti jsou řízeny spíše její teplotní stabilitou. Proto nemůžeme v **tab. 24** pozorovat výraznější nárůst meze únavy u sady PPCE – 950 °C. V případě vzorků PPC1, PPC2 a PPC4 můžeme pozorovat, že nástřík o tloušťce ~500 až 600 µm výrazně zhoršil únavové vlastnosti (**tab. 23**). Ve srovnání s nimi dosahují vzorky PPC8 a PPC9 s nižší tloušťkou nástříku násobně vyšších počtů cyklů do lomu, a to při testování na vyšších amplitudách napětí. Kvůli dramaticky odlišnému chování vzorků nebylo možné použít je pro konstrukci jedné Wöhlerovy křivky.

Tab. 23: Přehled těles s CS nástříkem pro únavové testování v režimu tah-tlak za teploty 950 °C

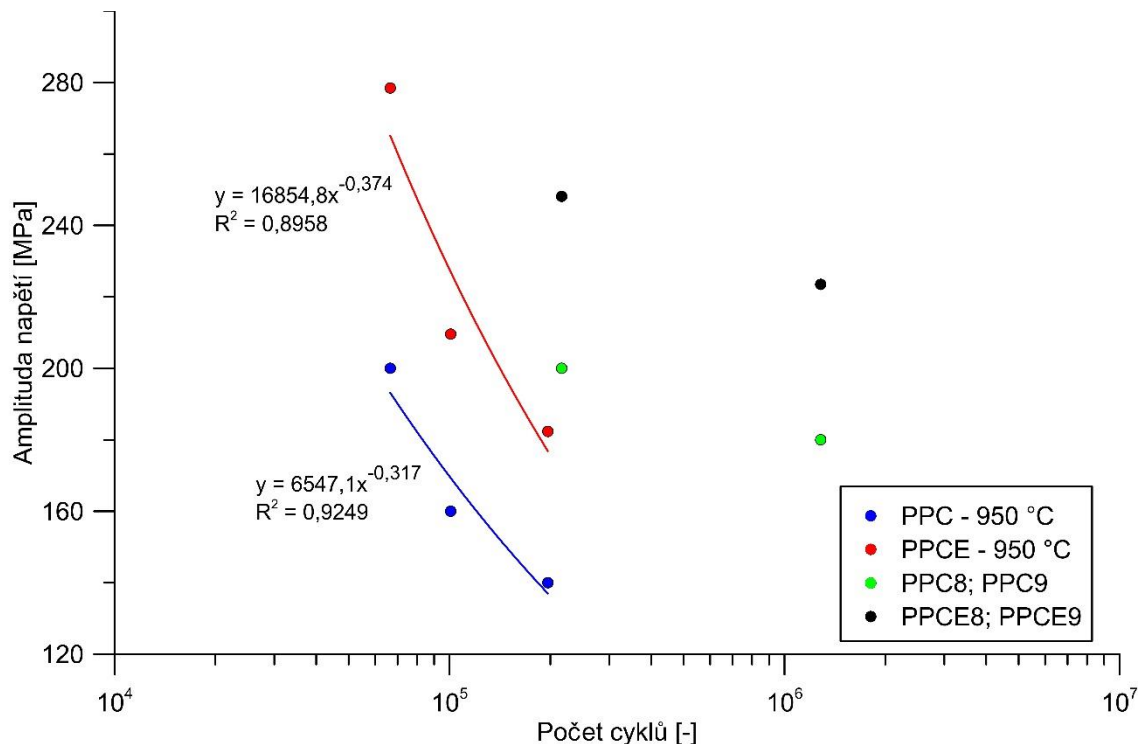
Char.\Vz.	PPC1	PPC2	PPC4	PPC8	PPC9
Průměr substrátu [mm]	7,01	6,78	6,99	7,00	7,03
Průměr tělesa [mm]	8,00	8,00	8,00	7,80	7,83
Tloušťka nástříku [µm]	~495	608 ± 35	~505	~400	383 ± 60
Amplituda napětí [MPa]	140	200	160	180	200
Počet cyklů do lomu [-]	196538	66555	100833	1282000	216347
Ekvivalentní napětí [MPa]	182	278	210	223	248
Porozita [%]	0,18 ± 0,03		0,27 ± 0,03		

Mez únavy ve srovnání s hodnotami pro testování za teploty 800 °C klesly o ~80 % na hodnotu ~40 MPa (**tab. 23**). Exponent únavové životnosti zaznamenal nárůst záporné hodnoty, což naznačuje významnou míru poklesu únavové životnosti s rostoucí amplitudou napětí (**obr. 81**). Tyto faktory byly negativně ovlivněny především nízkým počtem vzorků pro sestavení Wöhlerovy křivky a výpočet Basquinových koeficientů, i přesto ale orientačně vypovídají o degradaci únavových vlastností. Exponent únavové životnosti by v žádném případě neměl dosahovat tak vysokých záporných hodnot a mez únavy tak nízkých hodnot napětí.

Tab. 24: Basquinovy koeficienty jednotlivých sad vzorků testovaných v režimu ohybu za rotace

Koef./Sada	PPC – 800 °C	PPCE – 800 °C	PPC – 950 °C	PPCE – 950 °C
σ'_f , koef. únavové pevnosti [MPa]	371	515	8156	21843
b, exponent únavové životnosti [-]	-0,039	-0,046	-0,317	-0,374
σ_{NC} , mez únavy [MPa]	193	238	40	41

Pro porovnání počtu cyklů do lomu byly do **obr. 81** zaneseny i vzorky PPC8 a PPC9, jejichž tloušťka nástřiku byla ~400 μm. Jelikož se jedná pouze o 2 vzorky, není možné vytvořit Wöhlerovu křivku, je však ale možné pozorovat výrazné zlepšení únavové životnosti. Nárůst tloušťky vrstvy má na únavové vlastnosti podobně negativní efekt jako v případě únavového testování při teplotě 800 °C.



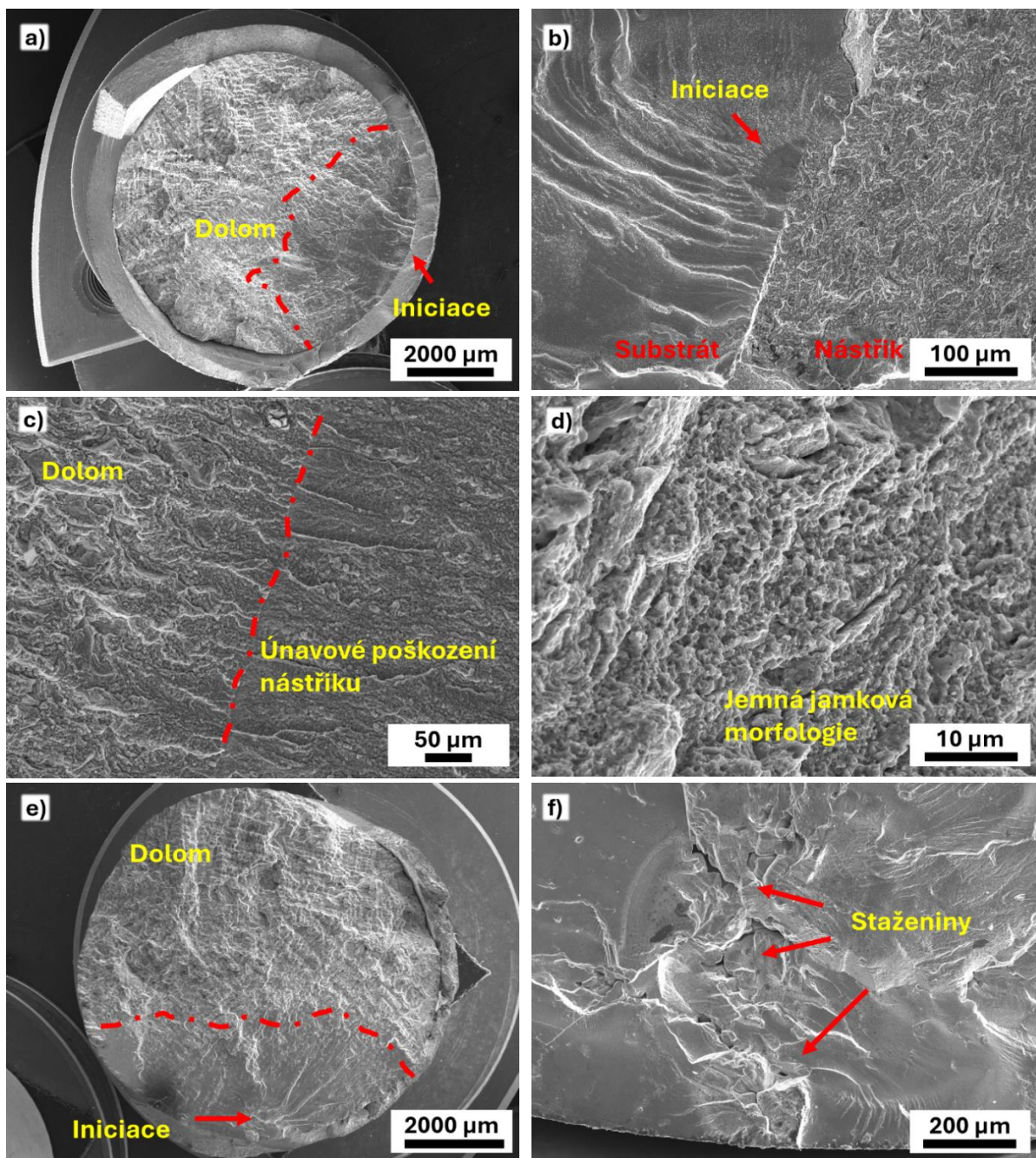
Obr. 81: Wöhlerovy křivky pro únavové testování v režimu tah-tlak při teplotě 950 °C.

Jako reprezentativní vzorky byly opět vybrány ty s nejvyšším a nejnižším počtem cyklů do lomu (tentokrát na shodné amplitudě napětí), což koreluje s tloušťkou nástřiku. Fraktografická analýza vzorku PPC2 podporuje závěry vyvozené z předchozích sad. V horní části vzorku na **obr. 82a** můžeme pozorovat část nástřiku, která byla poškozena podél vad ve šroubovici vzniklé při depozici.

Pokud je rozhraní substrát/nástřík kvalitní, jedná se o ten nejslabší článek systému a na něm dochází k iniciaci trhliny, což je dokumentováno na **obr. 82b**. Dále na snímku vidíme, že pokud je rozhraní kvalitní, dochází tam také k únavovému poškození nástřiku a ten tedy přenáší jistou část zatížení. V oblasti, kde kvalita rozhraní klesá (**obr. 82c**), může docházet ke změně mechanismu poškození nástřiku. Tam je ale možné sledovat jemnou jamkovou morfologii (**obr. 82d**). Ta je v případě CS nástřiků přítomná jak za teplot vysokých, tak v menším množství i za teploty pokojové, což bylo možné pozorovat v rámci scratch testu (**obr. 62c, 64c**) a zkoušek adhezní pevnosti (**obr. 54b, 55b**).

Stejně jako vzorek PPC10 v sadě testované při 800 °C se choval vzorek PPC9 v této sadě při testování na teplotě 950 °C (**obr. 82e**). Již na metalografické analýze byla viditelná delaminace nástřiku, která mohla nastat jak při výrobě, tak při prvních cyklech testování (**obr. 82f**). Důsledkem nízké adhezní pevnosti byla opět změna nejslabšího článku systému z rozhraní substrát/nástřík na vady v blízkosti povrchu substrátu. Místem iniciace v případě vzorku PPC9 byl shluk staženin zachycený na **obr. 82f**. Nástřík opět nevykazoval téměř žádné

známky únavového poškození a k jeho poškození došlo daleko od místa lomu samotného substrátu, proto ani v jednom z případů není nástřík na přehledovém snímku vidět zdaleka celý (obr. 80e, 82e).



Obr. 82: Fraktografie únavových těles sady PPC při 950 °C (SEM, SE):
a) přehledový snímek vzorku PPC2, b) detail místa iniciace na vzorku PPC2, c) změna mechanismu poškození nástříku, d) jamková morfologie v oblasti dolomu nástříku, e) přehledový snímek vzorku PPC9, f) místo iniciace na vzorku PPC9.

Diskuse ke zkouškám únavových vlastností

Snížení hodnoty DE ve srovnání se sériemi A3 a A4 nastalo důsledkem především vyšší tvrdosti substrátu a technologické náročnosti depozice na rotační substráty. Ohnisko, ve kterém dopadají částice na substrát, je při SD 30 mm větší než nejmenší průměr tělesa RBC, tudíž některé částice na substrát reálně nedopadají. Ačkoliv je tím snížen vliv hammering efektu, částečnou výhodou může být to, že částice s nejvyšší rychlostí se nacházejí uprostřed ohniska a na substrát dopadají. Negativním vlivem je také vysoký počet vzorků a časté vypínání a zapínání podavače prášku, a tak zvýšená míra přestřiků, které nelze v rámci metodiky spočítat a odstranit. Největším problémem se však ukázalo být nalezení osy otáčení rotačního tělesa a sjednocení s pohybem trysky. Pokud totiž částice dopadají na povrch pod výrazněji odlišným úhlem, dochází k dalšímu dramatickému snížení DE, tvorbě „puchýřů“ na povrchu a snížení kvality nástřiku.

Fraktografická analýza odhalila následující fakta:

- Pokud je adhezní pevnost rozhraní substrát/nástřik dostatečná, je nejslabším článkem systému právě toto rozhraní a zde dochází k iniciaci trhlin (**obr. 80b**).
- Pokud k iniciaci trhlin dochází na rozhraní, v nástřiku v okolí místa iniciace dochází k únavovému poškození, které je charakteristické lomovou plochou bez výrazného reliéfu. Je zde možné rozpoznat jednotlivé splaty či jejich hranice, poškození se však šíří skrz splaty, a ne po jejich hranicích (**obr. 78b**).
- K dekohezi po hranicích splatů dochází v oblasti, kde je buď nízká adhezní pevnost rozhraní nebo kohezní pevnost samotného nástřiku. Po obvodu většiny vzorků, jak v režimu ohybu za rotace, tak v režimu tah-tlak, je možné pozorovat dva přechody mezi mechanismy poškození nástřiku, kterými jsou únavové poškození a statické přetížení neboli dolom.
- Pokud vzorek nevykazuje kvalitní rozhraní a bude tedy docházet k iniciaci trhliny na vadách pod jeho povrchem (staženiny) [175], povede to k lepší únavové životnosti než v případě dobré adhezní pevnosti a kvality rozhraní. Toto je možné jasně pozorovat na vzorcích PPC9 a PPC10.

Z porovnání sad RBK, RBC a RBCE plyne, že za pokojové teploty v režimu ohybu za rotace má přítomnost nástřiku na vzorku negativní vliv na hodnoty Basquinových koeficientů a meze únavy. Pokud je brán v potaz pouze substrát bez nástřiku (sada RBCE), ani po citelném nárůstu jak Basquinových koeficientů, tak meze únavy stále není dosaženo hodnot, kterých dosahují konvenčně vyrobené vzorky IN713LC ze stejné tavby. Vzhledem k tomu, že únavové testování vzorků za vyšších teplot vykazovalo v případě teploty 800 °C lepších výsledků, lze odvodit následující hypotézy pro budoucí testování. Čím vyšší bude poměr materiálu substrátu vůči materiálu nástřiku, tím méně bude přítomnost nástřiku degradovat únavovou životnost tělesa. Vzhledem k tomu, že jsou nástřiky v as-sprayed stavu relativně křehké, nabízí se použití TZ (HIP), které by mělo podpořit jak zvýšení adhezní pevnosti rozhraní substrát/nástřik a kohezní pevnosti samotného nástřiku, tak navrátit nástřiku plasticitu, která byla při depozici z velké míry vyčerpána.

Sada PPC testovaná při teplotě 800 °C dosahuje dramatického zlepšení. Pokud jsou brány v potaz vzorky s nástřikem, mez únavy je o ~30 MPa nižší než v případě konvenčních vzorků IN713LC stejné tavby (hodnoty nejsou uvedeny ve výsledcích). Pozitivem je, že exponent únavové životnosti vykazuje nižší zápornou hodnotu, tudíž míra poklesu počtu cyklů do lomu s nárůstem amplitudy klesla. Série PPCE – 800 °C také dosahuje nižší záporné hodnoty exponentu únavové životnosti, ale také vyšší meze únavy než konvenčně vyrobené vzorky ze stejné tavby, a to přibližně o 15 MPa. Důvodem těchto zlepšení jsou pravděpodobně tlaková napětí, která do jisté míry zpomalují šíření trhlin v blízkosti rozhraní substrát/nástřik. Je však důležité říci, že koeficient únavové pevnosti je v obou případech menší a všechna tělesa byla testována na nižších amplitudách napětí než konvenčně vyrobené vzorky. Tato sada však jako jediná vykazuje alespoň částečné zlepšení a potenciál pro další výzkum a vývoj.

Vzorky PPC1, PPC2 a PPC4 testované při teplotě 950 °C dosahovaly zdaleka nejhorších únavových vlastností. Hlavními faktory byly vysoká teplota testování, kdy důležitým faktorem je teplotní stabilita samotné slitiny, která v případě CS nástřiku logicky absentuje. Dalším faktorem byla tloušťka nástřiku ve srovnání se substrátem, kdy vzorky PPC8 a PPC9 s nižší tloušťkou ~400 µm dosahovaly hodnot blízkých konvenčně vyrobeným tělesům ze stejné tavby. Jedná se však o pouhé dva vzorky, a tak nyní není možné tuto hypotézu více podložit.

Z únavového testování lze tedy usuzovat, že kvalita rozhraní substrát/nástřik a tloušťka nástřiků v relaci s tloušťkou substrátu jsou velice důležitými vlastnostmi a parametry, které je třeba dále studovat. Byl také nalezen parciální důkaz o tom, že tlaková napětí, která jsou inherentně přítomná ve vzorku po CS depozici mohou mít pozitivní vliv na mez únavy a exponent únavové životnosti.

Ghelichi et al. [176] zkoumali ve své práci depozici čistého hliníku a slitiny AA7075 a její vliv na únavové vlastnosti systému s rozhraním. Jedním z nejdůležitějších faktorů, jsou dle nich depoziční parametry, které buď vedou k úspěšné depozici a potenciálnímu zlepšení únavových vlastností, anebo delaminaci nástřiku. Adhezní pevnost rozhraní je velice důležitá, a pokud dochází k mechanickému zámkování, může docházet k efektivnějšímu přenosu zatížení, což zvyšuje únavovou životnost celého systému. V případě depozice čistého hliníku na AA5052 došlo v průběhu testování k delaminaci nástřiku, i přesto ale tyto vzorky vykazovaly vyšší mez únavy. Tato skutečnost byla přičítána působení tlakových zbytkových napětí, které byly v průběhu depozice indukovány v systému substrát/nástřik, a to i přes to, že po delaminaci nástřiku došlo k jejich redistribuci. Fraktografická analýza odhalila, že nástřik AA7075 na AA5052, jehož rozhraní nebylo díky jeho vysoké kvalitě téměř možné rozeznat, disponoval velice jemnou morfologií na lomové ploše. Její vzhled silně připomínal oblasti únavového poškození nástřiku, které byly analyzovány v této práci. Naopak nástřik čistého hliníku na AA5052, který prošel delaminací vykazoval lomovou plochu reliéfní, kdy byl reliéf tvořen hranicemi splatů, po kterých stejně jako v této práci, došlo k porušení.

Jak vyplývá z dostupné literatury i výsledků této práce, existují případy a kombinace materiálů, kdy CS nástřik zvyšuje, ale také degraduje únavovou životnost součástí. Podobně jako v případě otěruvzdornosti a odolnosti vůči opotřebení, stěžejní vlastností systému substrát/nástřik je adhezní pevnost a kvalita rozhraní. V návaznosti na ni je hlavním benefitem technologie CS, podobně jako v případě kuličkování nebo nitridování, přítomnost tlakových

napětí, které dokážou efektivně zvyšovat únavovou životnost díky působení proti šíření únavových trhlin a prodlužovat tak tuto fázi. Dalším důležitým faktorem je tloušťka nástřiku, protože její nárůst dramaticky ovlivňuje jak adhezní pevnost, tak často také únavovou životnost, a to v obou případech negativně. Posledním důležitým faktorem, který má smysl v relaci s provedenými experimenty zmínit, je kvalita samotného nástřiku. Často dochází v průběhu únavového testování ke koheznímu poškození nástřiku, a to specificky buď na rozhraní jednotlivých vrstev, anebo jiných vadách, které jsou inherentně přítomny. V našem případě se jednalo o šroubovici způsobenou synergií rotací tělesa a rychlosti pohybu trysky, což zapříčinilo kohezní poškození nástřiků i přes relativně nízkou porozitu [129, 130, 176, 177].

5 ZÁVĚR

Předložená práce byla komplexní, zahrnující jak teoretické, tak experimentální aspekty s důrazem na jasnost výsledků. Záměrné opakování klíčových informací v prezentaci výsledků a diskusi sloužilo k zdůraznění jejich důležitosti. Při popisu složitých témat byl zvolen přístup, který zjednodušil komplexní problematiku a soustředil se na základní koncepty, čímž umožnil čtenářům bez předchozí znalosti technologie Cold Spray snadné pochopení této oblasti.

Analýza prášku IN713LC odhalila již na počátku experimentální části práce potenciální problémy s jeho deponovatelností. Tyto problémy zahrnovaly především vysokou tvrdost (450 ± 31 HV_{0,02}) a přítomnost satelitů a aglomerátů.

Zkoumaný systém, ve kterém je tvrdý prášek deponován na tvrdý substrát, představuje z hlediska technologie CS jednu z nejnáročnějších kombinací materiálů pro depozici. Optimalizace depozičních parametrů a důsledná kontrola procesu depozice se tedy ukázaly jako klíčové a účinné nástroje. Díky této optimalizaci bylo možné detailně popsat dramatické zvyšování kvality jednotlivých sad a sérií nástřiků a pomocí nově vyvinuté metodiky pro výpočet depoziční efektivity identifikovat klíčové faktory a jejich vliv. Je však nutné zdůraznit, že nejvýznamnějším faktorem vedoucím ke zvýšení kvality nástřiku bylo pořízení prášku Y s vhodnějšími vlastnostmi pro depozici. Především nižší tvrdostí (389 ± 30 HV_{0,02}), menší velikostí částic a absencí aglomerátů a satelitů.

Nejvyšší naměřená depoziční efektivita byla 22 %, což je ve srovnání s ostatními slitinami typu Inconel velice nízká hodnota a z hlediska implementace do průmyslu bude tato hodnota vnímána negativně. Zároveň byla nízká DE identifikována jako klíčový faktor pro zisk nástřiku s vysokou tvrdostí, kohezní pevností a nízkou porozitou. Nízká DE totiž způsobila masivní hammering efekt, který má naopak velice pozitivní vliv na hodnocené parametry kvality nástřiku. Když ~80 % částic dopadne na substrát a následně se odrazí, pak bude ~20 % částic tvořit výsledný nástřik, který bude disponovat masivně zdeformovanou a dynamicky rekrytalizovanou strukturou s velice vysokou tvrdostí (~800 HV₁), solidní kohezní a adhezní pevností a téměř zanedbatelnou porozitou ($0,04 \pm 0,01$ %, po TZ pouze 0,01 %). V závislosti na volbě vhodného substrátu je možné cíleně optimalizovat jak výše zmíněné vlastnosti nástřiků, tak míru zbytkových tlakových napětí v systému substrát/nástřik. Nejvyšší hodnoty byly naměřeny v nástřiku deponovaném na hliníkovou slitinu AA5083, kdy ve hloubce ~60 μ m dosahovalo tlakové vnitřní napětí hodnoty téměř 1070 MPa.

Z hlediska optimalizace povrchu substrátu před depozicí bylo zjištěno, že pro budoucí implementaci v průmyslu je důležité najít kompromis mezi nízkou drsností a náročností jeho přípravy. Byla potvrzena hypotéza, že tryskání není vhodnou metodou přípravy povrchu, a to především kvůli fragmentům částic, které v povrchu zůstávají a působí jako koncentrátoři napětí. Tryskání korundem (F180) dokonce způsobovalo delaminaci nástřiků při samotné depozici. Vhodnými povrchovými úpravami byly shledány AM („as-manufactured“), kde je sice nutné implementovat více kroků broušení pro zisk kvalitního povrchu, ale jedná se o použití pouze jedné technologie. A úprava P2400, kde není nutné obrábět a brousit povrch do tak vysoké kvality, je ale nutné povrch brousit ručně. Ačkoliv leštění diamantovou pastou o velikosti částic 1 μ m vykazovalo také velice slibné hodnoty adhezní pevnosti

i při relativně vysoké tloušťce nástřiku, je tato příprava povrchu pro implementaci v průmyslu příliš náročná a dlouhá.

Všechny CS nástřiky testované, ať už za pokojové teploty v režimu ohybu za rotace nebo za vysokých teplot v režimu tah-tlak, degradovaly únavové vlastnosti substrátu, a to jak z hlediska Basquinových koeficientů, tak meze únavy. Na základě těchto výsledků byly odvozeny další Wöhlerovy křivky, pro které bylo vypočítáno efektivní napětí za předpokladu, že by únavovému testování byl podroben pouze substrát, tedy tělesa o původním průměru bez nástřiků (RBCE, PPCE – 800 a 950 °C). Tím došlo k posuvu Wöhlerových křivek k vyšším hodnotám amplitudy napětí i vyšším hodnotám meze únavy a Basquinových koeficientů. Pouze v případě testování v režimu tah-tlak při teplotě 800 °C se však ukázalo mírné zlepšení únavových vlastností. Toto zlepšení je přičítáno indukci tlakových napětí v substrátu, což efektivně prodlužuje období šíření únavových trhlin.

Vedlejší závěry z jednotlivých kapitol:

- Během žádného experimentu nedošlo k fázovým změnám nástřiku, což potvrzuje obecně přijímanou teorii.
- Předehřev pomocí infračervených keramických ohříváčů nepřinesl významný benefit.
- Bylo zjištěno, že geometrie vad a úhel mezi tryskou a substrátem jsou velice důležité faktory pro úspěšnou opravu opotřeбенých součástí.
- Vyvinuta a otestována metodika pro výpočet depoziční efektivity.
- Vyvinuta a otestována metodika pro metalografickou přípravu CS nástřiků.
- Míru a charakter zbytkového napětí v systém substrát/nástřik, je možné řídit pomocí zvolení substrátu s vhodným koeficientem teplotní roztažnosti ve srovnání s materiálem nástřiku. Pokud je CTE substrátu vyšší než nástřiku, měl by nástřik obsahovat tlaková napětí. Významný vliv na velikost napětí má, podobně jak na další charakteristiky, hammering efekt.
- Mechanické zámkování jako sekundární depoziční mechanismus dramaticky zvyšuje kvalitu rozhraní substrát/nástřik.
- Tryska OUT4 s vyšší délkou divergentní části nepřinesla kýžený benefit v nárůstu depoziční efektivity způsobený delší expozicí částic prášku horkému dusíku během depozice.
- Nízké pokrytí povrchu substrátů použitých pro adhezní zkoušky značí prostor pro možnost dramatického zlepšení adhezní pevnosti. Z fraktografické analýzy vyplývá, že pevnost vychází především z oblastí, kde je po oddělení splatů a substrátu možné pozorovat jamkovou morfologii. Jedná se však pouze o malý zlomek celé lomové plochy.
- Vyvinuta a otestována metodika pro Scratch test inspirovaná normou ISO 27307.
- Během měření tvrdosti substrátů bylo nalezeno hraniční zatížení (300; 500 g), kdy efekt velikosti vtisku (ISE) ztratil význam a hodnoty vykazovaly plató. V případě nástřiků však takové zatížení nalezeno nebylo, ačkoliv měření probíhalo i při zatížení 5000 g (HV5).

- Fraktografická analýza únavových vzorků odhalila, že pokud je rozhraní substrát/nástřík dostatečně kvalitní, je tím nejslabším článkem v celém systému a bude na něm docházet k iniciaci trhlin.
- Pokud na něm k iniciaci trhlin dochází, oblast nástříku v jeho blízkosti bude vykazovat únavové poškození charakteristické lomovou plochou bez výrazného reliéfu a šířením únavových trhlin skrz splaty.
- Pokud rozhraní disponuje nízkou adhezní pevností, může dojít k jeho poškození již během prvních zátěžných cyklů a systém se potom chová jako těleso bez rozhraní a nástříku. Únavové trhliny tedy iniciují na vnitřních vadách (např. staženinách) pod povrchem substrátu.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] PRASHAR, Gaurav a Hitesh VASUDEV. *A comprehensive review on sustainable cold spray additive manufacturing: State of the art, challenges and future challenges* [online]. B.m.: Elsevier Ltd. 10. srpen 2021. ISSN 09596526. Dostupné z: doi:10.1016/j.jclepro.2021.127606
- [2] GRIGORIEV, S., A. OKUNKOVA, A. SOVA, P. BERTRAND a I. SMUROV. Cold spraying: From process fundamentals towards advanced applications. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2015, **268**, 77–84. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2014.09.060
- [3] *Additive manufacturing rocket nozzle* [online]. [vid. 2022-05-20]. Dostupné z: <https://impact-innovations.com/en/applications/rocket-nozzle/>
- [4] VILLAFUERTE, Julio. Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications. *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications* [online]. 2015, 1–429 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-16772-5
- [5] VILLAFUERTE, Julio. Current and future applications of cold spray technology. *Metal Finishing* [online]. 2010, **108**(1), 37–39 [vid. 2022-05-19]. ISSN 0026-0576. Dostupné z: doi:10.1016/S0026-0576(10)80005-4
- [6] SINGH, Surinder, R. K. Singh RAMAN, Christopher C. BERNDT a Harpreet SINGH. Influence of Cold Spray Parameters on Bonding Mechanisms: A Review. *Metals* 2021, Vol. 11, Page 2016 [online]. 2021, **11**(12), 2016 [vid. 2024-07-03]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/MET11122016
- [7] ADAAN-NYIAK, Moses A. a Ahmed A. TIAMIYU. Recent advances on bonding mechanism in cold spray process: A review of single-particle impact methods. *Journal of Materials Research* 2022 38:1 [online]. 2022, **38**(1), 69–95 [vid. 2024-07-03]. ISSN 2044-5326. Dostupné z: doi:10.1557/S43578-022-00764-2
- [8] YIN, Shuo, Pasquale CAVALIERE, Barry ALDWELL, Richard JENKINS, Hanlin LIAO, Wenya LI a Rocco LUPOI. *Cold spray additive manufacturing and repair: Fundamentals and applications* [online]. B.m.: Elsevier B.V. 1. květen 2018. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2018.04.017
- [9] GILMORE, D. L., R. C. DYKHUIZEN, R. A. NEISER, T. J. ROEMER a M. F. SMITH. Particle velocity and deposition efficiency in the cold spray process. *Journal of Thermal Spray Technology* 1999 8:4 [online]. 1999, **8**(4), 576–582 [vid. 2022-05-20]. ISSN 1544-1016. Dostupné z: doi:10.1361/105996399770350278
- [10] GUETTA, Serge, M. H. BERGER, F. BORIT, V. GUIPONT, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, Y. ICHIKAWA, K. SAKAGUCHI a K. OGAWA. Influence of particle velocity on adhesion of cold-sprayed splats. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2009, **18**(3), 331–342 [vid. 2022-05-06]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-009-9327-0/FIGURES/16
- [11] SAKAKI, K. The influence of nozzle design in the cold spray process. *The Cold Spray*

- Materials Deposition Process: Fundamentals and Applications* [online]. 2007, 117–126 [vid. 2022-05-19]. Dostupné z: doi:10.1533/9781845693787.2.117
- [12] BOULOS, Maher I., Pierre L. FAUCHAIS a Joachim V.R. HEBERLEIN. Thermal Spray Fundamentals. *Thermal Spray Fundamentals* [online]. 2021 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-030-70672-2
- [13] PATTISON, J., S. CELOTTO, A. KHAN a W. O'NEILL. Standoff distance and bow shock phenomena in the Cold Spray process. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2008, **202**(8), 1443–1454 [vid. 2022-05-20]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2007.06.065
- [14] WU, Kaiqiang, Sin Wei CHEE, Wen SUN, Adrian Wei Yee TAN, Sung Chyn TAN, Erjia LIU a Wei ZHOU. Inconel 713C coating by cold spray for surface enhancement of inconel 718. *Metals* [online]. 2021, **11**(12). ISSN 20754701. Dostupné z: doi:10.3390/met11122048
- [15] SUN, Wen, Adrian Wei Yee TAN, Ayan BHOWMIK, Iulian MARINESCU, Xu SONG, Wei ZHAI, Feng LI a Erjia LIU. Deposition characteristics of cold sprayed Inconel 718 particles on Inconel 718 substrates with different surface conditions. *Materials Science and Engineering A* [online]. 2018, **720**, 75–84. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2018.02.059
- [16] PEREZ, Lorena, Jake COLBURN, Luke N. BREWER, Michael RENFRO a Tim MCKECHNIE. Cold Spray Deposition of Heat-Treated Inconel 718 Powders. *Thermal Spray 2021: Proceedings from the International Thermal Spray Conference* [online]. 2021, **83881**, 171–176 [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.31399/ASM.CP.ITSC2021P0171
- [17] PÉREZ-ANDRADE, L. I., F. GÄRTNER, M. VILLA-VIDALLER, T. KLASSEN, J. MUÑOZ-SALDAÑA a J. M. ALVARADO-OROZCO. Optimization of Inconel 718 thick deposits by cold spray processing and annealing. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2019, **378**. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2019.124997
- [18] MA, Wenhua, Yingchun XIE, Chaoyue CHEN, Hirotaka FUKANUMA, Jiang WANG, Zhongming REN a Renzhong HUANG. Microstructural and mechanical properties of high-performance Inconel 718 alloy by cold spraying. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2019, **792**, 456–467. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2019.04.045
- [19] SINGH, R., S. SCHRUEFER, S. WILSON, J. GIBMEIER a R. VASSEN. Influence of coating thickness on residual stress and adhesion-strength of cold-sprayed Inconel 718 coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, **350**, 64–73. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2018.06.080
- [20] PATHAK, Sunil a Gobinda C. SAHA. *Development of sustainable cold spray coatings and 3D additive manufacturing components for repair/manufacturing applications: A critical review* [online]. B.m.: MDPI AG. 1. srpen 2017. ISSN 20796412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings7080122

- [21] LI, Chang-Jiu, Xiao-Tao LUO, Shu-Wei YAO, Guang-Rong LI, Cheng-Xin LI a Guan-Jun YANG. The Bonding Formation during Thermal Spraying of Ceramic Coatings: A Review. *Journal of Thermal Spray Technology* 2022 31:4 [online]. 2022, **31**(4), 780–817 [vid. 2022-05-14]. ISSN 1544-1016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-022-01379-Z
- [22] ZHANG, Zheng, Debbie Hwee Leng SENG, Ming LIN, Siew Lang TEO, Tzee Luai MENG, Coryl Jing Jun LEE, Zhi Qian ZHANG, Te BA, Junyan GUO, Kannan SUNDARAVADIVELU, Poh Koon AW a Jisheng PAN. Cold spray deposition of Inconel 718 in comparison with atmospheric plasma spray deposition. *Applied Surface Science* [online]. 2021, **535**. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2020.147704
- [23] BAGHERIFARD, Sara, Stefano MONTI, Maria Vittoria ZUCCOLI, Martina RICCIO, Ján KONDÁS a Mario GUAGLIANO. Cold spray deposition for additive manufacturing of freeform structural components compared to selective laser melting. *Materials Science and Engineering A* [online]. 2018, **721**, 339–350. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2018.02.094
- [24] DOUBRAVA, Marek, Lukáš ŘEHOŘEK a Libor PANTĚLEJEV. THE REPAIR OF INCONEL 713LC TURBINE BLADE WITH ARTIFICIAL DEFECTS BY COLD SPRAY TECHNOLOGY. *31st International Conference on Metallurgy and Materials, METAL 2022* [online]. 2022, 457–462 [vid. 2024-01-12]. Dostupné z: doi:10.37904/METAL.2022.4420
- [25] *A Beginner's Guide to Cold Spray Terminology | VRC Metal Systems* [online]. [vid. 2024-07-03]. Dostupné z: <https://vrcmetalsystems.com/beginners-guide-cold-spray-terminology/>
- [26] *Titanium Valves - Additive Manufacturing with Cold Spray | Titomic* [online]. [vid. 2024-07-10]. Dostupné z: <https://titomic.com/case-studies/titanium-valve-manufacturing-with-cold-spray/>
- [27] ERNST, K. R., J. BRAEUTIGAM, F. GAERTNER a T. KLASSEN. Effect of substrate temperature on cold-gas-sprayed coatings on ceramic substrates. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2013, **22**(2–3), 422–432 [vid. 2022-05-14]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-012-9871-X/FIGURES/12
- [28] *Cold Spray Guns | Impact Cold Spray Systems* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://impact-innovations.com/en/portfolio-item/the-perfect-combination-impact-hybrid-brake-disc-coating/>
- [29] CAVALIERE, Pasquale. Cold-spray coatings: recent trends and future perspectives. 2018, 566.
- [30] *Automated Additive And Subtractive Systems | VRC Metal Systems | Box Elder, SD* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://vrcmetalsystems.com/automated-additive-and-subtractive-systems/>
- [31] *Inductive coating with cold spray* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné

z: <https://impact-innovations.com/en/applications/frying-pan/>

- [32] *Revolutionising Ballistics with Additive Manufacturing | Titomic* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://titomic.com/applications/additive-manufacturing/ballistics/>
- [33] *Revolutionise Your Barrel Production with Titomic's Additive Manufacturing* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://titomic.com/applications/additive-manufacturing/barrels/>
- [34] *SPEE3D Will Work With British Army To Develop Their Additive Manufacturing Capabilities - SPEE3D 3D Metal Printing* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://www.spee3d.com/spee3d-will-work-with-british-army-to-develop-their-additive-manufacturing-capabilities/>
- [35] *C.A.M.P Site System | VRC Metal Systems | Box Elder, SD* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://vrcmetalsystems.com/camp-site-system/>
- [36] *VRC Raptor | VRC Metal Systems | Box Elder, SD* [online]. [vid. 2024-07-02]. Dostupné z: <https://vrcmetalsystems.com/vrc-raptor/>
- [37] YIN, Shuo, Xiaofang WANG, Wenya LI, Hanlin LIAO a Hongen JIE. Deformation behavior of the oxide film on the surface of cold sprayed powder particle. *Applied Surface Science* [online]. 2012, **259**, 294–300. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2012.07.036
- [38] ASSADI, Hamid, Frank GÄRTNER, Thorsten STOLTENHOFF a Heinrich KREYE. Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia* [online]. 2003, **51**(15), 4379–4394. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-6454(03)00274-X
- [39] 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 and Design* [online]. 2004, **25**(8), 681–688. ISSN 18734197. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2004.03.008
- [40] SCHMIDT, Tobias, Frank GÄRTNER, Hamid ASSADI a Heinrich KREYE. Development of a generalized parameter window for cold spray deposition. *Acta Materialia* [online]. 2006, **54**(3), 729–742. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2005.10.005
- [41] 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* [online]. 2009, **18**(5–6), 794–808. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-009-9357-7
- [42] PAPYRIN, A, V KOSAREV, S KLINKOV, A ALKHIMOV a VM FOMIN. Cold spray technology [online]. 2006 [vid. 2022-05-25]. Dostupné z: https://www.google.com/books?hl=cs&lr=&id=XjZMWNVvgLAC&oi=fnd&pg=PP1&dq=papyrin+cold+spray+technology&ots=TP2VOxA_J9&sig=GViVL14QTFmIXisQXjCOIGOVOpk
- [43] LI, Wenya, Kang YANG, Shuo YIN, Xiawei YANG, Yaxin XU a Rocco LUPOLI. Solid-

- state additive manufacturing and repairing by cold spraying: A review. *Journal of Materials Science & Technology* [online]. 2018, **34**(3), 440–457 [vid. 2022-05-05]. ISSN 1005-0302. Dostupné z: doi:10.1016/J.JMST.2017.09.015
- [44] YIN, Shuo, Xinkun SUO, Yingchun XIE, Wenya LI, Rocco LUPOI a Hanlin LIAO. Effect of substrate temperature on interfacial bonding for cold spray of Ni onto Cu. *Journal of Materials Science* [online]. 2015, **50**(22), 7448–7457. ISSN 15734803. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-015-9304-6
- [45] XIE, Yingchun, Shuo YIN, Jan CIZEK, Jan CUPERA, Enyu GUO a Rocco LUPOI. Formation mechanism and microstructure characterization of nickel-aluminum intertwining interface in cold spray. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, **337**, 447–452. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2018.01.049
- [46] DERIBAS, A A a I D ZAKHARENKO. SURFACE EFFECTS WITH OBLIQUE COLLISIONS BETWEEN METALLIC PLATES. *Fizika Goreniya i Vzryva*. nedatováno, **10**(3), 409–421.
- [47] LI, Yu Juan, Xiao Tao LUO a Chang Jiu LI. Improving deposition efficiency and inter-particle bonding of cold sprayed Cu through removing the surficial oxide scale of the feedstock powder. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, **407**, 126709 [vid. 2024-01-30]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2020.126709
- [48] LI, Wen Ya, Chang Jiu LI a Hanlin LIAO. Significant influence of particle surface oxidation on deposition efficiency, interface microstructure and adhesive strength of cold-sprayed copper coatings. *Applied Surface Science* [online]. 2010, **256**(16), 4953–4958 [vid. 2024-02-01]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi:10.1016/J.APSUSC.2010.03.008
- [49] LI, Yajuan, Yingkang WEI, Xiaotao LUO, Changjiu LI a Ninshu MA. Correlating particle impact condition with microstructure and properties of the cold-sprayed metallic deposits. *Journal of Materials Science & Technology* [online]. 2020, **40**, 185–195 [vid. 2024-02-01]. ISSN 1005-0302. Dostupné z: doi:10.1016/J.JMST.2019.09.023
- [50] WRIGHT, T. W. Toward a defect invariant basis for susceptibility to adiabatic shear bands. *Mechanics of Materials* [online]. 1994, **17**(2–3), 215–222 [vid. 2022-05-06]. ISSN 0167-6636. Dostupné z: doi:10.1016/0167-6636(94)90061-2
- [51] GHELICHI, R., S. BAGHERIFARD, M. GUAGLIANO a M. VERANI. Numerical simulation of cold spray coating. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2011, **205**(23–24), 5294–5301 [vid. 2022-05-06]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2011.05.038
- [52] BAE, Gyuyeol, Yuming XIONG, S. KUMAR, Kicheol KANG a Changhee LEE. General aspects of interface bonding in kinetic sprayed coatings. *Acta Materialia* [online]. 2008, **56**(17), 4858–4868 [vid. 2022-05-06]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2008.06.003
- [53] HASSANI-GANGARAJ, Mostafa, David VEYSSET, Victor K. CHAMPAGNE, Keith

- A. NELSON a Christopher A. SCHUH. Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray. *Acta Materialia* [online]. 2018, **158**, 430–439 [vid. 2022-05-06]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2018.07.065
- [54] ASSADI, H., F. GÄRTNER, T. KLASSEN a H. KREYE. Comment on ‘Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray’. *Scripta Materialia* [online]. 2019, **162**, 512–514 [vid. 2022-05-06]. ISSN 1359-6462. Dostupné z: doi:10.1016/J.SCRIPTAMAT.2018.10.036
- [55] HASSANI-GANGARAJ, Mostafa, David VEYSSET, Victor K. CHAMPAGNE, Keith A. NELSON a Christopher A. SCHUH. Response to Comment on “Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray”. *Scripta Materialia* [online]. 2019, **162**, 515–519 [vid. 2022-05-06]. ISSN 1359-6462. Dostupné z: doi:10.1016/J.SCRIPTAMAT.2018.12.015
- [56] MACDONALD, Daniel, Aleksandra NASTIC a Bertrand JODOIN. Understanding Adhesion. *Cold-Spray Coatings: Recent Trends and Future perspectives* [online]. 2018, 421–450 [vid. 2022-05-13]. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-67183-3_15
- [57] FUKUMOTO, M., H. WADA, K. TANABE, M. YAMADA, E. YAMAGUCHI, A. NIWA, M. SUGIMOTO a M. IZAWA. Effect of substrate temperature on deposition behavior of copper particles on substrate surfaces in the cold spray process. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2007, **16**(5–6), 643–650 [vid. 2022-05-12]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-007-9121-9/FIGURES/13
- [58] HUSSAIN, T., D. G. MCCARTNEY, Philip H. SHIPWAY a D. ZHANG. *Bonding mechanisms in cold spraying: The contributions of metallurgical and mechanical components* [online]. 2009. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-009-9298-1
- [59] SOBOLEV, V. V., J. M. GUILMANY, J. NUTTING a J. R. MIQUEL. Development of substrate-coating adhesion in thermal spraying. <http://dx.doi.org/10.1179/imr.1997.42.3.117> [online]. 2013, **42**(3), 117–136 [vid. 2022-05-14]. ISSN 09506608. Dostupné z: doi:10.1179/IMR.1997.42.3.117
- [60] XIONG, Yuming, Gyuyeol BAE, Xiang XIONG a Changhee LEE. The effects of successive impacts and cold welds on the deposition onset of cold spray coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2010, **19**(3), 575–585 [vid. 2022-05-14]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-009-9455-6/FIGURES/9
- [61] FUKUMOTO, M., H. WADA, K. TANABE, M. YAMADA, E. YAMAGUCHI, A. NIWA, M. SUGIMOTO a M. IZAWA. Effect of substrate temperature on deposition behavior of copper particles on substrate surfaces in the cold spray process. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2007, **16**(5–6), 643–650 [vid. 2022-05-14]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-007-9121-9/FIGURES/13
- [62] WATANABE, Yuta, Chisato YOSHIDA, Keisuke ATSUMI, Motohiro YAMADA a Masahiro FUKUMOTO. Influence of Substrate Temperature on Adhesion Strength of Cold-Sprayed Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2014, **24**(1–2),

- 86–91 [vid. 2022-05-14]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-014-0165-3/FIGURES/9
- [63] SUO, X. K., M. YU, W. Y. LI, M. P. PLANCHE a H. L. LIAO. Effect of substrate preheating on bonding strength of cold-sprayed Mg coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2012, **21**(5), 1091–1098 [vid. 2022-05-14]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-012-9803-9/FIGURES/9
- [64] YIN, Shuo, Xinkun SUO, Zhiwei GUO, Hanlin LIAO a Xiaofang WANG. Deposition features of cold sprayed copper particles on preheated substrate. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2015, **268**, 252–256 [vid. 2022-05-14]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2014.11.009
- [65] CHAMPAGNE, Victor K, Dennis HELFRITCH, Phillip LEYMAN, Scott GREND AHL a Brad KLOTZ. Interface Material Mixing Formed by the Deposition of Copper on Aluminum by Means of the Cold Spray Process [online]. nedatováno [vid. 2022-05-14]. Dostupné z: doi:10.1361/105996305X59332
- [66] GRUJICIC, M., J. R. SAYLOR, D. E. BEASLEY, W. S. DEROSSET a D. HELFRITCH. Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamic-spray process. *Applied Surface Science* [online]. 2003, **219**(3–4), 211–227 [vid. 2022-05-14]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi:10.1016/S0169-4332(03)00643-3
- [67] WU, Jingwei, Hongyuan FANG, Sanghoon YOON, Hyungjun KIM a Changhee LEE. The rebound phenomenon in kinetic spraying deposition. *Scripta Materialia* [online]. 2006, **54**(4), 665–669 [vid. 2022-05-12]. ISSN 1359-6462. Dostupné z: doi:10.1016/J.SCRIPTAMAT.2005.10.028
- [68] ALKHIMOV a A P ALKHIMOV. Deformation features of microparticles on impact against a hard obstacle. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*. 2000, **41**(1). ISSN 0021-8944.
- [69] LI, Chang Jiu, Wen Ya LI a Yu Yue WANG. Formation of metastable phases in cold-sprayed soft metallic deposit. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2005, **198**(1–3), 469–473 [vid. 2022-05-12]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2004.10.063
- [70] STIER, O. Fundamental cost analysis of cold spray. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2014, **23**(1–2), 131–139 [vid. 2022-05-18]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-013-9972-1/FIGURES/7
- [71] HELFRITCH, D., O. STIER a J. VILLAFUERTE. Cold Spray Economics. *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications* [online]. 2015, 377–401 [vid. 2022-05-18]. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-16772-5_11
- [72] OZDEMIR, Ozan C., Christian A. WIDENER, Dennis HELFRITCH a Fereidoon DELFANIAN. Estimating the Effect of Helium and Nitrogen Mixing on Deposition Efficiency in Cold Spray. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2016, **25**(4), 660–671 [vid. 2022-05-18]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-016-

- [73] YIN, Shuo, Morten MEYER, Wenya LI, Hanlin LIAO a Rocco LUPOI. Gas Flow, Particle Acceleration, and Heat Transfer in Cold Spray: A review. *Journal of Thermal Spray Technology* 2016 25:5 [online]. 2016, **25**(5), 874–896 [vid. 2024-07-03]. ISSN 1544-1016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-016-0406-8
- [74] WONG, W., E. IRISSOU, P. VO, M. SONE, F. BERNIER, J. G. LEGOUX, H. FUKANUMA a S. YUE. Cold spray forming of Inconel 718. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2013, **22**(2–3), 413–421 [vid. 2022-05-18]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-012-9827-1/FIGURES/10
- [75] WONG, Wilson, Eric IRISSOU, Anatoly N. RYABININ, Jean Gabriel LEGOUX a Stephen YUE. Influence of helium and nitrogen gases on the properties of cold gas dynamic sprayed pure titanium coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2011, **20**(1–2), 213–226 [vid. 2022-05-18]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-010-9568-Y/FIGURES/15
- [76] LI, Yong, Chang Jiu LI, Guan Jun YANG a Lu Kuo XING. Thermal fatigue behavior of thermal barrier coatings with the MCrAlY bond coats by cold spraying and low-pressure plasma spraying. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2010, **205**(7), 2225–2233 [vid. 2022-05-18]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2010.08.144
- [77] LUPOI, R. a W. O'NEILL. Powder stream characteristics in cold spray nozzles. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2011, **206**(6), 1069–1076 [vid. 2022-05-19]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2011.07.061
- [78] HUANG, R. a H. FUKANUMA. Study of the influence of particle velocity on adhesive strength of cold spray deposits. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2012, **21**(3–4), 541–549 [vid. 2024-07-04]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-011-9707-0/FIGURES/12
- [79] CENGEL, Yunus A a Michael A BOLES. Thermodynamics: An Engineering Approach 8th Edition Chapter 1 INTRODUCTION AND BASIC CONCEPTS. 2015.
- [80] ALKHIMOV, A. P., V. F. KOSAREV a S. v. KLINKOV. The features of cold spray nozzle design. *Journal of Thermal Spray Technology* 2001 10:2 [online]. 2001, **10**(2), 375–381 [vid. 2022-05-19]. ISSN 1544-1016. Dostupné z: doi:10.1361/105996301770349466
- [81] SINGH, R., K. H. RAUWALD, E. WESSEL, G. MAUER, S. SCHRUEFER, A. BARTH, S. WILSON a R. VASSEN. Effects of substrate roughness and spray-angle on deposition behavior of cold-sprayed Inconel 718. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, **319**, 249–259. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2017.03.072
- [82] SUN, Wen, Xin CHU, Jibo HUANG, Haiming LAN, Adrian Wei Yee TAN, Renzhong HUANG a Erjia LIU. Solution and Double Aging Treatments of Cold Sprayed Inconel 718 Coatings. *Coatings* 2022, Vol. 12, Page 347 [online]. 2022, **12**(3), 347 [vid. 2022-

- 05-19]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/COATINGS12030347
- [83] WANG, Xudong, Bo ZHANG, Jinsheng LV a Shuo YIN. Investigation on the Clogging Behavior and Additional Wall Cooling for the Axial-Injection Cold Spray Nozzle. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2015, **24**(4), 696–701 [vid. 2022-05-20]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-015-0227-1/FIGURES/8
 - [84] LIEBERSBACH, Piotr, Alden FOELSCHE, Victor K. CHAMPAGNE, Matt SIOPIIS, Aaron NARDI a David P. SCHMIDT. CFD Simulations of Feeder Tube Pressure Oscillations and Prediction of Clogging in Cold Spray Nozzles. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2020, **29**(3), 400–412 [vid. 2022-05-20]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-020-00992-0/FIGURES/13
 - [85] SUHONEN, T., T. VARIS, S. DOSTA, M. TORRELL a J. M. GUILMANY. Residual stress development in cold sprayed Al, Cu and Ti coatings. *Acta Materialia* [online]. 2013, **61**(17), 6329–6337 [vid. 2024-06-03]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2013.06.033
 - [86] YIN, Shuo, Xiaofang WANG, Xinkun SUO, Hanlin LIAO, Zhiwei GUO, Wenya LI a Christian CODDET. Deposition behavior of thermally softened copper particles in cold spraying. *Acta Materialia* [online]. 2013, **61**(14), 5105–5118 [vid. 2022-05-20]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2013.04.041
 - [87] YIN, Shuo, Meng ZHANG, Zhiwei GUO, Hanlin LIAO a Xiaofang WANG. Numerical investigations on the effect of total pressure and nozzle divergent length on the flow character and particle impact velocity in cold spraying. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2013, **232**, 290–297 [vid. 2022-05-20]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2013.05.017
 - [88] KLINKOV, S. v. a V. F. KOSAREV. Measurements of cold spray deposition efficiency. *Journal of Thermal Spray Technology* 2006 15:3 [online]. 2006, **15**(3), 364–371 [vid. 2022-05-20]. ISSN 1544-1016. Dostupné z: doi:10.1361/105996306X124365
 - [89] SINGH, Reeti, Jan KONDÁS, Christian BAUER, Jan CIZEK, Jan MEDRICKY, Stefan CSAKI, Jan ČUPERA, Radek PROCHÁZKA, Daniel MELZER a Pavel KONOPÍK. Bulk-like ductility of cold spray additively manufactured copper in the as-sprayed state. *Additive Manufacturing Letters* [online]. 2022, **3**, 100052 [vid. 2022-05-20]. ISSN 2772-3690. Dostupné z: doi:10.1016/J.ADDLET.2022.100052
 - [90] GOLDBAUM, Dina, J. Michael SHOCKLEY, Richard R. CHROMIK, Ahmad REZAEIAN, Stephen YUE, Jean Gabriel LEGOUX a Eric IRISSOU. The effect of deposition conditions on adhesion strength of Ti and Ti6Al4V cold spray splats. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2012, **21**(2), 288–303 [vid. 2022-05-20]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-011-9720-3/FIGURES/15
 - [91] STOLTENHOFF, T, H KREYE a H J RICHTER. *An Analysis of the Cold Spray Process and Its Coatings*. nedatováno.
 - [92] ALKHIMOV, A. P., S. v. KLINKOV, V. F. KOSAREV a A. N. PAPYRIN. Gas-dynamic spraying. Study of a plane supersonic two-phase jet. *Journal of applied*

mechanics and technical physics [online]. 1997, **38**(2), 324–330 [vid. 2022-05-22]. ISSN 00218944. Dostupné z: doi:10.1007/BF02467920

- [93] Vacuum vs Non-Vacuum Melted Gas Atomized Powders Gas Atomization The Effect of Oxygen and Other Impurities on the Mechanical Properties of Nickel-Based Superalloys [online]. nedatováno [vid. 2022-05-22]. Dostupné z: doi:10.1179/imtr.197
- [94] SUN, Wen, Ayan BHOWMIK, Adrian Wei Yee TAN, Ruitao LI, Fei XUE, Iulian MARINESCU a Erjia LIU. Improving microstructural and mechanical characteristics of cold-sprayed Inconel 718 deposits via local induction heat treatment. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2019, **797**, 1268–1279 [vid. 2022-05-22]. ISSN 0925-8388. Dostupné z: doi:10.1016/J.JALLCOM.2019.05.099
- [95] LIU, Tian, William A. STORY a Luke N. BREWER. Effect of Heat Treatment on the Al-Cu Feedstock Powders for Cold Spray Deposition. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* [online]. 2019, **50**(7), 3373–3387. ISSN 10735623. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-019-05230-z
- [96] MASSAR, Christopher, Kyle TSAKNOPOULOS, Bryer C. SOUSA, Jack GRUBBS a Danielle L. COTE. Heat Treatment of Recycled Battlefield Stainless-Steel Scrap for Cold Spray Applications. *JOM* [online]. 2020, **72**(9), 3080–3089. ISSN 15431851. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-020-04259-5
- [97] STORY, William A. a Luke N. BREWER. Heat Treatment of Gas-Atomized Powders for Cold Spray Deposition. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* [online]. 2018, **49**(2), 446–449. ISSN 10735623. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-017-4428-8
- [98] CHAMPAGNE, Victor Kenneth, Ozan Cagatay ÖZDEMİR a Aaron NARDI. Practical Cold Spray. *Practical Cold Spray* [online]. 2021, 1–450 [vid. 2024-06-03]. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-030-70056-0/COVER
- [99] ANG, Andrew Siao Ming a Christopher C. BERNDT. A review of testing methods for thermal spray coatings. *International Materials Reviews* [online]. 2014, **59**(4), 179–223 [vid. 2024-06-03]. ISSN 17432804. Dostupné z: doi:10.1179/1743280414Y.00000000029
- [100] IRISSOU, Eric, Jean Gabriel LEGOUX, Anatoly N. RYABININ, Bertrand JODOIN a Christian MOREAU. Review on cold spray process and technology: Part I - Intellectual property. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2008, **17**(4), 495–516 [vid. 2024-07-03]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-008-9203-3/FIGURES/23
- [101] ROKNI, M R, • S R NUTT, C A WIDENER, • V K CHAMPAGNE a • R H HRABE. Review of Relationship Between Particle Deformation, Coating Microstructure, and Properties in High-Pressure Cold Spray [online]. nedatováno [vid. 2024-08-16]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-017-0575-0
- [102] RAOELISON, R. N., Y. XIE, T. SAPANATHAN, M. P. PLANCHE, R. KROMER, S. COSTIL a C. LANGLADE. *Cold gas dynamic spray technology: A comprehensive*

- review of processing conditions for various technological developments till to date* [online]. B.m.: Elsevier B.V. 1. leden 2018. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2017.07.001
- [103] CAVALIERE, Pasquale, Angelo PERRONE a Alessio SILVELLO. Fatigue behaviour of Inconel 625 cold spray coatings. *Surface Engineering* [online]. 2018, **34**(5), 380–391. ISSN 17432944. Dostupné z: doi:10.1080/02670844.2017.1371872
- [104] LUO, Xiao Tao, Meng Lin YAO, Ninshu MA, Makoto TAKAHASHI a Chang Jiu LI. Deposition behavior, microstructure and mechanical properties of an in-situ micro-forging assisted cold spray enabled additively manufactured Inconel 718 alloy. *Materials and Design* [online]. 2018, **155**, 384–395. ISSN 18734197. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2018.06.024
- [105] FARDAN, Ahmed, Christopher C. BERNDT a Rehan AHMED. Numerical modelling of particle impact and residual stresses in cold sprayed coatings: A review. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, **409**, 126835 [vid. 2024-07-04]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2021.126835
- [106] LI, Wenya, Kang YANG, Dongdong ZHANG a Xianglin ZHOU. Residual Stress Analysis of Cold-Sprayed Copper Coatings by Numerical Simulation. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2016, **25**(1), 131–142 [vid. 2024-06-03]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-015-0308-1
- [107] MARZBANRAD, Bahareh, Ehsan TOYSERKANI a Hamid JAHED. Characterization of single- and multilayer cold-spray coating of Zn on AZ31B. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, **416**, 127155 [vid. 2024-07-04]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2021.127155
- [108] *PCS-1000 & Portable / Cold Spray System* | Plasma Giken Co., Ltd. [online]. [vid. 2024-07-03]. Dostupné z: http://plasma.co.jp/en/service/cold/pcs_1000/
- [109] *ISO 27307:2015 - Thermal spraying — Evaluation of adhesion/cohesion of thermal sprayed ceramic coatings by transverse scratch testing* [online]. [vid. 2024-03-05]. Dostupné z: <https://www.iso.org/standard/51692.html>
- [110] *C633 Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings* [online]. [vid. 2024-03-06]. Dostupné z: <https://www.astm.org/c0633-13r21.html>
- [111] JIRI NOHAVA. *Characterization of thermal spray coatings by instrumented indentation and scratch testing* [online]. nedatováno. Dostupné z: www.anton-paar.com
- [112] SUNDARARAJAN, G, Naveen M CHAVAN, G SIVAKUMAR a P SUDHARSHAN PHANI. Evaluation of Parameters for Assessment of Inter-Splat Bond Strength in Cold-Sprayed Coatings [online]. nedatováno [vid. 2024-07-03]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-010-9527-7
- [113] *C1624 Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing* [online]. [vid. 2024-03-06]. Dostupné z: <https://www.astm.org/c1624-22.html>

- [114] *G171 Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus* [online]. [vid. 2024-03-06]. Dostupné z: <https://www.astm.org/g0171-03r17.html>
- [115] VÁZ, Rodolpho F., Alessio SILVELLO, Pasquale D. CAVALIÈRE, Sergi DOSTA, Irene G. CANO, Laura CAPODIECI, Antonella RIZZO a Daniele VALERINI. Fretting Wear and Scratch Resistance of Cold-Sprayed Pure Cu and Ti. *Metallography, Microstructure, and Analysis* [online]. 2021, **10**(4), 496–513 [vid. 2024-07-03]. ISSN 21929270. Dostupné z: doi:10.1007/S13632-021-00758-2/FIGURES/21
- [116] LAHIRI, Debrupa, Jeffrey KARP, Anup K. KESHRI, Cheng ZHANG, George S. DULIKRAVICH, Laszlo J. KECSKES a Arvind AGARWAL. Scratch induced deformation behavior of hafnium based bulk metallic glass at multiple load scales. *Journal of Non-Crystalline Solids* [online]. 2015, **410**, 118–126 [vid. 2024-07-03]. ISSN 0022-3093. Dostupné z: doi:10.1016/J.JNONCRY SOL.2014.12.010
- [117] POZA, Pedro a Miguel Ángel GARRIDO-MANEIRO. Cold-sprayed coatings: Microstructure, mechanical properties, and wear behaviour. *Progress in Materials Science* [online]. 2022, **123**. ISSN 00796425. Dostupné z: doi:10.1016/j.pmatsci.2021.100839
- [118] KHLIFI, Kaouthar, Hafedh DHIFLAOUI, Lassaad ZOGHLAMI a Ahmed BEN CHEIKH LARBI. Study of mechanical behavior, deformation, and fracture of nano-multilayer coatings during microindentation and scratch test. *Journal of Coatings Technology and Research* [online]. 2015, **12**(3), 513–524 [vid. 2024-07-04]. ISSN 15470091. Dostupné z: doi:10.1007/S11998-015-9662-7/FIGURES/16
- [119] LOPEZ, E a F BELTZUNG. *Measurement of cohesion and adhesion strengths in alumina coatings produced by plasma spraying*. 1989.
- [120] ST INSTRUMENTS | WHEN TECHNOLOGY MATTERS Scratch speed 4 mm/min Stylus Rockwell with 200µm radius. nedatováno.
- [121] NOHAVA, Jiri, Benedetta BONFERRONI, Giovanni BOLELLI a Luca LUSVARGHI. Interesting aspects of indentation and scratch methods for characterization of thermally-sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2010, **205**(4), 1127–1131. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2010.08.086
- [122] VENCL, Aleksandar, Saioa AROSTEGUI, Gregory FAVARO, Fatima ZIVIC, Mihailo MRDAK, Slobodan MITROVIC'C, Mitrovic' MITROVIC'C a Vladimir POPOVIC. Evaluation of adhesion/cohesion bond strength of the thick plasma spray coatings by scratch testing on coatings cross-sections \$ [online]. 2011 [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: doi:10.1016/j.triboint.2011.04.002
- [123] PADMINI, B V, Digvijay G BHOSALE a H B NIRANJAN. A study of T11 boiler steel protection by cold sprayed Inconel 738 coating against high temperature erosion. *Surfaces and Interfaces* [online]. 2021, **23**, 101002 [vid. 2024-01-11]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfin.2021.101002
- [124] GOLDBAUM, Dina, Richard R. CHROMIK, Stephen YUE, Eric IRISSOU a Jean Gabriel LEGOUX. Mechanical property mapping of cold sprayed Ti splats and coatings.

- Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2011, **20**(3), 486–496 [vid. 2024-07-28]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-010-9546-4/FIGURES/12
- [125] SIRVENT, Paloma, Miguel A. GARRIDO, Claudio J. MÚÑEZ, Pedro POZA a Simone VEZZÙ. Effect of higher deposition temperatures on the microstructure and mechanical properties of Al 2024 cold sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, **337**, 461–470 [vid. 2024-07-29]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2018.01.055
- [126] SOUSA, Bryer C., Matthew A. GLEASON, Baillie HADDAD, Victor K. CHAMPAGNE, Aaron T. NARDI a Danielle L. COTE. Nanomechanical Characterization for Cold Spray: From Feedstock to Consolidated Material Properties. *Metals* 2020, Vol. 10, Page 1195 [online]. 2020, **10**(9), 1195 [vid. 2024-07-29]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/MET10091195
- [127] GARRIDO, M A, P SIRVENT a P POZA. Evaluation of mechanical properties of Ti6Al4V cold sprayed coatings* [online]. 2017 [vid. 2024-07-28]. Dostupné z: doi:10.1080/02670844.2017.1398442
- [128] NOHAVA, Jiří, Radek MUŠÁLEK, Jiří MATĚJÍČEK a Monika VILÉMOVÁ. A contribution to understanding the results of instrumented indentation on thermal spray coatings — Case study on Al₂O₃ and stainless steel. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, **240**, 243–249 [vid. 2024-07-28]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2013.12.033
- [129] MORIDI, Atieh, Mostafa HASSANI, A MORIDI, S M HASSANI-GANGARAJ a M GUAGLIANO. On Fatigue Behavior of Cold Spray Coating [online]. nedatováno [vid. 2024-08-11]. Dostupné z: doi:10.1557/opl.2014.438
- [130] BAGHERIFARD, Sara a Mario GUAGLIANO. Fatigue performance of cold spray deposits: Coating, repair and additive manufacturing cases. *International Journal of Fatigue* [online]. 2020, **139**. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2020.105744
- [131] MORIDI, A., S. M. HASSANI-GANGARAJ, M. GUAGLIANO a S. VEZZU. Effect of Cold Spray Deposition of Similar Material on Fatigue Behavior of Al 6082 Alloy. *Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series* [online]. 2014, **7**, 51–57 [vid. 2022-05-22]. ISSN 21915644. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-00765-6_8
- [132] BAGHERIFARD, Sara, Gianluca ROSCIOLI, Maria Vittoria ZUCCOLI, Mehdi HADI, Gaetano D’ELIA, Ali Gökhan DEMIR, Barbara PREVITALI, Ján KONDÁS a Mario GUAGLIANO. Cold Spray Deposition of Freestanding Inconel Samples and Comparative Analysis with Selective Laser Melting. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2017, **26**(7), 1517–1526 [vid. 2022-05-22]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-017-0572-3/FIGURES/7
- [133] GÄRTNER, Frank, Thorsten STOLTENHOFF, Tobias SCHMIDT a Heinrich KREYE. The cold spray process and its potential for industrial applications. *Journal of Thermal*

- Spray Technology* [online]. 2006, **15**(2), 223–232 [vid. 2024-07-03]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1361/105996306X108110/METRICS
- [134] PETRÁČKOVÁ, K., J. KONDÁS a M. GUAGLIANO. Fixing a hole (with cold spray). *International Journal of Fatigue* [online]. 2018, **110**, 144–152 [vid. 2024-07-04]. ISSN 0142-1123. Dostupné z: doi:10.1016/J.IJFATIGUE.2018.01.014
- [135] PETRÁČKOVÁ, K., J. KONDÁS a M. GUAGLIANO. Mechanical Performance of Cold-Sprayed A357 Aluminum Alloy Coatings for Repair and Additive Manufacturing. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2017, **26**(8), 1888–1897 [vid. 2024-07-04]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-017-0643-5/FIGURES/9
- [136] OLIVER, W. C. a G. M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* [online]. 2004, **19**(1), 3–20 [vid. 2024-07-10]. ISSN 08842914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.2004.19.1.3/METRICS
- [137] TAN, Adrian Wei Yee, Wen SUN, Ayan BHOWMIK, Jun Yan LEK, Iulian MARINESCU, Feng LI, Nay Win KHUN, Zhili DONG a Erjia LIU. Effect of coating thickness on microstructure, mechanical properties and fracture behaviour of cold sprayed Ti6Al4V coatings on Ti6Al4V substrates. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, **349**, 303–317 [vid. 2024-07-28]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2018.05.060
- [138] *E1876 Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration* [online]. [vid. 2024-07-10]. Dostupné z: <https://www.astm.org/e1876-22.html>
- [139] JAIME, F., S. DESBIEF, J. SILVENT, G. GOUPIL, M. BERNACKI, N. BOZZOLO a A. NICOLAY. Study of curtaining effect reduction methods in Inconel 718 using a plasma focused ion beam. *Journal of Microscopy* [online]. 2024 [vid. 2024-07-11]. ISSN 1365-2818. Dostupné z: doi:10.1111/JMI.13320
- [140] SILVELLO, Alessio, Pasquale Daniele CAVALIERE, Vicente ALBALADEJO, Ana MARTOS, Sergi DOSTA a Irene G. CANO. Powder Properties and Processing Conditions Affecting Cold Spray Deposition. *Coatings 2020, Vol. 10, Page 91* [online]. 2020, **10**(2), 91 [vid. 2024-06-06]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/COATINGS10020091
- [141] ZARAZUA-VILLALOBOS, Liliana, Nicolas MARY, Chrystelle BERNARD, Kazuhiro OGAWA a Clement BOISSY. Improved Deposition Efficiency of Low-Pressure Cold-Sprayed Tin Coating Through Powder Recycling. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2022, **31**(8), 2577–2593 [vid. 2024-07-11]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-022-01447-4/TABLES/5
- [142] CHAUDHURI, Atanu, Y RAGHUPATHY, Dheepa SRINIVASAN, Satyam SUWAS a Chandan SRIVASTAVA. Microstructural evolution of cold-sprayed Inconel 625 superalloy coatings on low alloy steel substrate [online]. 2017 [vid. 2024-05-14]. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2017.02.070

- [143] XIE, Yingchun, Marie Pierre PLANCHE, Rija RAOELISON, Philippe HERVÉ, Xinkun SUO, Pengjiang HE a Hanlin LIAO. Investigation on the influence of particle preheating temperature on bonding of cold-sprayed nickel coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, **318**, 99–105. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2016.09.037
- [144] CAVALIERE, P., A. SILVELLO, N. CINCA, H. CANALES, S. DOSTA, I. GARCIA CANO a J. M. GUILMANY. Microstructural and fatigue behavior of cold sprayed Ni-based superalloys coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, **324**, 390–402. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2017.06.006
- [145] SAFARLOO, Sama, Fatemeh LOGHMAN, • Mahboobeh AZADI a • Mohammad AZADI. Optimal Design Experiment of Ageing Time and Temperature in Inconel-713C Superalloy Based on Hardness Objective [online]. nedatováno [vid. 2024-08-18]. Dostupné z: doi:10.1007/s12666-018-1291-2
- [146] GALIZONI, Breno Boretti, Antônio Augusto COUTO a Danieli Aparecida Pereira REIS. Heat Treatments Effects on Nickel-Based Superalloy Inconel 713C. *Metals* 2019, Vol. 9, Page 47 [online]. 2019, **9**(1), 47 [vid. 2024-08-18]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/MET9010047
- [147] AZADI, M., M. IZIY, A. MARBOUT, M. AZADI a M. H. RIZI. Investigation of the Heat Treatment Effect on Microstructures and Phases of Inconel 713C Superalloy. *International Journal of Engineering* [online]. 2017, **30**(10), 1538–1544 [vid. 2024-08-18]. ISSN 1025-2495. Dostupné z: doi:10.5829/ije.2017.30.10a.15
- [148] KOIVULUOTO, Heli, Andrew COLEMAN, Keith MURRAY, Martin KEARNS a Petri VUORISTO. High pressure cold sprayed (HPCS) and low pressure cold sprayed (LPCS) coatings prepared from OFHC Cu feedstock: Overview from powder characteristics to coating properties. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2012, **21**(5), 1065–1075 [vid. 2024-07-12]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-012-9790-X/TABLES/3
- [149] GHELICHI, Ramin a Mario GUAGLIANO. Coating by the Cold Spray Process: a state of the art. *Frattura ed Integrità Strutturale* [online]. 2009, **3**(8), 30–44 [vid. 2024-07-12]. Dostupné z: doi:10.3221/IGF-ESIS.08.03
- [150] VIDALLER, Maria Villa, Alexander LIST, Frank GAERTNER, Thomas KLASSEN, Sergi DOSTA a Jose Maria GUILMANY. Single Impact Bonding of Cold Sprayed Ti-6Al-4V Powders on Different Substrates. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2015, **24**(4), 644–658 [vid. 2024-01-13]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-014-0200-4/FIGURES/20
- [151] RECH, Silvano, Andrea TRENTIN, Simone VEZZÙ, Jean Gabriel LEGOUX, Eric IRISSOU a Mario GUAGLIANO. Influence of pre-heated Al 6061 substrate temperature on the residual stresses of multipass Al coatings deposited by cold spray. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2011, **20**(1–2), 243–251 [vid. 2024-01-13]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-010-9596-7/FIGURES/9

- [152] WANG, Xuemei, Feng FENG, Michael A. KLECKA, Matthew D. MORDASKY, Jacquelynn K. GAROFANO, Tahany EL-WARDANY, Aaron NARDI a Victor K. CHAMPAGNE. Characterization and modeling of the bonding process in cold spray additive manufacturing. *Additive manufacturing* [online]. 2015, **8**, 149–162 [vid. 2024-01-13]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/J.ADDMA.2015.03.006
- [153] YU, M, W.-Y LI, F F WANG, X K SUO a H L LIAO. Effect of particle and substrate preheating on particle deformation behavior in cold spraying [online]. 2012 [vid. 2024-01-13]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2012.04.081
- [154] MOORE, MG, WP Evans - SAE TRANSACTIONS a undefined 1958. Mathematical correction for stress in removed layers in X-ray diffraction residual stress analysis. *JSTORMG Moore, WP EvansSAE transactions, 1958•JSTOR* [online]. nedatováno [vid. 2024-01-13]. Dostupné z: <https://sci-hub.st/https://www.jstor.org/stable/44554157>
- [155] VASSEN, R., J. FIEBIG, T. KALFHAUS, J. GIBMEIER, A. KOSTKA a S. SCHRÜFER. Correlation of Microstructure and Properties of Cold Gas Sprayed INCONEL 718 Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2020, **29**(6), 1455–1465 [vid. 2024-07-18]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-020-00988-W/FIGURES/11
- [156] DOHERTY, R. D., D. A. HUGHES, F. J. HUMPHREYS, J. J. JONAS, D. JUUL JENSEN, M. E. KASSNER, W. E. KING, T. R. MCNELLEY, H. J. MCQUEEN a A. D. ROLLETT. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1997, **238**(2), 219–274 [vid. 2024-08-06]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(97)00424-3
- [157] SAKAI, Taku, Andrey BELYAKOV, Rustam KAIBYSHEV, Hiromi MIURA a John J. JONAS. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science* [online]. 2014, **60**(1), 130–207 [vid. 2024-08-06]. ISSN 0079-6425. Dostupné z: doi:10.1016/J.PMATSCI.2013.09.002
- [158] SRINIVASAN, Dheepa a Ramar AMUTHAN. Modified T-T-T behaviour of IN625® cold sprayed coatings. *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014* [online]. 2014, 469–481 [vid. 2024-01-15]. Dostupné z: doi:10.1002/9781119016854.ch37
- [159] LEE, Changhee a Jaeick KIM. Microstructure of Kinetic Spray Coatings: A Review. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2015, **24**(4), 592–610 [vid. 2024-05-14]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-015-0223-5/METRICS
- [160] ION, S. E., F. J. HUMPHREYS a S. H. WHITE. Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium. *Acta Metallurgica* [online]. 1982, **30**(10), 1909–1919 [vid. 2024-01-16]. ISSN 0001-6160. Dostupné z: doi:10.1016/0001-6160(82)90031-1
- [161] MILLER, J. R., J. F.S. MARKANDAY, S. M. FAIRCLOUGH, G. J. WISE, C. M.F. RAE, L. R. OWEN, D. STAPLETON, N. D’SOUZA, P. A.J. BAGOT a H. J. STONE. Gamma prime precipitation in as-deposited Ni-based superalloy IN713LC. *Scripta*

- Materialia* [online]. 2024, **239**, 115775 [vid. 2024-07-13]. ISSN 1359-6462. Dostupné z: doi:10.1016/J.SCRIPAMAT.2023.115775
- [162] SAKAI, T. a J. J. JONAS. Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations. *Acta Metallurgica* [online]. 1984, **32**(2), 189–209 [vid. 2024-01-16]. ISSN 0001-6160. Dostupné z: doi:10.1016/0001-6160(84)90049-X
- [163] YE, R. R., H. Y. LI, R. G. DING, T. J.A. DOEL, S. BRAY, A. WALPOLE a P. BOWEN. Microstructure and microhardness of dissimilar weldment of Ni-based superalloys IN718-IN713LC. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2020, **774**, 138894 [vid. 2024-07-13]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/J.MSEA.2019.138894
- [164] GAO, Pei Hu, Chang Jiu LI, Guan Jun YANG, Yi Gong LI a Cheng Xin LI. Influence of substrate hardness transition on built-up of nanostructured WC–12Co by cold spraying. *Applied Surface Science* [online]. 2010, **256**(7), 2263–2268 [vid. 2024-01-13]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi:10.1016/J.APSUSC.2009.10.050
- [165] POIRIER, D., Y. THOMAS, B. GUERREIRO, M. MARTIN, M. AGHASIBEIG a E. IRISSOU. Improvement of Tool Steel Powder Cold Sprayability Via Softening and Agglomeration Heat Treatments. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2022, **31**(1–2), 145–158 [vid. 2024-01-13]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-022-01320-4/FIGURES/15
- [166] LEVASSEUR, D, S YUE a M BROCHU. Pressureless sintering of cold sprayed Inconel 718 deposit [online]. 2012 [vid. 2024-01-10]. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2012.06.097
- [167] FANTOZZI, Davide, Ville MATIKAINEN, Mikko UUSITALO, Heli KOIVULUOTO a Petri VUORISTO. Chlorine-induced high temperature corrosion of Inconel 625 sprayed coatings deposited with different thermal spray techniques [online]. 2016 [vid. 2024-01-11]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2016.12.086
- [168] SRINIVASAN, Dheepa, Vighnesh CHANDRASEKHAR, Ramar AMUTHAN, Y C LAU a Eklavya CALLA. Characterization of Cold-Sprayed IN625 and NiCr Coatings [online]. nedatováno [vid. 2024-01-11]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-016-0382-z
- [169] WU, Kaiqiang, Wen SUN, Adrian WEI-YEE TAN, Iulian MARINESCU, Erjia LIU a Wei ZHOU. An investigation into microstructure, tribological and mechanical properties of cold sprayed Inconel 625 coatings. *Surface & Coatings Technology* [online]. 2021, **424**, 127660 [vid. 2024-01-11]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2021.127660
- [170] SHRESTHA, Deepika, Fardad AZARMI a X. W. TANGPONG. Effect of Heat Treatment on Residual Stress of Cold Sprayed Nickel-based Superalloys. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2022, **31**(1–2), 197–205 [vid. 2024-07-18]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-021-01284-X/FIGURES/4
- [171] HARFOUCHE, Maya M., Sima A. ALIDOKHT, Alejandra ISLAS ENCALADA, Venkata N.V. MUNGALA, Richard R. CHROMIK, Christian MOREAU, Navid SHARIFI, Pantcho STOYANOV a Mary E. MAKOWIEC. Scratch Adhesion Testing of Thick HVOF Thermal Sprayed Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online].

2024, **33**(4), 1158–1166 [vid. 2024-07-28]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-024-01741-3/FIGURES/9

- [172] POZA, P., C. J. MÚÑEZ, M. A. GARRIDO-MANEIRO, S. VEZZÙ, S. RECH a A. TRENTIN. Mechanical properties of Inconel 625 cold-sprayed coatings after laser remelting. Depth sensing indentation analysis. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, **243**, 51–57 [vid. 2024-07-31]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2012.03.018
- [173] LIU, G., J. SALVAT CANTÓ, S. WINWOOD, K. RHODES a S. BIROSCA. The effects of microstructure and microtexture generated during solidification on deformation micromechanism in IN713C nickel-based superalloy. *Acta Materialia* [online]. 2018, **148**, 391–406 [vid. 2024-08-30]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2018.01.062
- [174] SAMPLE, Christopher M., Victor K. CHAMPAGNE, Aaron T. NARDI a Diana A. LADOS. *Factors governing static properties and fatigue, fatigue crack growth, and fracture mechanisms in cold spray alloys and coatings/repairs: A review* [online]. B.m.: Elsevier B.V. 1. prosinec 2020. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2020.101371
- [175] OBRTLÍK, K., S. POSPÍŠILOVÁ, M. JULIŠ, T. PODRÁBSKÝ a J. POLÁK. Fatigue behavior of coated and uncoated cast Inconel 713LC at 800 °C. *International Journal of Fatigue* [online]. 2012, **41**, 101–106 [vid. 2024-08-11]. ISSN 0142-1123. Dostupné z: doi:10.1016/J.IJFATIGUE.2011.12.010
- [176] GHELICHI, R., D. MACDONALD, S. BAGHERIFARD, H. JAHED, M. GUAGLIANO a B. JODOIN. Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052. *Acta Materialia* [online]. 2012, **60**(19), 6555–6561 [vid. 2024-08-11]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2012.08.020
- [177] WHITE, B. C., W. A. STORY, L. N. BREWER a J. B. JORDON. Fatigue behavior of freestanding AA2024 and AA7075 cold spray deposits. *International Journal of Fatigue* [online]. 2018, **112**, 355–360 [vid. 2024-08-11]. ISSN 0142-1123. Dostupné z: doi:10.1016/J.IJFATIGUE.2018.03.007

6 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

APS	Atmospheric Plasma Spraying
BSE	Back Scattered Electrons
CFD	Contract for Difference
CMC	Continous Multi Cycle, mód instrumentované zkoušky tvrdosti
CS	Cold Spray
CTE	Coefficient of Thermal Expansion, koeficient teplotní roztažnosti
DE	Depoziční efektivita
DS	Deposition Stress, Napětí indukované při depozici způsobené hammering efektem
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
FEG	Field Emission Gun
FIB	Focused Ion Beam
G	Horkým dusíkem předehříváná lopatka s vadami
HAADF	High Angle Annular Dark Field
HIP	Hot Isostatic Pressing
HVOF	High Velocity Oxy-Fuel
IACS	International Annealed Copper Standard
IET	Impulse Excitation Method
IPF	Inverse Pole Figure
IR	Infračerveným keramickým ohřívačem předehříváná lopatka s vadami
ISE	Indentation Size Effect
KAM	Kernel Misorientation
KSS	Kinetic Spray Solutions
L	Délka jednoho přejezdu v rámci jedné vrstvy
LPPS	Low Pressure Plasma Spraying
MKP	Metoda Konečných prvků
N	Počet deponovaných vrstev
n	Počet přejezdů v rámci jedné vrstvy
PBF	Powder Bed Fusion
PFR	Powder Feed Rate, rychlost podávání prášku
PVD	Physical Vapor Deposition
QS	Quenching Stress, napětí indukované při ochlazování po depozici

SD	Standoff Distance, vzdálenost trysky a substrátu
SE	Secondary Electrons
SS	Scanning Speed, rychlost pohybu trysky
STEM	Skenovací transmisní elektronová mikroskopie
TKD	Transmission Kikuchi Diffraction
TS	Thermal Stress, tepelné napětí
TZ	Tepelné zpracování
X	První použitá šarže prášku IN713LC
XRD	X-Ray Diffraction
Y	Druhá použitá šarže prášku
YSZ	Yttria Stabilized Zirconia
ZTA	Zirconia Toughened Alumina

7 PŘÍLOHY

6.1 PŘÍLOHA 1: METODIKA TESTOVÁNÍ ADHEZE A KOHEZE POMOCÍ SCRATCH TESTU

Na základě prvotních experimentů a ověřování metodiky navržené normou ISO 27307:2015, která byla následně optimalizována do podoby zde prezentované, bylo zjištěno následující. Světelná mikroskopie, ať už pomocí objektivů u scratch testeru nebo plnohodnotného světelného mikroskopu s funkcí EDF („Extended Depth of Field“), není adekvátní metodou pro hodnocení poškození vytvořeného scratch testem na povrchu vzorků. Hlavními důvody jsou relativně nízká rozlišovací schopnost a hloubka ostroty. Navíc není snadné, a často ani možné, zachytit celou délku rýhy na jednom snímku s dostatečným zvětšením tak, aby bylo možné bezpečně určit druh poškození.

Elektronová mikroskopie dokáže tyto nedostatky efektivně překonat. Umožňuje pozorovat na lomových plochách mechanismy poškození a další drobné detaily, které mohou být pro hodnocení kriticky důležité. Díky možnosti pořídit snímky jak v režimu sekundárních (SE), tak zpětně odražených (BSE) elektronů, a to bez prodloužení akvizičního času, je SEM extrémně vhodnou metodou pro bezpečné nalezení rozhraní substrát/nástřík a rychlou identifikaci druhu poškození.

Testování adheze a koheze pomocí scratch testu může být využito několika způsoby. Je možné porovnávat vzorky při několika hladinách normálového zatížení, testovat, dokud alespoň v jedné rýze nedojde k adhezivnímu poškození, nebo, jak bude v této metodice ukázáno, testovat od nízkých hladin normálového zatížení, které nevedou k výraznému poškození, až po hladiny vyšší, kdy ve více než 50 % případů dochází k adhezivnímu poškození.

6.1.1 Příprava vzorků

Vzorky jsou standardními metalografickými výbrusy příčného řezu systému substrát/nástřík. Pro výrobu vzorku se doporučuje použití pryskyřice DuroFast nebo PolyFast. Posledním krokem přípravy je leštění diamantovou pastou s průměrnou velikostí částic 1 μm . V závislosti na použitém zařízení a možnosti upnutí lze využít metalografický výbrus o průměru 25 až 50 mm. Je nezbytné umístit vzorky uprostřed puku, jinak může při vyšších zatíženích dojít k otáčení puku ve svěráku scratch testu, což by vedlo k vytvoření neplatných rýh.

Rozhraní substrát/nástřík může představovat problém, zejména na okraji vzorku, kde může docházet k přednostní delaminaci. Tato situace může způsobit, že rýha, která je vzdálena i více než 3 mm od hrany vzorku, vyvolá rozsáhlé adhezivní poškození. Takové chování je defektní a měření by nemělo být zaznamenáno. V tomto případě je nutné test opakovat na vhodnějším místě vzorku.

6.1.2 Měření

Pokud byl námi studovaný systém touto metodou testován, lze zjistit či odvodit, na jaké hodnotě normálového zatížení má smysl začít testovat. V případě IN713LC deponovaném na IN713LC neexistovala žádná dostupná data, a proto byla jako nejnižší hladina zvolena hodnota zatížení 5 N. Další zvolené hladiny zatížení byly 15, 30, 50, 75, 100, 125, 150,

175 a 200 N. Na každé hladině zatížení by mělo být provedeno minimálně pět vtisků, přičemž na vyšší hladinu zatížení se přechází v případě, že méně než 50 % vtisků vykazuje adhezní poškození. Testování je ukončeno, pokud více než 50 % vtisků vykazuje adhezní poškození. Jako hodnota korelující s adhezní pevností se pak považuje nejvyšší hodnota normálového zatížení, při které nedochází k adheznímu poškození ve více než 50 % rýh.

Délka vrypu (rýhy) se nastavuje v závislosti na tloušťce nástřiku. Je však nutné, aby vryp začínal v substrátu minimálně 300 μm od rozhraní substrát/nástřík, procházel skrz celou tloušťku nástřiku a končil opět přibližně 300 μm od rozhraní nástřík/pryskyřice. Vzdálenost 300 μm je brána jako orientační s ohledem na velikost, tvar a rádius indentoru. V tomto případě byl použit Rockwellův indentor (HRC) s vrcholovým úhlem 120° a rádiusem 200 μm .

Dle doporučení normy a na základě zkušeností se rychlost posuvu stolku při tvorbě vrypu, tzv. „Scratch Speed“, nastavuje jako dvojnásobná hodnota vůči délce vrypu. Vzdálenost mezi jednotlivými rýhami by dle normy měla být 4 mm, avšak ze zkušeností plyne, že 3 mm jsou dostačující. Čištění indentoru se provádí papírovou utěrkou s izopropylalkoholem nebo brusným papírem se zrnitostí FEPA P4000 nebo P2400. Kontrola indentoru se provádí pomocí stereomikroskopu.

6.1.3 Hodnocení

Po výrobě rýh se doporučuje vzorek vložit do skleněné kádinky s etanolem a následně do ultrazvukové čističky. Tento postup zajistí odstranění volných částic nástřiku i pryskyřice z rýh, což usnadní hodnocení a fotografování povrchu. Často se stává, že se měkký vyoraný substrát nachází v blízkosti rozhraní a znemožňuje hodnocení poškození právě na rozhraní, což může být potenciálním problémem. Čištění v ultrazvukové čističce tomuto problému částečně předchází.

V případě použití pryskyřice DuroFast je nutné zajistit vodivé spojení mezi vzorkem a stolcem v elektronovém mikroskopu. Pokud je použita pryskyřice PolyFast, toto opatření není nutné.

Je vhodné pojmenovávat vzorky, zatížení a rýhy postupně. Například Vz.1_5N_1, Vz.1_75N_8. Záznamy o nalezeném poškození by měly být vedeny v připraveném záznamu o zkoušce (obr. 1).

Je nezbytné pořídit snímek každé rýhy. Ideálně celé rýhy, pokud to však není možné nebo vhodné, stačí zachytit rozhraní substrát/nástřík a nástřík/pryskyřice s dostatečným přesahem, aby bylo možné pozorovat i kužel a poškození kolem něj (Obr. 2). Dále je nutné detailně studovat rozhraní substrát/nástřík/rýha a hledat případné adhezní poškození; pokud k němu dojde, je nutné pořídit detailní snímek. Následně je třeba hledat trhliny vycházející ze samotné rýhy do nástřiku a pořídit snímek charakteristického poškození ve tvaru kužele na rozhraní nástřík/pryskyřice. V závislosti na typu poškození se pořadí vzorku zaznamenává do záznamu o zkoušce. Jedna rýha bude zapsána pouze v jednom sloupci, tom, jehož poškození je nejkritičtější. Pokud dochází k poškození pouze v kuželu, zapíše se pořadí rýhy do sloupce „Bez poškození“. Pokud dochází ke koheznímu poškození, které je charakteristické šířením trhlín z rýhy do nástřiku, zapíše se pořadí rýhy do sloupce „Kohezní poškození“. Analogicky to platí v případě poškození adhezního.

a vypočítá se jejich průměr. Tento průměr se následně vynásobí deseti pro normalizaci výsledků na 10 vrypů. Tento přepočet se používá v případech, kdy nebyl na každé hladině zatížení a na každém vzorku vytvořen stejný počet vrypů. Dále je možné sestrojit například graf vývoje sumy ploch kuželů jednotlivých vzorků a sledovat, zda dochází k lineárnímu nebo jinému nárůstu plochy s rostoucím zatížením.

Nyní je možné vytvořit tabulku všech kritérií pro hodnocení a seřadit do ní jednotlivé vzorky. Primárním hodnotícím kritériem je normálová síla, při které ještě nedošlo k převaze adhezního poškození (vyšší hodnota je lepší). V případě shody několika vzorků na jedné hladině zatížení rozhoduje délka adhezních trhlin, poté délka kohezních trhlin, velikost vrcholového úhlu a plocha kužele (vždy menší hodnota je lepší).

6.2 PŘÍLOHA 2: METALOGRAFICKÁ PŘÍPRAVA CS NÁSTŘIKŮ

6.2.1 Řezání

Řezání bylo prováděno v závislosti na velikosti vzorku a požadované přesnosti řezu buď na přesné pile Brillant 220 (QATM GmbH, Německo), nebo ruční pile Discotom 2 (Struers GmbH, Německo). V závislosti na tvrdosti nástřiku a substrátu byly zvoleny řezné kotouče z Al_2O_3 nebo kotouče diamantové. Klíčovým faktorem při řezání je synchronizace otáček kotouče a polohy rozhraní substrát/nástřík. Směr řezání a pohyb kotouče musí směřovat od nástřiku k substrátu, aby se zabránilo vytváření napětí na rozhraní a minimalizovalo se riziko delaminace. Doporučuje se volit co nejvyšší rychlost řezání.

6.2.2 Lisování (zalévání)

Pro materiály citlivé na teplotu se doporučuje lisování za studena. Je však nutné zohlednit, že pryskyřice používané pro lisování za studena vykazují vysoké smrštění při tuhnutí, což může při následném broušení vést k poškození nástřiků s nízkou adhezí a kohezní pevností kvůli nedostatečné podpoře vzorku. Pro materiál IN713LC nedochází při teplotách běžných pro lisování za tepla (180 °C) k žádnému ovlivnění materiálu. Lze tedy použít pryskyřice z rodiny termoplastů nebo termosetů, například na bázi bakelitu, epoxidu nebo akrylu. Ideálními kandidáty jsou DuroFast nebo PolyFast (obě od Struers). Pro pozorování vzorků v elektronovém mikroskopu se doporučuje PolyFast obsahující grafitové částice. Vzorky zalité v DuroFastu lze také pozorovat, pokud je spojení povrchu vzorku s manipulačním stolek elektronového mikroskopu zajištěno uhlíkovou páskou. Výhodou DuroFastu je jeho tvrdost a minimální smrštění. V obou případech je vhodné nejprve do lisovací komory vložit vzorky a zasypat je malým množstvím pryskyřice s jemnou frakcí, aby bylo zajištěno pevné rozhraní mezi pryskyřicí a vzorkem a vzorek měl dostatečnou podporu okolní matrice. Tento postup je klíčový pro eliminaci potenciální dekoheze či delaminace nástřiku během broušení a leštění. Stejný postup je efektivní i při lisování více vzorků do jednoho puku (metalografického výbrusu). Po vložení vzorků do komory je nutné doplnit předepsané množství pryskyřice s normální frakcí. Pryskyřici s jemnou frakcí lze připravit předem pomocí hmoždíře a tlouku nebo pečlivě vybrat jemnou frakci z butyly, ve které se vždy určité množství jemné frakce nachází.

6.2.3 Broušení a leštění

U tvrdých materiálů, jako je IN713LC (~400 HV) nebo CS nástřik z IN713LC (~800 HV), je nutné používat vyšší přítlak. Nicméně, s ohledem na přítomné rozhraní je třeba přítlak volit opatrně. Broušení a leštění probíhalo na zařízeních DAP-V s unašečem vzorků Pedemin-2 a LaboPol-20 s unašečem LaboForce-50 (Struers GmbH, Německo). Pokud není nutné srovnání plochy vzorku a větší úběr materiálu, lze začít na brusných papírech FEPA P500. V případech, kdy je nutné srovnat plochu vzorku nebo kvalita jeho povrchu po lisování vyžaduje hrubší úpravu, doporučuje se začít s papírem P80 nebo P120. Místo brusných papírů lze použít MD Piano, kde jsou částice brusiva zality v pryskyřici, což zajišťuje delší životnost a vyšší rovinnost vzorku. Brusné kotouče je však nutné přebrušovat.

Otáčky unašeče vzorků a kotoučů nebo papírů během broušení i leštění by měly být sousledné, např. 300/150 při broušení a 150/150 při leštění. Každý krok broušení (P220, P500, P1200, P2400, P4000) by měl trvat maximálně 2 minuty, pokud není nutné odebrat větší množství materiálu. Je důležité zajišťovat průběžné smáčení vodou a důkladné oplachování unašeče brusných papírů nebo kotoučů a také vzorků mezi jednotlivými kroky. Následuje leštění na leštících plátnech s použitím diamantové pasty a etanolu jako smáčedla. Přítlak může zůstat stejný, ale časy leštění na 3 μm a 1 μm by měly být prodlouženy na 3 až 5 minut. Pokud jsou po leštění pastou 3 μm na vzorku viditelné škrábance, jedná se o běžné chování materiálu; pasta s částicemi o velikosti 1 μm často tento problém vyřeší. Z hlediska dávkování pasty je vhodné dodržovat pravidlo „třech берушек“, více pasty není potřeba.

6.2.4 Leptání

Pro pozorování mikrostruktury lze použít několik metod. První možností je leštění/leptání pomocí OPS (roztok s koloidním SiO_2 o velikosti 0,05 μm) na stejném zařízení jako broušení a leštění, pouze s rozdílnou podložkou (OP-Chem), která disponuje speciální tkaninou. Následně je třeba vzorek důkladně omýt, ideálně v ultrazvukové čističce, v kádince s etanolem.

Druhou možností je použití vibrační leštičky (QPol Vibro, QATM GmbH, Německo) s OPS (non-dry), kde lze vzorek doleštit pro pozorování v elektronovém mikroskopu. Tento postup je vhodný například pro pozorování mikrostruktury prášku, vykopávání lamely z výbrusu prášku či nástřiku nebo pro EBSD analýzu. Doba leštění může trvat od několika minut až po desítky hodin.

Pokud tento přístup není dostatečný pro zamýšlené analýzy, lze využít konvenční leptání v roztocích kyselin zvaných Marble nebo Kallings, které jsou vhodné pro IN713LC. V krajních případech lze použít elektrolytické leštění (LectroPol-5, Struers GmbH, Německo) v roztoku kyseliny octové (94 %) a kyseliny chloristé (6 %).