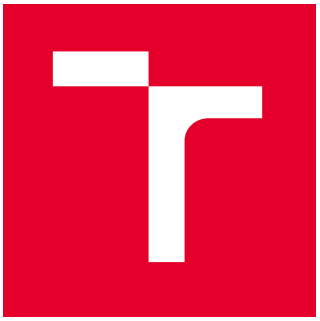


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

VÝVOJ NÁSTŘIKŮ SLITINY TI-6AL-4V VYROBENÝCH TECHNOLOGIÍ COLD SPRAY

DEVELOPMENT OF TI-6AL-4V ALLOY COATINGS PRODUCED BY COLD SPRAY TECHNOLOGY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE — **Bc. Kristýna Ballayová**
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE — **Ing. Lukáš Řehořek, Ph.D.**
SUPERVISOR

BRNO 2024

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Studentka:	**Bc. Kristýna Ballayová**
Studijní program:	Materiálové inženýrství
Studijní obor:	bez specializace
Vedoucí práce:	**Ing. Lukáš Řehořek, Ph.D.**
Akademický rok:	2023/24

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

Vývoj nástřiků slitiny Ti–6Al–4V vyrobených technologií cold spray

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Cold Spray je proces, který využívá vysokou rychlost proudění částic kovového prášku k jejich adhezi na povrch substrátu. Při nástřiku Ti–6Al–4V dochází k tvorbě porézní struktury a snížení mechanické pevnosti materiálu. Pro zlepšení mechanických vlastností se často využívá metoda nazývaná HIP (hot isostatic pressing). Tato technologie spočívá v exponování materiálu vysokému tlaku a teplotě, což umožňuje zlepšení hustoty materiálu a odstranění vnitřních vad. Proces HIP snižuje porozitu materiálu a zvyšuje jeho mechanickou pevnost a únavovou životnost. Práce tedy bude zaměřena na studium mikrostruktury a mechanických vlastností nástřiků před a po HIP.

Cíle diplomové práce:

1) Charakterizace problémů spojených s nástřiky Ti–6Al–4V pomocí technologie Cold Spray.
2) Studium vlivu technologie Hot Isostatic Pressing (HIP) na nástřiky Ti–6Al–4V.
3) Hodnocení mechanických vlastností nástřiků Ti–6Al–4V po aplikaci technologie HIP.
4) Porovnání výsledků s dostupnou vědeckou lieraturou.

Seznam doporučené literatury:

PAPYRIN, A. Cold spray technology. First edition. London: Elsevier, 2007. ISBN 00-804-5155-1.

VILLAFUERTE, J. ed. Modern cold spray: materials, process, and applications. First edition. Cham: Springer, 2015. ISBN 978-3-319-16771-8.

MORIDI, A., HASSANI-GANGARAJ, S., GUAGLIANO, M. a DAO, M. Cold spray coating: review of material systems and future perspectives. Surface Engineering. 2014, 36(6), 369-395. DOI: 10.1179/1743294414Y.0000000270.

YIN, S., CAVALIERE, S., ALDWELL, B. Cold spray additive manufacturing and repair: Fundamentals and applications. Additive Manufacturing. 2018(21), DOI: https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.04.017.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2023/24

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc. ředitel ústavu	doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D. děkan fakulty

ABSTRAKT

Metodě cold spray (CS) je pro její nesporné výhody oproti konvenčním metodám věnováno čím dál tím více pozornosti jak v oblasti výzkumu a vývoje, tak v průmyslovém sektoru. Vhodnost použití ale závisí na požadovaných vlastnostech nástřiku i na povaze používaných materiálů. Tato práce poskytuje vhled do problematiky cold spray obecně i v kontextu použitého materiálu nástřiku – Ti-6Al-4V. Byla studována odezva na několik sad parametrů izostatického lisování za tepla (také HIP *z angl. hot isostatic pressing*), přičemž pozornost byla věnována nejen nástřiku, ale i substrátu z hliníkové slitiny Al 2618. Volba parametrů izostatického lisování za tepla, především teploty, byla kompromisním řešením s ohledem na teplotní odolnost materiálu substrátu a běžné hodnoty tohoto procesu při zpracování materiálu nástřiku. Výsledky praktických analýz ukazují, že i přes snahu najít parametry HIP vyhovující oběma omezením, nedošlo ke zlepšení nejpodstatnějších vlastností nástřiku. Naopak, proces HIP vedl k určitému zhoršení vlastností substrátu z hliníkové slitiny. Tato zjištění poskytují informace pro budoucí optimalizaci procesu a upozorňují na potřebu dalšího výzkumu v oblasti kombinace těchto materiálů a technologií.

Klíčová slova

Cold spray, titanové slitiny, hliníkové slitiny, izostatické lisování za tepla

ABSTRACT

The cold spray method is receiving more and more attention both in research and development and in the industrial sector due to its undeniable advantages over conventional methods. However, the suitability of its application depends on the desired properties of the coating and the nature of the materials used. This work provides insight into cold spray in general and in the context of the spray material used – Ti-6Al-4V. The response to several sets of hot isostatic pressing (HIP) parameters was studied, with attention paid not only to the coating but also to the Al 2618 aluminium alloy substrate. The choice of hot isostatic pressing parameters, especially temperature, was a compromise solution with respect to the temperature resistance of the substrate material and the common values of this process in the processing of the spray material. The results of the practical analyses show that despite the efforts to find HIP parameters satisfying both constraints, the most essential properties of the coating were not improved. On the contrary, the HIP process led to a certain deterioration of the properties of the aluminium alloy substrate. These findings provide information for future process optimization and highlight the need for further research into the combination of these materials and technologies.

Key words

Cold spray, titanium alloys, aluminium alloys, hot isostatic pressing

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

BALLAYOVÁ, Kristýna. *Vývoj nástřiků slitiny Ti-6Al-4V vyrobených technologií cold spray*. Brno, 2024. Dostupné také z: https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/157442. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Lukáš Řehořek.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem *diplomovou* práci na téma **Vývoj nástřiků slitiny Ti-6Al-4V vyrobených technologií cold spray** vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který tvoří přílohu této práce.

V Brně dne

Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji tímto Ing. Lukášovi Řehořkovi Ph.D. a doc. Ing. Liborovi Pantělejevovi Ph.D. za cenné připomínky a rady, které mi poskytli při vypracování závěrečné práce. Děkuji také Ing. Dině Kičmerové Ph.D., Ing. Ondřejovi Manovi Ph.D. a Mgr. Janovi Čuperovi Ph.D. za pomoc při analýzách v oblasti elektronové mikroskopie. Velký dík patří také Ing. Markovi Doubravovi za pomoc a podporu při vypracování práce.

Část práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CzechNanoLab (ID LM2023051, MŠMT, 2023–2026), CEITEC Vysoké učení technické v Brně.

OBSAH

ÚVOD 10
TEORETICKÁ ČÁST 12
1 Cold spray 12
1.1 Kritická rychlost 13
1.2 Teplota a tlak 14
1.3 Zařízení 16
1.3.1 Vysokotlaký CS – HPCS (High Pressure Cold Spray) 17
1.3.2 Nízkotlaký CS – LPCS (Low Pressure Cold Spray 18
1.4 Mechanismy na rozhraní 18
1.4.1 Adiabataická smyková nestabilita 21
1.4.2 Vytvoření vazby 22
2 Materiály 25
2.1 Titan a jeho slitiny 25
2.1.1 Výroba titanu 25
2.1.2 Slitiny titanu 27
2.1.3 Vlastnosti a mikrostruktura Ti-6Al-4V 28
2.2 Ti-6Al-4V a Cold Spray 31
2.2.1 Cold spray jako aditivní technologie 31
2.3 Příprava prášku 35
2.4 Mikrostruktura 37
3 Porozita a HIP 41
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST 51
4 Materiály 51
4.1 Al 2618 51
4.2 Ti-6Al-4V 53
5 Parametry nástřiku 56
6 Parametry HIP 59
VÝSLEDKY A DISKUZE 60
7 Mikrotruktura 60
8 Mikrotvrdost 70
9 Porozita 74
10 Míra deformačního zpevnění nástřiku 77
10.1 Příprava vzorků pro EBSD 77
10.2 EBSD analýza a vyhodnocení 79
11 Pevnostní vlastnosti substrátu 84
11.1 Tažnost a kontrakce substrátu 86

12 Fraktografie 90
ZÁVĚR 93
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ 95
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK 100

ÚVOD

Technologický vývoj posledních desetiletí lze popsat exponenciální křivkou, což znamená, že neustále zrychluje svůj růst. Pro odvětví průmyslu a materiálového inženýrství to znamená stále vyšší nároky na rychlost, efektivitu a udržitelnost. Jedním z přístupů, jak tyto cíle naplnit, je aplikace nejnovějších poznání z oblasti vědy a implementace poznatků do pokročilých výrobních technologií, které umožní zvýšit produktivitu ale i vylepšovat konečné vlastnosti produktů. [1]

V rámci takového vývoje hrají klíčovou roli technologie povrchových úprav, které umožňují zlepšovat povrchové vlastnosti, aditivní technologie zlepšující efektivitu využívání zdrojů a technologie oprav poškozených součástí. Všechny zmíněné oblasti lze v určitých kontextech pokrýt stále vyvíjející se metodou cold spray. Fyzikální princip byl poprvé studován v průběhu 20. století, praktické použití začalo až v 80. letech 20. století. Komerční rozvoj metody nazývané "pokovování kinetickou energií", „kinetické rozprašování", „depozice v pevné fázi" nebo „depozice vysokorychlostního prášku" začal teprve na počátku 21. století; od té doby stále expanduje ze sektoru výzkumu a vývoje do průmyslu. Jedná se o metodu nanášení materiálu v podobě malých částic, kdy lze volbu tloušťky nástřiku přizpůsobit proces aplikaci, jako je tvorba tenkých vrstev různorodých materiálů, tvorba objemových těles nebo oprava poškozených dílů. Pro tyto účely lze používat materiály různých druhů jako jsou čisté kovy, slitiny, polymery nebo různé kombinace při použití více složek s odlišnými vlastnostmi, například kombinace houževnatějšího kovu a tvrdší keramiky. [2] [3]

Metodou cold spray lze tedy kombinovat materiály, které se liší tvrdostí, hustotou nebo bodem tání, jako je tomu v případě této práce. Jedním z cílů práce je hodnotit vlastnosti cold spray nástřiků slitiny Ti-6Al-4V, přičemž je důležité brát ohled na vlastnosti substrátu, kterým je hliníková slitina Al 2618. Oba tyto materiály pro svůj dobrý poměr pevnosti a hustoty nacházejí své uplatnění především v letectví a kosmonautice.

S neustálým vývojem jsou kladeny stále náročnější požadavky na funkci součástí a vlastnosti materiálů, konvenční výrobní procesy a zavedené materiály už často nesplňují potřeby aplikací. Nahrazení stávajícího materiálu za kvalitnější ale může být ekonomicky příliš náročné. Jedním z možných přístupů k této problematice je tvorba povlaku, čímž dojde k menším zásahům do již zaběhnutého výrobního procesu součásti a k menším nárokům na množství potenciálně nově používaného materiálu. Metoda cold spray je v tomhle směru slibným kandidátem pro tvorbu povlaku; na rozdíl od konvenčních metod nástřiku totiž nepracuje s příliš vysokými teplotami, které by mohly vést k degradaci vlastností použité hliníkové slitiny.

Přes všechny výhody cold spray musí ale tato metoda při nástřiku slitiny Ti-6Al-4V překonat velkou výzvu: nástřiky slitiny vykazují vysokou porozitu. Metoda cold spray využívá plastické deformace dopadajících částic, ta je mimo jiné ovlivněna mechanickými vlastnostmi použitého materiálu. Slitina Ti-6Al-4V se řadí mezi materiály s vysokou tvrdostí a pevností, čímž je snížena dostupnost plastické deformace částic pro tvorbu kompaktního materiálu a v deponovaných vrstvách se vyskytuje velké množství pórů. Vysoká porozita materiálu (ať už jako samostatného tělesa nebo povlaku) vede ke snížení pevnosti a únavové životnosti. Toto zhoršení je, nejen v letectví a kosmonautice, pro správnou funkci nepřípustné.

Pro překonání těchto problémů se používá izostatické lisování za tepla. Jedná se o proces, během kterého je materiál vystaven vysokému tlaku a teplotě, což vede k odstranění vnitřních vad a ke snížení porozity materiálu. Parametry procesu se volí s ohledem na materiál. Jedná-li se o nástřik na substrát jiného materiálu, je volba teploty procesu omezena materiálem s nižším bodem tání.

Přestože se pro proces HIP slitiny Ti-6Al-4V běžně používají teploty nad 900 °C, v této práci byla teplota omezena materiálem substrátu více než o třetinu.

Následující kapitoly pojednávají o metodě cold spray obecně, o materiálech použitých v práci a o účincích izostatického lisování za tepla. Nakonec je zkoumán vliv osmi navržených kombinací parametrů HIP na nástřiky slitiny Ti-6Al-4V zhotovené metodou cold spray na substrát slitiny Al 2618. Jelikož se jedná o konkrétní potenciální aplikaci, nelze brát v úvahu pouze vliv na nástřik bez znalosti účinků provedeného procesu na substrát.

TEORETICKÁ ČÁST

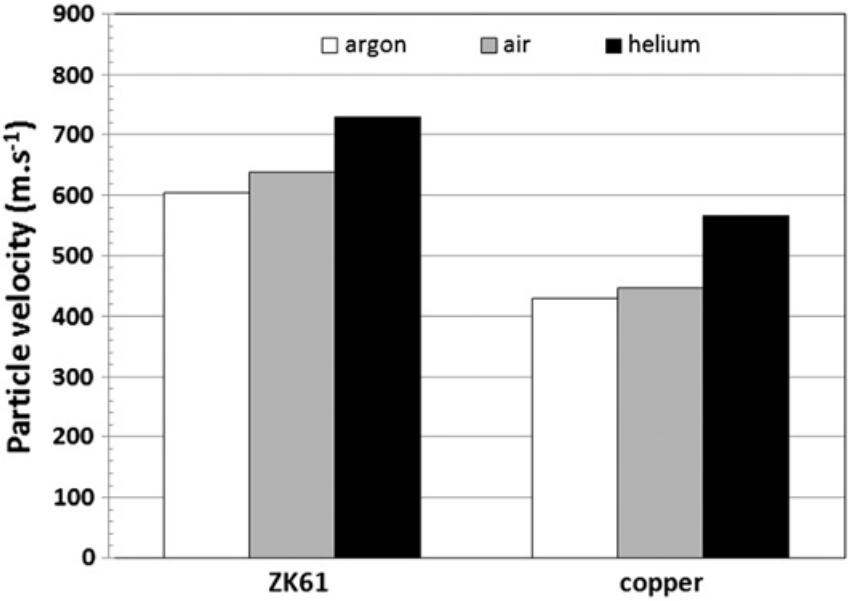
1 Cold spray

Hlavním atributem metody cold spray je vznik povlaku, kdy je téměř veškerý substrát i nanášený materiál po celou dobu procesu v pevném stavu. Podkladový materiál je vystaven proudu malých částic o definovaném tvaru a velikosti, které jsou unášeny supersonickým proudem plynu. Ten je urychlován v Lavalově dýze. Po dopadu částice na povrch dochází k vytvoření metalurgické a mechanické vazby, z čehož plynou mnohé, níže zmíněné, výhody metody. Toto navázání je podmíněno dosažením kritických parametrů, zejména kritické rychlosti dopadajících částic, která je závislá na materiálu a teplotě. Částice prášku za vhodných podmínek ulpívají na povrchu a tvoří tak vrstvu nebo (při vyšším počtu vrstev) objekt na povrchu substrátu. [4]

Metoda cold spray odstraňuje častá omezení konvenčních metod termálních nástřiků jako jsou: [4] [3]

- Tavení prášku – přestože může být nosný plyn předehříván až na 1 000 °C, v trysce dochází k jeho expanzi a tím k poklesu teploty i tlaku, doba kontaktu nosného plynu a nanášeného materiálu je navíc velmi krátká, částice se tak při pohybu nadzvukovou rychlostí netaví.
- Růst zrna – jsou tak zachovány požadované mechanické a fyzikální vlastnosti. Na mikrostruktuře, povrchu a velikosti zrna je závislá zejména únavová životnost.
- Fázové přeměny
- Oxidace – při nanášení povlaků termálními nástřiky se vlivem oxidace kapky „za letu“ tvoří vnitřní oxidové inkluze, následná oxidace je pak důvodem přítomnosti mezivrstev oxidů. V povlacích vytvořených metodou cold spray je obsah kyslíku stejný nebo nižší oproti obsahu v původním prášku. Nárazem částice je tenká oxidová vrstva narušená a unášena proudem plynu. Lze tak nanášet materiály s prvky s vysokou afinitou ke kyslíku, jako je např. měď nebo titan, aniž by byly významně postiženy oxidací.
- Reziduální napětí – povlaky nanášené termálními nástřiky se při tuhnutí smršťují, v povrchové vrstvě tak zůstává tahové napětí. Metoda cold spray využívá „pěchování“ dopadajících částic a v povrchové vrstvě působí tlaková napětí i bez dalších úprav, což má za následek zejména zvýšení únavové životnosti.
- Pórovitost – deformace s velkou rychlostí lokálně vytváří dodatečnou tepelnou energii na rozhraní mezi částicemi. To může mít za následek vznik par nanášeného materiálu, které následně kondenzují a vyplňují tak prostor dutin a trhlin.
- Použití rozpouštědla – metodou cold spray se nanáší přímo požadovaný materiál bez přítomnosti jiné fáze, která by fungovala jako nosič média nebo rozpouštědlo.

Důležitým faktorem pro úspěšnou depozici částic je nosný plyn. Obr. 1 porovnává rychlost částic v závislosti na použitém nosném plynu při depozici ZK61 (hořčíkové slitiny) a mědi.



Obr. 1: Rychlost částic jako funkce druhu nosného plynu
Particle velocity – rychlost částice, air – vzduch, copper – měď [5]

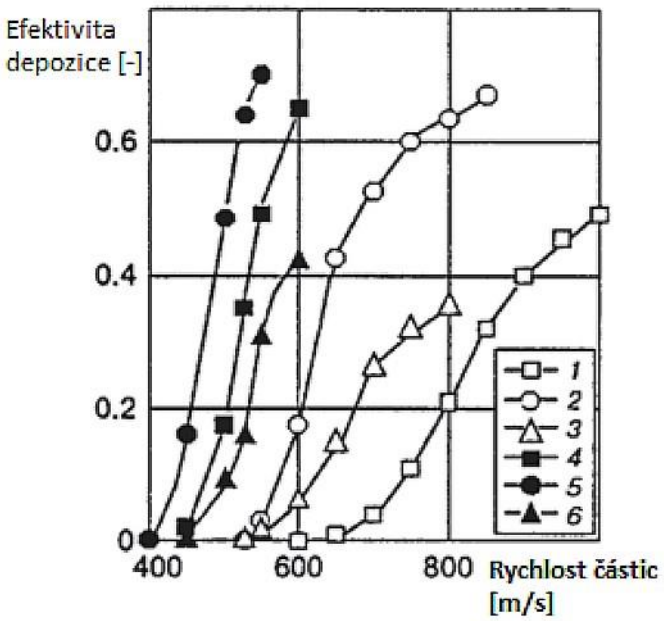
Nejvyšší rychlost částic byla dosažena při použití helia, nejnižší rychlost při použití argonu. Rychlost je částici dána rychlostí molekul plynu, tento jev lze tedy vysvětlit pomocí Maxwellovy rychlostní distribuce, která udává pravděpodobnost, se kterou molekula plynu pohybuje danou rychlostí. Velikost střední rychlosti molekuly $\bar{v}$, která je určena průměrem přes všechny velikosti rychlostí molekul, je dána rovnicí

$$\bar{v} = \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}} \tag{1}$$

kde R je molární plynová konstanta, T je teplota plynu a M je molární hmotnost plynu. Uvažujeme-li konstantní podmínky (tlak, teplota, geometrie trysky, velikost a tvar částic…), jediný vliv na velikost střední rychlosti částic má molární hmotnost použitého plynu. Molární hmotnost helia je asi sedmkrát nižší než molární hmotnost vzduchu a téměř desetkrát nižší než molární hmotnost argonu. Po dosazení příslušných M do rovnice vychází, že velikost střední rychlosti částic bude vyšší při použití helia, což souhlasí s experimentálně určeným rozdílem mezi rychlostmi z Obr. 1. Použití čistého helia ale zvyšuje výrobní náklady, proto se v praxi často používá jako nosný plyn směs helia s dusíkem. [5][6][7]

1.1 Kritická rychlost

Kritická rychlost je nejdůležitější veličina, která rozhoduje o depoziční efektivitě. Depoziční efektivita je určena jako poměr hmotnosti deponovaného materiálu k celkové hmotnosti materiálu určeného pro depozici. Velikost kritické rychlosti se pohybuje v závislosti na materiálu od 300 do 1400 m/s. Je-li rychlost částic nižší, dochází k erozi substrátu, tj. narušení povrchu substrátu a odražení částic. Jejich plasticita může být tímto procesem vyčerpána a částice se tak mohou stát nepoužitelnými pro další depozici. Přechod z neefektivní k efektivní depozici je s rostoucí rychlostí částic strmý, jak ukazuje Obr. 2, kritická rychlost se tak dá určit absolutně. [4][7]



Obr. 2: Závislost efektivity depozice na rychlosti, do které jsou částice urychlovány Urychlováno směsí He+vzduch za pokojové teploty:1 – Al, 2 – Cu, 3 – Ni Urychlováno zahřátým vzduchem: 4 – Al, 2 – Cu,3 – Ni; přeloženo [4]

Nad kritickou rychlostí existuje ale limit, nad kterým už nedochází k depozici částic a opět dochází k erozi substrátu a zhoršení kvality povrchu. Uvádí se, že tato horní hranice ideálních rychlostí se pohybuje okolo dvojnásobku velikosti kritické rychlosti. Tabulka 1 uvádí obě zmíněné rychlosti pro často používané materiály.

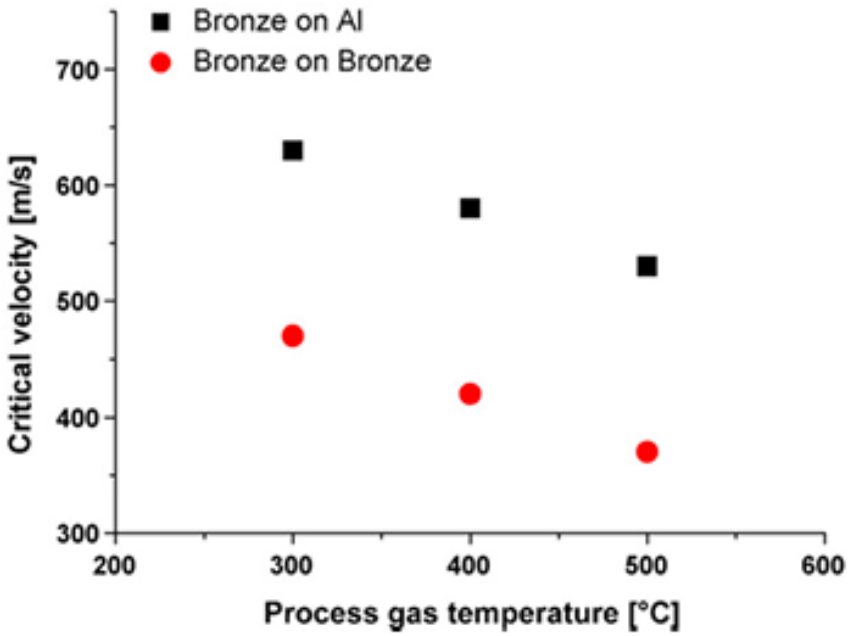
Tabulka 1: Kritická a erozivní rychlost vybraných materiálů

Materiál	Kritická rychlost [m/s]	Erozivní rychlost [m/s]	Literatura
Al	625	1250	[8]
Cu	570	1000	[8]
Ti	700	1750	[8]
Ti64	750	2500	[9]

Nejvyšší efektivita depozice nastává při nižších (ale nadkritických) rychlostech, proto dosahování vyšších limitních rychlostí nebo rychlostí blížících se tomuto limitu nemá z praktického hlediska žádný význam. Kritická rychlost je tedy materiálová konstanta, zásadní vliv má ale také tlak nosného plynu a teplota. [4][7][10]

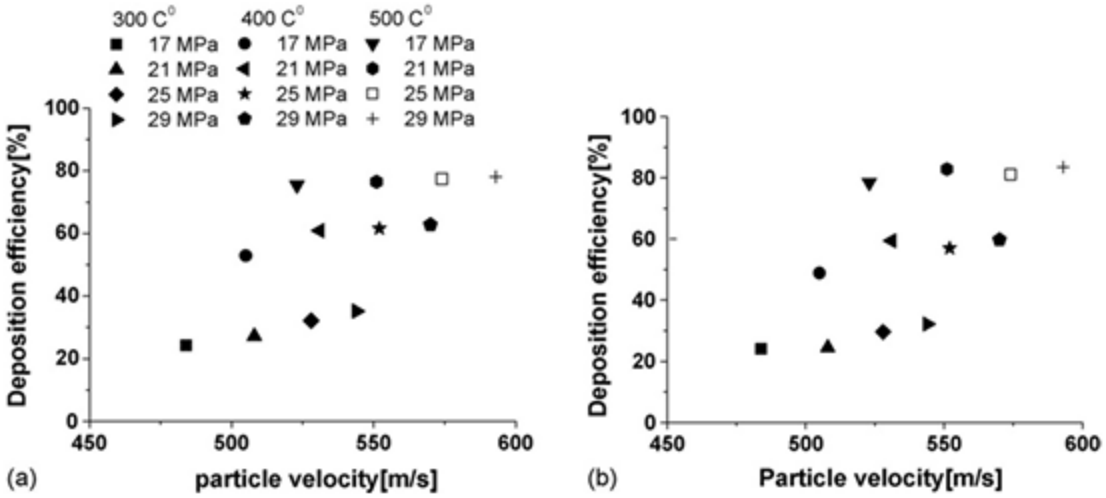
1.2 Teplota a tlak

Procesní teplota má vliv nejen na teplotu dopadajících částic (přestože ke kontaktu plynu s částicemi dochází pouze po dobu v řádu jednotek mikrosekund), ale také na dopadovou rychlost částic. Korelace výsledných vlastností vrstev pouze s rychlostí při nárazu bez zohlednění teploty procesu může vést k nepřesným závěrům. Zvýšení teploty nosného plynu vede ke snížení kritické rychlosti, a tedy ke snížení požadované dopadové rychlosti. Obr. 3 porovnává kritické rychlosti bronzu (při depozici na bronz nebo na hliník) při různých teplotách. Zvýšením teploty plynu o 100 °C došlo ke snížení kritické rychlosti asi o 50 m/s ve všech případech. [10][11]



Obr. 3: Kritická rychlost pro depozici bronzu na bronzový nebo hliníkový substrát
Critical velocity – kritická rychlost
Process gas temperature – teplota procesního plynu [11]

Podobný vliv na kritickou rychlost má změna tlaku. Obr. 4 dává do souvislosti teplotu a tlak procesního plynu, kritickou rychlost a efektivitu depozice výše zmíněného bronzu na dva různé podklady. Zvýšením tlaku (při zachování stejné teploty) dochází ke zvýšení kritické rychlosti. Podobný trend, tedy zvýšení kritické rychlosti, může být následkem také zvýšení teploty při zachování konstantního tlaku plynu. Kritická rychlost je silně závislá na tlaku a teplotě, proto je při návrhu procesu nástřiku metodou cold spray nutné znát podmínky, při kterých byla hodnota kritické rychlosti určována. [11]

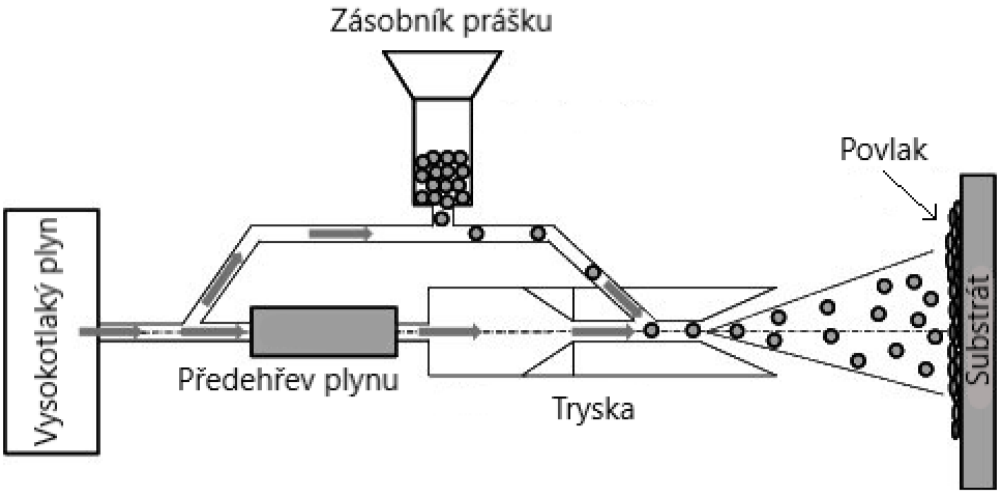


Obr. 4: Depoziční efektivita při různých kritických rychlostech za různých tlaků a teplot dusíku jako nosného plynu
Deposition efficiency – depoziční efektivita, particle velocity – rychlost částice [11]

Pro praxi je důležitým hlediskem depoziční efektivita. Z Obr. 4 vyplývá, že zvýšení efektivity depozice je možné zvýšením obou parametrů: teploty i tlaku. Zvýšená teplota může mít za následek změknutí částic, což je pro vazbu částice/substrát i částice/částice žádoucí.

1.3 Zařízení

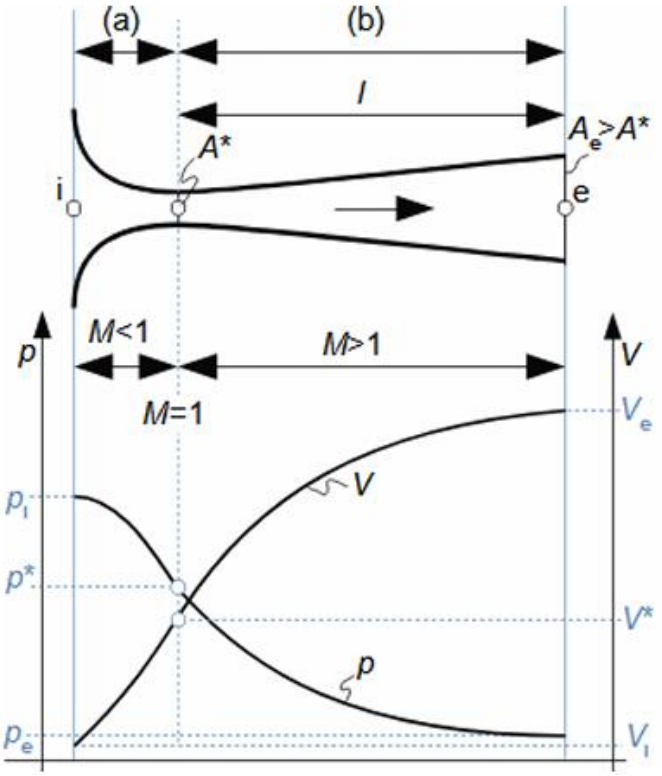
Obr. 5 ukazuje schéma systému cold spray. Jednou z nejvýznamnějších součástí systému je zbraň se zabudovanou tryskou de Lavalova typu, kde dochází k urychlování proudu plynu do nadzvukových rychlostí. Částice jsou podavačem přiváděny do proudu plynu ze zásobníku. Pracovní plyn je před vstupem do trysky předehříván ze dvou důvodů: pro urychlení plynu na vstupu a dosažení ještě větších rychlostí a jako kompenzace ochlazení vlivem rychlé expanze v konvergující-divergující trysce. [12]



Obr. 5: Schéma systému cold spray, přeloženo [13]

Plyn je přiváděn do trysky, kde expanduje; tepelná energie je přeměněna na kinetickou a plyn tak může dosahovat nadzvukových rychlostí. Výstupní rychlost plynu je ovlivněna mnoha faktory, jako je geometrie trysky, tlak plynu a jeho teplota. Lavalova (konvergující-divergující) tryska se používá pro dosažení nadzvukových rychlostí pomocí řízené expanze plynu za ústím konvergující části. Pokud plyn opustí konvergující trysku do volného prostoru, dochází vlivem srážek s molekulami okolního plynu k šikmým rázovým vlnám, které se odráží do proudu a brzdí tak expanzi. Z toho důvodu je za kritickým místem divergující část, která umožňuje plynulou expanzi a zamezuje vzniku rázů, proto plyn dosahuje vyšších rychlostí. [4][14]

Do proudu plynu je přiveden podavač prášku nanášeného materiálu. V závislosti na místě přivedení podavače do urychlovaného plynu jsou cold spray zařízení rozdělena na dva typy: nízkotlaký a vysokotlaký cold spray. Rozdělení plyne z průběhu tlaku plynu v Lavalově trysce, které schematicky popisuje Obr. 6.

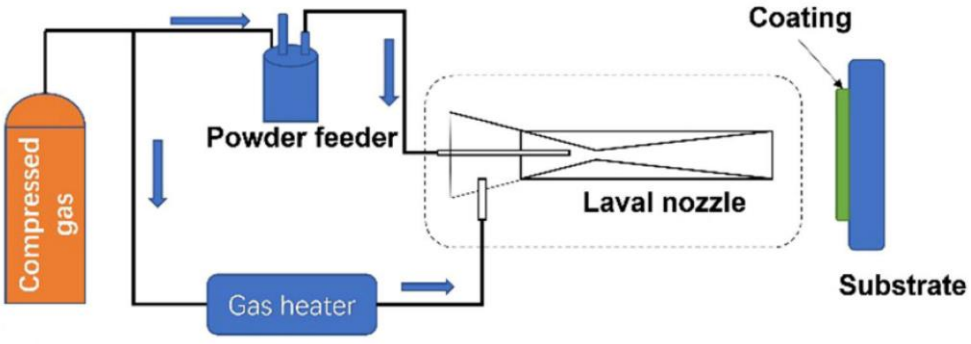


*Obr. 6: Průběh tlaku a objemu v kovregující-divergující trysce, a) konvergující část trysky, b) divergující část trysky, M – Machovo číslo, i – vstup trysky, e – ústí trysky, * - kritické parametry* [14]

V trysce dochází k urychlení plynu adiabatickou expanzí: tlak plynu klesá s rostoucím objemem bez výměny tepla s okolím. Konvergující část je tedy část s vysokým tlakem, divergující část je oblast nižšího tlaku v trysce. [14]

1.3.1 Vysokotlaký CS – HPCS (High Pressure Cold Spray)

Vysokotlaký CS, někdy také *upstream CS*, má podavač přiveden do vstupní části Lavalovy trysky, jak ukazuje Obr. 7. Jedná se o oblast před expanzí, tedy oblast vysokého tlaku.



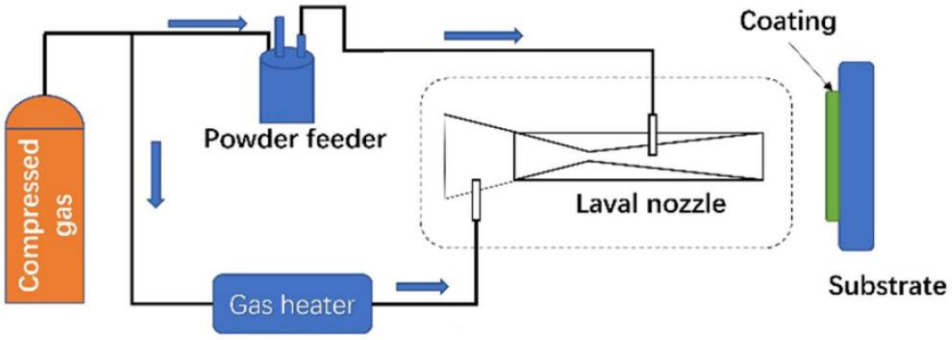
Obr. 7: Vysokotlaký cold spray – schéma
Compressed gas – stlačený plyn, Powder feeder – podavač prášku,
Laval nozzle – Lavalova tryska, Coating – Nástřik, Substrate – substrát [3]

Tento typ zařízení je náročnější z hlediska chlazení a tlaku v podavači – ten musí být vyšší než tlak v místě přívodu do trysky, aby se zabránilo zpětnému proudění částic do podavače.

Teplota předehřevu může dosahovat až 1000 °C, proto je HPCS využívá pro depozici materiálů s vysokou teplotou tavení. Doba interakce částic prášku a nosného plynu je delší, tento systém tak umožňuje dosáhnout vyšších výstupních rychlostí. Uvádí se, že rychlost částic se při tomto procesu pohybuje asi od 200 to 1200 m/s. Díky velkému průtoku plynu a rychlému podávání prášku (až 13,5 kg/h) je tento systém vhodný pro tvorbu silnějších vrstev a kompozitů. Vysokotlaký cold spray je vhodnější pro depozici obtížně deformovatelných materiálů jako jsou oceli, titan nebo některé superslitiny. [3][15][16]

1.3.2 Nízkotlaký CS – LPCS (Low Pressure Cold Spray

Nízkotlaký CS, někdy *downstream CS,* využívá přidání částic do proudu plynu až ve výstupní části Lavalovy trysky, tedy v oblasti nízkého tlaku, viz. Obr. 8.

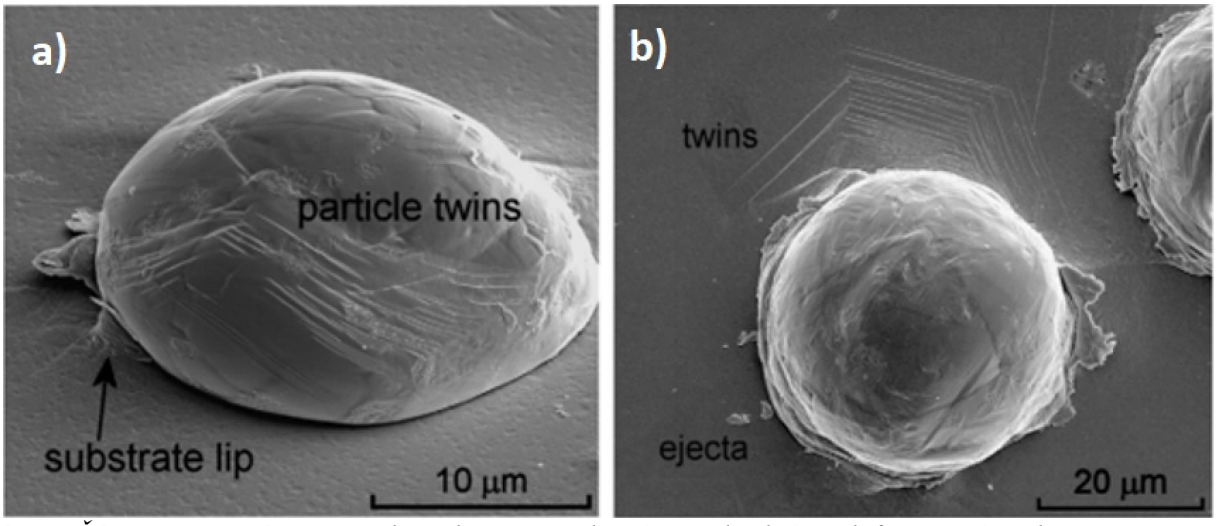


Obr. 8: Nízkotlaký cold spray – schéma [3]

Takto urychlené částice dosahují nižších rychlostí, běžně od 350 do 700 m/s, ale kratší doba interakce částic s plynem má za následek menší ohřev materiálu, LPCS je tedy vhodný pro nanášení materiálů s nízkou teplotou tavení nebo nízkou mezí kluzu, jako je například hliník nebo slitiny hořčíku. Je také eliminováno riziko ucpání hrdla trysky, protože jím nanášený materiál neprochází. Předehřev bývá maximálně do teploty 650 °C. Menší průtok plynu a pomalejší podávání prášku (3 kg/h) neumožňuje vytvářet masivní vrstvy v krátkém čase, systém je ale vhodný pro povlakování tenkými vrstvami například při výrobě elektronických součástí. [3][15][16]

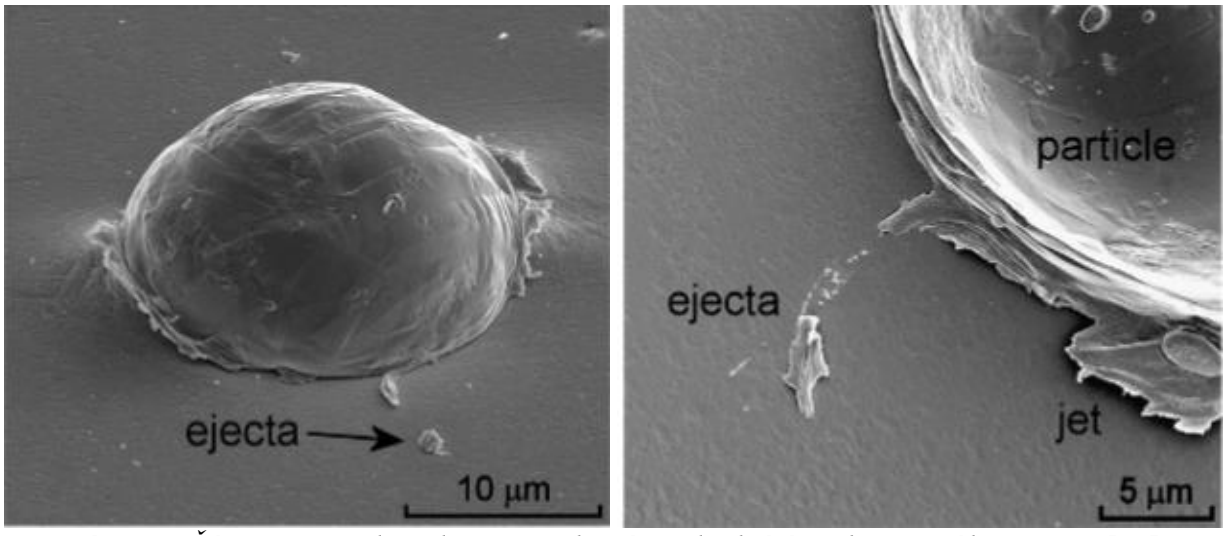
1.4 Mechanismy na rozhraní

Přestože proces depozice částic na substrát probíhá za zvýšených teplot, rychlosti deformace jsou tak extrémní, že lze uvažovat vysoký stupeň deformace. Vysoký stupeň deformace vede ke dvojčatění na částici (Obr. 9 a)) i na substrátu (Obr. 9 b)), přičemž deformační dvojčata na substrátu mohou být pozorována až do vzdálenosti jednoho průměru částice od jejího okraje. [17]

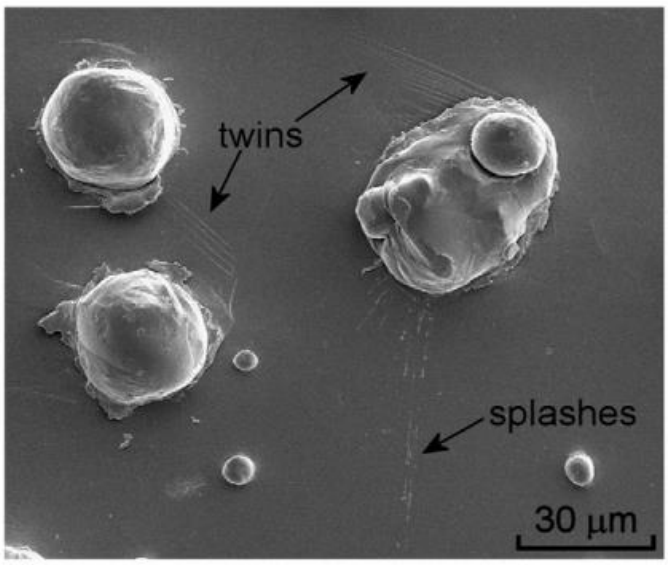


Obr. 9 Částice (particle) Ti po dopadu na Ti substrát s viditelnými deformačními dvojčaty (twins), a) na částici, b) na substrátu [17]

V některých případech dochází k odtržení materiálu, který odletí a ulpí na povrchu ve vzdálenosti několika mikrometrů od částice. Tento útržek je na Obr. 10 označen jako „ejecta“. V krajní oblasti kontaktu substrátu a částice je predikován prudký nárust teploty oproti ostatním místům, což může mít za následek až lokální natavení materiálu. V tomto případě jsou na povrchu pozorovatelné stříkance, pozorovatelné na Obr. 11 jako „splashes“, jako důsledek rozstřiku nataveného materiálu při dopadu částice. [17]

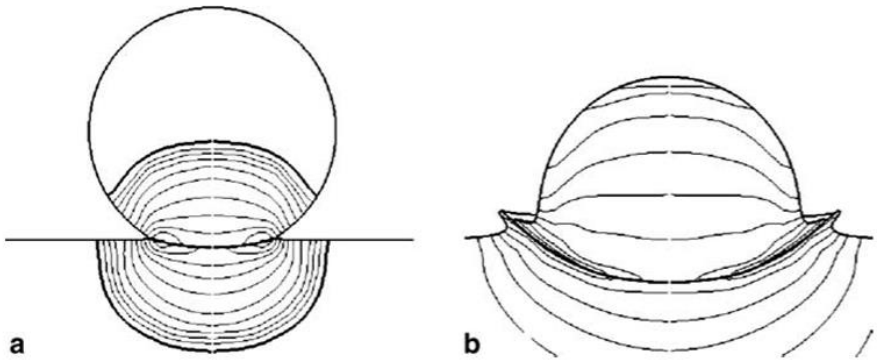


Obr. 10: Částice Ti po dopadu na Ti substrát, viditelný útržek materiálu – ejecta [17]



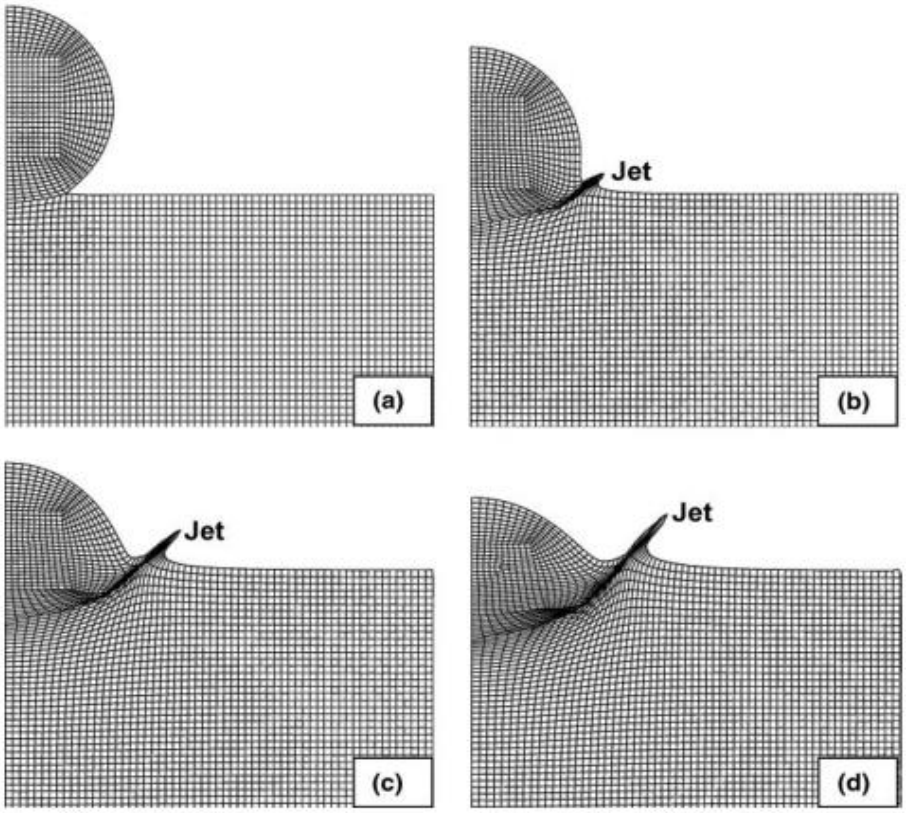
Obr. 11: Částice Ti po dopadu na Ti substrát, viditelné rozstřiky (splashes) a def. dvojčata (twins) [17]

Jedním z podstatných jevů při depozici částic je plastická deformace v částici i substrátu soustředěná v úzké oblasti v okolí rozhraní, jejímž produktem je mezifázový *„jet“* (může být přeloženo jako *výron*) z vysoce deformovaného materiálu. Dochází k němu vytlačením materiálu zpod dopadové plochy částice, kdy částice „zapluje“ do povrchu. Deformace při srážce částice se substrátem, vzhledem k velikosti částice, trvá obecně méně než 100 nanosekund, a tak může deformace dosahovat rychlostí až 10^9 s^{-1}. Při dopadu vzniká silné tlakové pole, které se radiálně šíří celým objemem částice i povrchem substrátu. Rozvoj a postup tlakové vlny je schematicky zobrazen na Obr. 12.



Obr. 12: a) Rozvoj tlakového pole při dopadu, b) šíření pole po dopadu

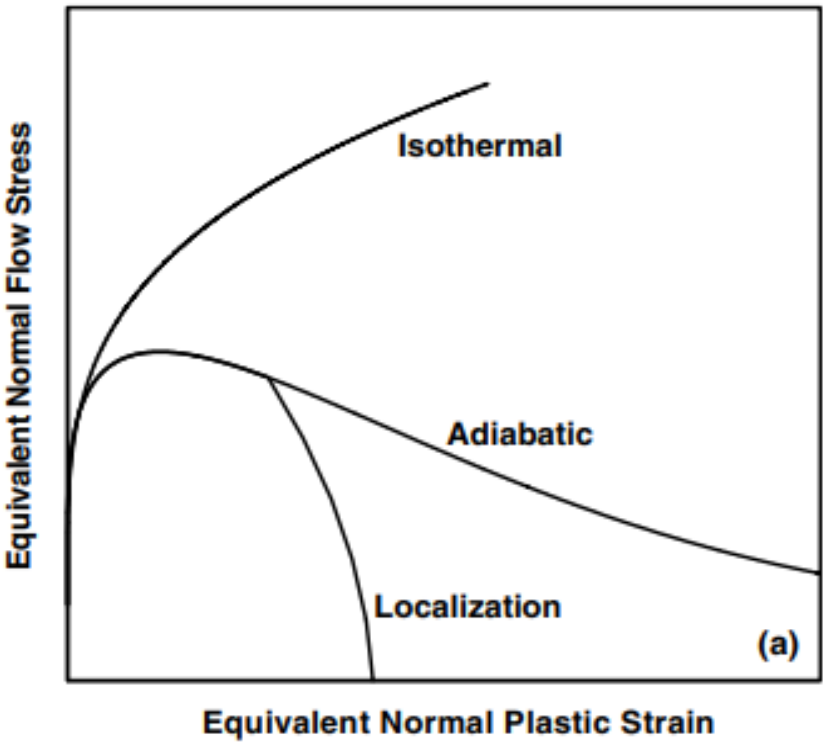
Tlakový gradient generuje smykové napětí v částici i v substrátu, které vede k plastickému přetvoření – přesunu zasažené oblasti podkladového materiálu do stran. Plastická deformace částice a substrátu, která probíhá téměř za adiabatických podmínek, vede k vytvoření *jetu*. Rozvoj vysoce deformované oblasti rozhraní v čase je zobrazena na Obr. 13 a) – d). V tomto konkrétním příkladě jde o modelový výpočet pro dopadající měděnou částici při rychlosti 550 m/s. Pro různé kombinace materiálů dopadajících částic a substrátu platí, že s rostoucí dopadovou rychlostí částice se *jet* zužuje, což odkazuje na zvýšenou lokalizaci plastické deformace. [18] [17][4]



Obr. 13: Vývoj deformace dopadající částice a substrátu v čase po kontaktu, a) 4,4 ns, b) 13,2 ns, c) 22,0 ns, d) 30,8 ns [18]

1.4.1 Adiabataická smyková nestabilita

Adiabatická smyková nestabilita je fyzikální jev, který probíhá na rozhraní substrát/částice v okrajových oblastech kontaktu. Vlivem působení napětí za normálních podmínek roste v mnoha typech materiálů dislokační hustota, čímž se snižuje jejich plasticita. Křivka závislosti napětí na deformaci takového případu je schematicky znázorněna na Obr. 14 jako „Isothermal“. Při adiabatickém působení napětí je energie rozptýlena ve formě tepla, které zvyšuje teplotu materiálu, čímž materiál měkne a stává se poddajnější – dochází k poklesu pevnosti, jak je schematicky uvedeno na Obr. 14 křivkou „Adiabatic“. Plynulý pokles je možný pouze v materiálu s ideálně rovnoměrným rozložením napětí, deformace, teploty a s homogenní mikrostrukturou. V reálných materiálech dochází při adiabatických podmínkách a vysoké rychlosti deformace k vysoké lokalizaci smykového přetvoření (a růstu teploty), zatímco tahové přetvoření a zahřívání je v okolních oblastech zcela omezeno, což vede k absolutnímu poklesu napětí, jak je vidět na křivce „Localization“ na Obr. 14. Napětí a deformace v nejbližším okolí částice má při dopadu průběh podle této křivky. [18] [17]

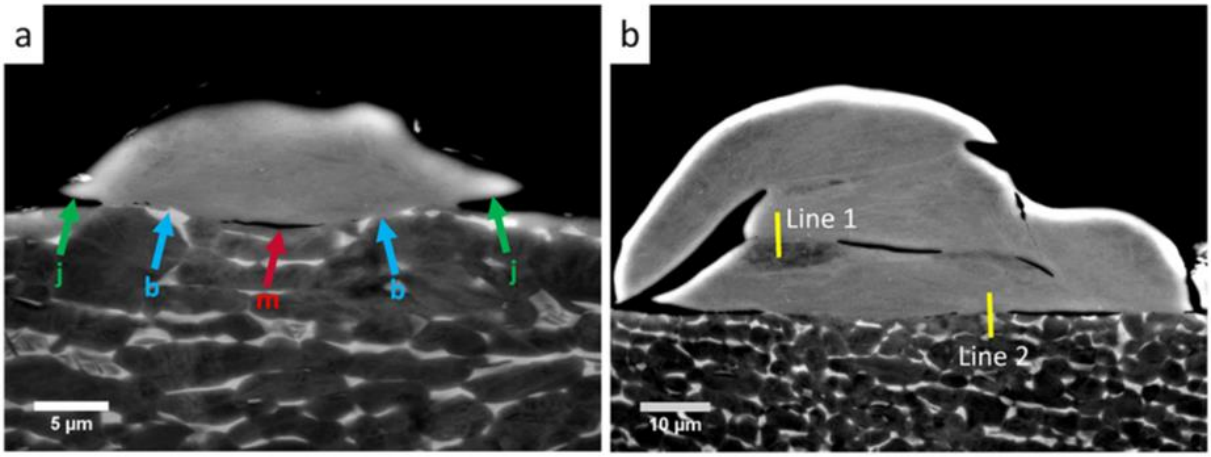


Obr. 14: Závislost napětí na deformaci při různých podmínkách namáhání, vodorovná osa: normálová plastická deformace (tahové přetvoření), svislá osa: normálové napětí [18]

1.4.2 Vytvoření vazby

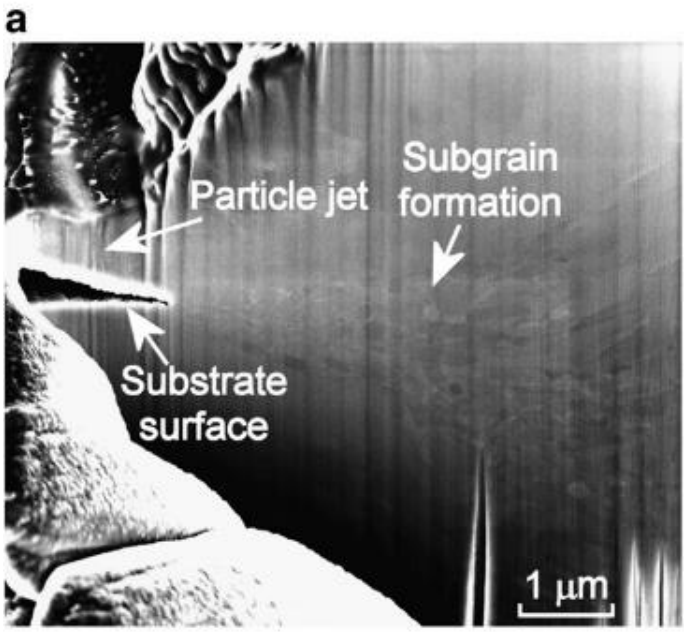
Mechanické spojení částice a substrátu je důsledkem přeměny kinetické energie na deformaci a teplo. Zmiňovaný *jet* je pro adhezi a vytvoření vazby nezbytný. Při průniku částice do materiálu dochází k vytlačování (původně) povrchové vrstvy materiálu okolo částice, čímž dochází k narušení pasivních oxidových filmů a organických kontaminací. Tím je zajištěn přímý kontakt povrchů částice a substrátu a je umožněno mechanické promísení a vznik metalurgické vazby.[19][18][4]

Nejlepší přilnutí k povrchu a nejpevnější vazba je po depozici částice na substrát v místech vzniku smykové adiabatické nestability. V těchto oblastech dochází k nejsilnější plastické deformaci a smykovému namáhání vlivem pokluzu povrchů po sobě. V centru kontaktu částice se substrátem je pohyb povrchů omezen a vazba se tak nemusí vůbec vytvořit. Tento případ demonstruje Obr. 15. Jedná se o deponovanou částici slitiny Ti-6Al-4V na stejný substrát. Platí, že v místech kontaktu kolmo pod vrchlíkem částice jsou detekovány dutiny (m), zatímco v oblastech bližších okraji kontaktu dochází k adhezi a vytvoření vazby (b).

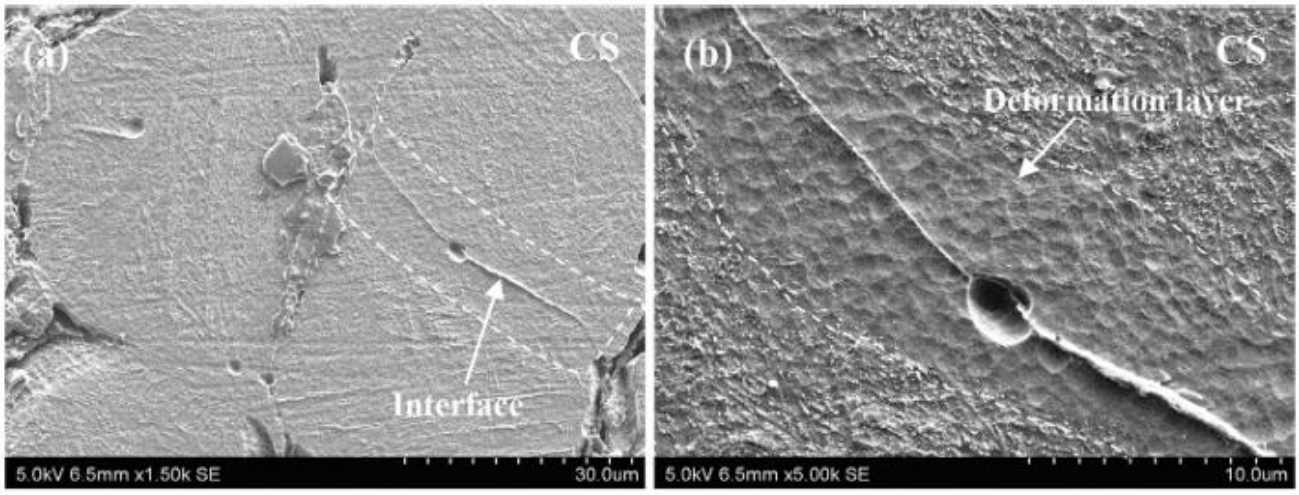


Obr. 15: Obraz ze zpětně rozptýlených elektronů, a) deponovaná částice na substrátu b) deponované částice na jiných částicích [20]

V místech adiabatické smykové nestability dochází k nejvyššímu stupni přetvoření, který indukuje intenzivní plastickou deformaci (SPD – z angl. *severe plastic deformation*). SPD může vést ke zjemnění zrna až na řád nanometrů. Při SPD dochází k extrémnímu nárustu dislokační hustoty a rychlému pohybu dislokací, které se mohou akumulovat a reorganizovat za vzniku sub-hranic, které se mohou dále orientovat a transformovat do vysokoúhlových hranic zrn. Dochází tak k rozbití a přetransformování zrn za vzniku nových, jak je vidět na Obr. 16, čímž dochází ke spojení částice a substrátu nebo dvou deponovaných částic. [20][21]

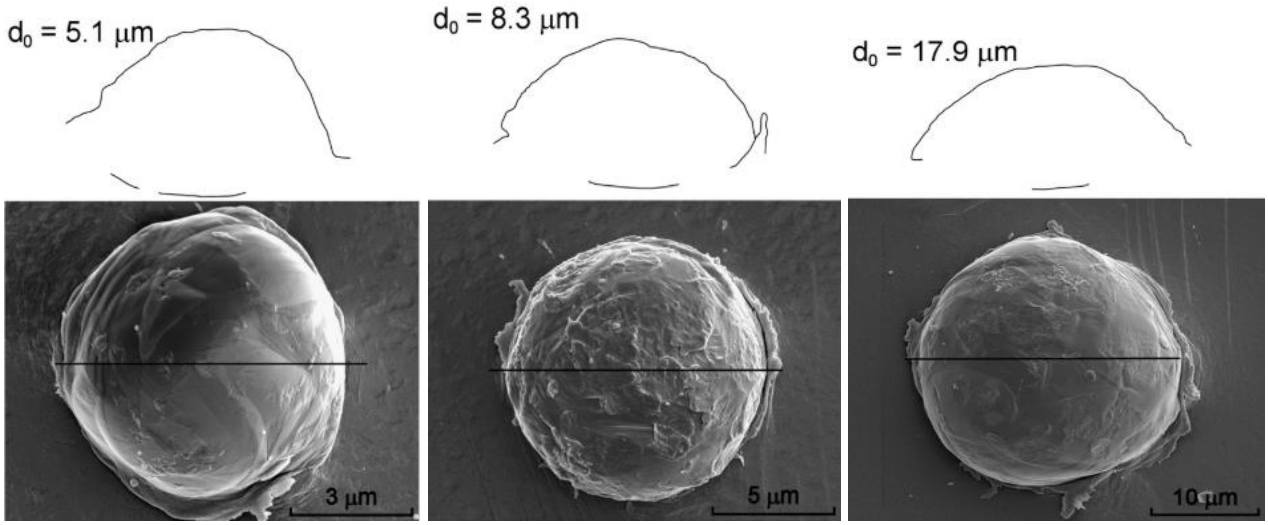


Obr. 16: Obraz ze sekundárních elektronů z řezu kolmého k rozhraní mezi deponovanou titanovou částicí na titanový substrát, vznik mikrostruktury na rozhraní, [17]



Obr. 17: SEM snímky řezu struktury CS depozitu slitiny Ti-6Al-4V, viditelná rekrystalizovaná vrstva (deformation layer) podél rozhraní (interface) [22]

Při úspěšné depozici dochází k rekrystalizaci vnějších oblastí částic, které jsou nejvíce ovlivněny nárazem, ať už z hlediska nárustu teploty nebo největších smykových napětí, jak je vidět na Obr. 17. Označená oblast představuje vrstvu rekrystalizované struktury dvou Ti-6Al-4V částic, která se vytvořila podél rozhraní částic vlivem extrémních podmínek při dopadu. Rekrystalizace může být tak významná, že dochází k úplnému zániku rozhraní a tvorbě nových zrn, které spojují deponované částice. Tento stav je žádoucí, protože znamená nejpevnější vazbu a adhezi mezi částicemi. Zejména se tak děje v oblastech kontaktu vzdálenějších od středu dopadené částice – v oblastech dominující adiabatické smykové nestability. Obr. 18 ukazuje pohled shora na deponované titanové částice různých velikostí a jejich obrys v kolmém řezu. Část, kde dochází ke kontaktu se substrátem, tedy rozhraní, byla vykreslena pouze tam, kde byla jednoznačně detekovatelná. Je vidět, že dutiny a rozdíly v mikrostruktuře jsou pozorovatelné v centru kontaktu – pod vrchlíkem částice, zatímco v krajních oblastech, kde dochází k největším napětím, nejvyššímu stupni deformace a nejvyššímu nárustu teploty, dochází také k nejefektivnější rekrystalizaci. [17][22]



Obr. 18: Rozhraní mezi deponovanou titanovou částicí na substrát stejného materiálu, d_0 – průměr částice, nahoře: obrys částice; dole: pohled na částici shora [17]

2 Materiály

Mezi přední výhody metody cold spray patří široký záběr používaných materiálů. Nanášeny jsou čisté kovy, slitiny i superslitiny, směsi složené z více druhů prášku (např. Al + Al_2O_3 nebo Ag + grafen), keramika (např. TiO_2, WC-Co) nebo polymery (HDPE, PEEK). Tvrdost nanášeného materiálu určuje, za jakým účelem může být metoda použita. Kovy s nižší tvrdostí než 300 HV lze nanášet bez omezení tloušťky vrstvy. Pro tvrdší materiály (nad 400 HV) může mít cold spray využití pro tvorbu porézních struktur. Obecně ale platí, že tvrdší kovy nanášené metodou cold spray vyžadují následné post-processing zpracování – tepelné zpracování nebo HIP. [3]

Parametry nástřiku se volí s ohledem na použitý materiál: hliník a jeho slitiny se vyznačují nižší pevností a teplotou tání, ale mají vysokou plasticitu, proto umožňují použití nižších tlaků a teplot. Oproti tomu stojí například titan a jeho slitiny, které vzhledem ke svým vlastnostem vyžadují vyšší parametry, aby bylo dosaženo kritické rychlosti částic, při které ve velké míře ulpívají na povrchu substrátu a neodráží se od něj.[5]

2.1 Titan a jeho slitiny

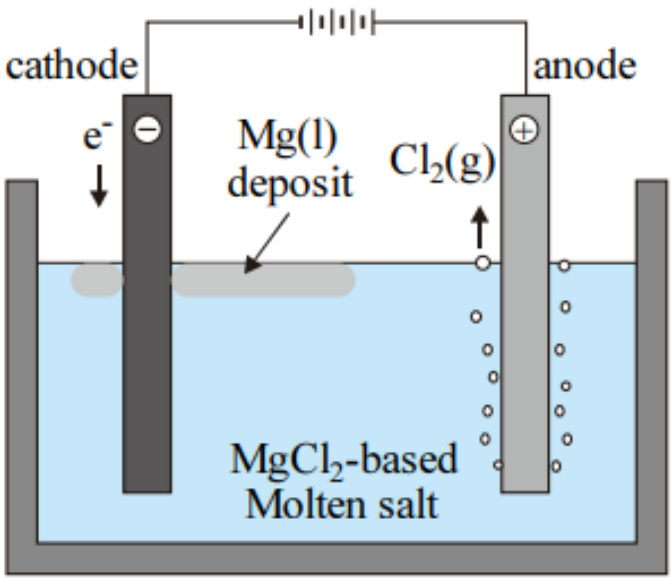
Titan a titanové slitiny jsou využívány zejména pro svůj výhodný poměr pevnost/hmotnost a pro silnou korozní odolnost. Své uplatnění nacházejí především v leteckém průmyslu, kde navíc v současné době dochází k nárustu spotřeby. V roce 2015 bylo použito přes 78 kilotun titanových slitin jako surovin pro leteckou výrobu a opravu, v roce 2020 to bylo více než 96 kilotun. [23] Schopnost pracovat v širokém rozmezí teplot (od záporných teplot až po 550 °C) činí titanové slitiny ideálním kandidátem pro výrobu krytů leteckých motorů, lopatek, hřídelů nebo podvozků. [24]

2.1.1 Výroba titanu

Základem konvenční výroby titanu je Krollův proces, který využívá vysokoteplotní redukci $TiCl_4$ hořčíkem. Proces výroby probíhá ve čtyřech základních krocích:

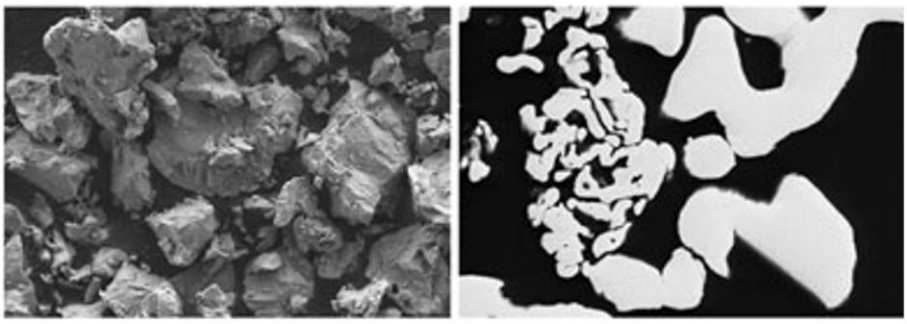
1. Těžba a zpracování výchozí suroviny – ilmenitu ($FeTiO_3$)
2. Tavení strusky, při kterém dochází k chemickým reakcím s uhlíkem. Nejdůležitější z nich je popsána rovnicí:
$$FeTiO_3 + C \rightarrow Fe + \boldsymbol{TiO_2} + CO$$
3. Chlorace a rafinace, což je reakce produktu z předešlého kroku s chlorem v chlorační peci:
$$2TiO_2 + 4Cl_2 + 3C \rightarrow 2\boldsymbol{TiCl_4} + 2CO + CO_2$$
4. Redukce a destilace, kdy je vysoce čistý $TiCl_4$ redukován hořčíkem a následně vakuově destilován za vzniku tzv. titanové houby. Redukce probíhá podle následující rovnice:
$$TiCl_4 + Mg \rightarrow \boldsymbol{Ti} + 2MgCl_2$$

Poslední část procesu už se přímo nepodílí na výrobě titanu, ale je nezbytný z hlediska odpadového hospodářství a dostupnosti surovin. Jedná se o elektrolýzu $MgCl_2$, jako sekundárního produktu redukce, za účelem získání hořčíku jako vstupu pro redukci $TiCl_4$. Elektrolýza je realizována přivedením elektrod pod napětím do kontaktu s roztavenými soli na bázi $MgCl_2$, jak uvádí Obr. 19.



Obr. 19: Elektrolýza soli na bázi $MgCl_2$ pro získání Mg do procesu výroby, cathode – katoda, anode – anoda, Mg(l) deposit – nános Mg (l), $MgCl_2$-based molten salt – roztavená sůl na bázi $MgCl_2$ [25]

Produktem procesu je porézní čistý materiál, tzv. titanová houba. Je to výchozí vstup pro přípravu titanových slitin nebo přímo titanových produktů. Je-li tato titanová houba odebírána ve formě malých částic (viz. Obr. 20), lze ji využívat jako prášek pro depozici povlaku metodou cold spray. Morfologie částic je v některých ohledech dokonce výhodnější než častá kulovitá morfologie. Částice jsou díky svému tvaru snadněji urychlovány, čímž je při depozici dosaženo vyšších rychlostí za použití stejných parametrů. Jak bylo uvedeno v kapitole 1.1, vyšší rychlosti depozice vedou u tvrdých a pevných materiálů k vyšším účinnostem depozice, což je také pro tento konkrétní případ (titanové houby) experimentálně potvrzeno. [26]

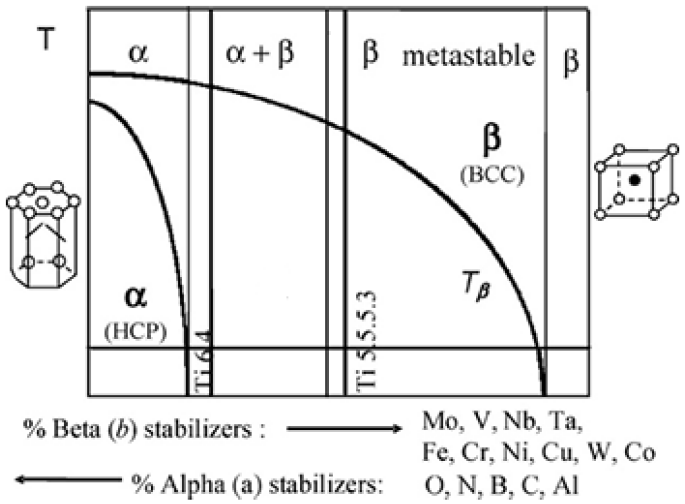


Obr. 20: vlevo: SEM snímek titanové houby jako prášku pro CS, vpravo: řez částicemi titanové houby [26]

Výroba slitin titanu zahrnuje několik kroků. Čisté prvky (titan a přísady) jsou ve stechiometrickém poměru taveny v prostředí vakua nebo inertní atmosféry, jako je N_2 nebo Ar, aby se zabránilo nežádoucím reakcím s atmosférou; především s kyslíkem, uhlíkem a v některých případech i vodíkem. Homogenizovaná tavenina se poté přivádí do podoby polotovaru odléváním, válcováním nebo rozstřikem při výrobě prášku. Ve většině případů je nutné na polotovaru provést tepelné zpracování pro modifikaci struktury a získání požadovaných vlastností. Princip výroby práškového materiálu slitiny Ti-6Al-4V je podrobněji popsán v kapitole 2.3 [25][27][28]

2.1.2 Slitiny titanu

Titan se jako prvek vyskytuje ve dvou modifikacích, od kterých se odvíjí základní rozdělení jeho slitin. Primární fází je ve slitinách nízkoteplotní hexagonální modifikace – α-fáze. Sekundární (transformovanou) fází je modifikace kubická, prostorově centrovaná – β-fáze. Při ohřevu dochází k transformaci na fázi β při teplotě 882 °C. Výskyt jedné nebo druhé fáze v závislosti na teplotě schematicky ukazuje Obr. 21.

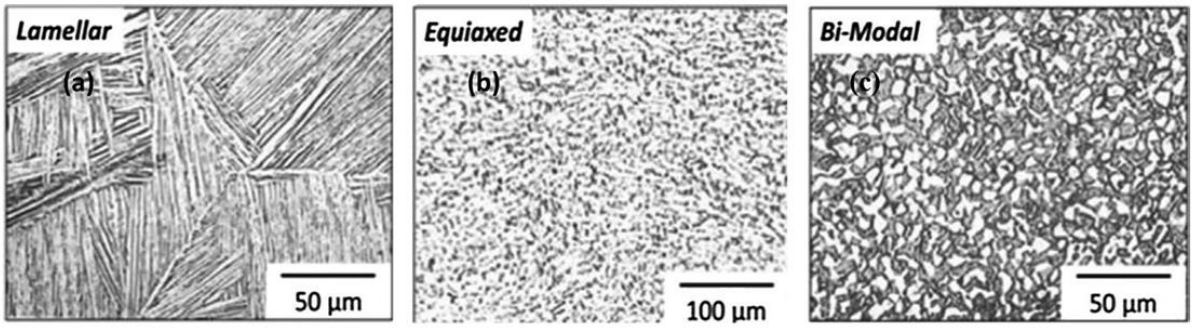


Obr. 21: Pseudobinární rovnovážný diagram titanových slitin.[29]

Stabilizátory α-fáze, jako je kyslík nebo hliník (viz. Obr. 21) zvyšují teplotu přeměny α→β tím víc, čím vyšší je jejich koncentrace ve slitině. Zvýšením teploty transformace dochází ke stabilizaci nízkoteplotní modifikace a tím také zvýšení dovolených pracovních teplot součásti z hlediska stability materiálu. Opačný vliv mají β-stabilizátory: snižují teplotu polymorfní přeměny a tím uzavírají oblast α-fáze v binárním diagramu ve prospěch fáze β. Jak je naznačeno na Obr. 21, slitiny titanu jsou podle mikrostruktury rozděleny na:

- Slitiny α, jejichž hlavním stabilizátorem je substituční hliník, další stabilizační prvky (O, N, C…) obsazují intersticiální polohy. Vyznačují se tepelnou stabilitou a odolností proti křehkému porušení i za nízkých teplot,
- Slitiny pseudo-α, které mají oproti α-slitinám navíc i prvky, které stabilizují zpevňující β-fázi, jejíž obsah nepřekračuje hranici 6 %, dosahují až o 20 % vyšších pevností než α-slitiny,
- Slitiny β a pseudo β, které zaručují vysokou pevnost
- Slitiny α+β, které nabízí širokou škálu struktur, a tedy i vlastností, v závislosti na tepelném zpracování.[29][24][30]

Požadované mechanické vlastnosti zle dosáhnout řízenou změnou mikrostruktury různými metodami jako je termomechanické zpracování, tepelné zpracování nebo zpracování za studena. Obr. 22 ukazuje různé struktury α+β slitiny titanu: a) lamelární struktura, b) bimodální struktura (zrna různého typu mající rozdílnou velikost) c) rovnoosá zrna.



Obr. 22: Různé typy mikrostruktury α+β slitiny titanu, Lamellar – lamelární, equiaxed – rovnoosá, bi-modal – bimodální [30]

Z odlišnosti struktur na Obr. 22 vyplývá, že zpracování materiálu má fundamentální vliv na vlastnosti součásti vyrobené ze slitin titanu.

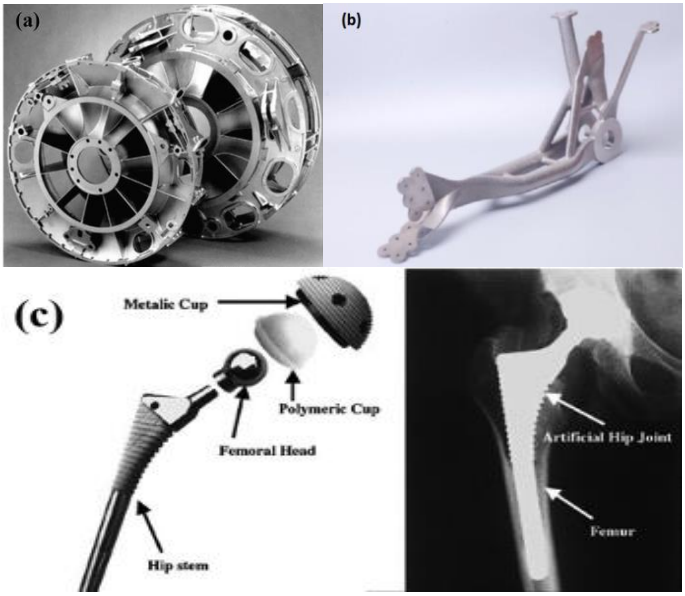
2.1.3 Vlastnosti a mikrostruktura Ti-6Al-4V

Ti-6Al-4V, někdy taky Ti64, je dvoufázová α+β slitina titanu. Tabulka 2 uvádí její chemické složení podle DIN 17851.

Tabulka 2: Chemické složení slitiny Ti-6Al-4V podle DIN 17851 v hm.%

Fe	Al	C	V	N	H	O	Ti
Max 0,3	5,5 - 6,75	Max 0,08	3,5 – 4,5	Max 0,05	Max 0,2	Max 0,4	Zbytek

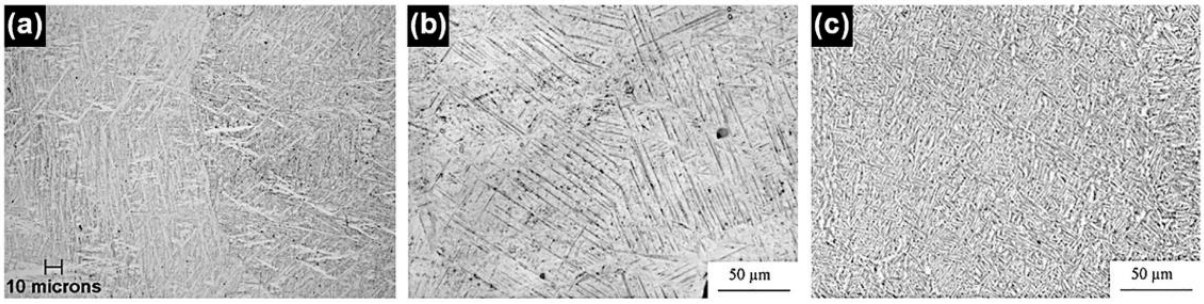
Jedná se o slitinu s vysokou pevností, nízkou hustotou, vysokou lomovou houževnatostí a skvělou korozní odolností a biokompatibilitou. Díky těmto vlastnostem existuje široké spektrum využití slitiny, například jako rámy leteckých motorů (Obr. 23 a)), konstrukční součásti letadel (Obr. 23 b) zvedací zařízení pro nákladní dveře letadla), zbraní nebo části kloubních implantátů (Obr. 23 c)).



Obr. 23: Příklady aplikací slitiny Ti-6Al-4V [30][31]

Výrobu ale komplikuje zejména špatná tepelná vodivost, sklon k deformačnímu zpevňování a vysoká reaktivita s kyslíkem. Konvenční výroba součástí této spočívá v kování,

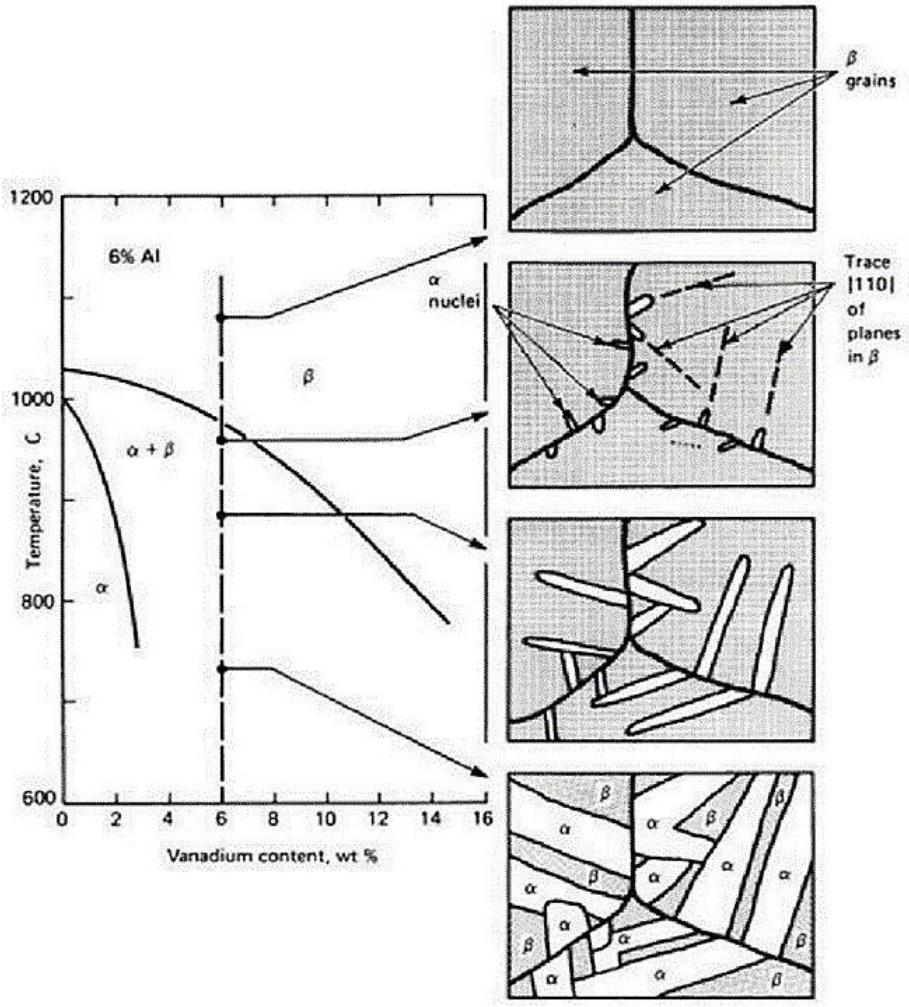
odlévání a válcování sypkých surovin s následným obrobením do finálních tvarů. Tyto procesy ale nevyhnutelně vedou k velkému množství odpadu, dlouhému výrobnímu času a vysokým nákladům; z toho důvodu se dostává pozornosti aditivním technologiím. Konkrétní použití aditivní metody výroby je ale nutné volit v souvislosti s danou aplikací, a tedy požadovanými vlastnostmi, které se odvíjejí od struktury materiálu. Obr. 24 porovnává výslednou mikrostrukturu slitiny Ti-6Al-4V připravené různými metodami aditivní technologie. [32]



Obr. 24: Mikrostruktura slitiny Ti-6Al-4V připravené různými aditivními technologiemi
a) Řízená energetická depozice (directed energy deposition – DED)
b) Selektivní laserové tavení
c) Tavení elektronovým paprskem [32]

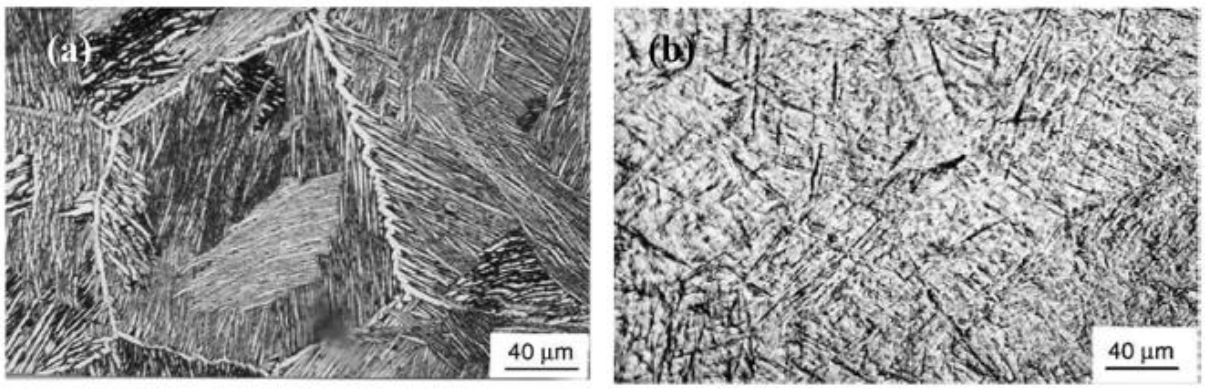
V mikrostruktuře po DED se ve velké míře vyskytuje metastabilní acikulární martenzit fáze α označovaný jako fáze α‘. Stejně tak lze pozorovat fázi α‘ ve vzorku připraveném selektivním laserovým tavením, mikrostruktura je ale hrubší. Vzorek připravený tavením elektronovým paprskem má jemnou dvoufázovou α+β strukturu. Fáze α‘ vzniká rychlým ochlazením z teplot vyšších, než je teplota β-transformace. Pro slitinu Ti-6Al-4V je teplota přechodu 995 °C. V této fázi se vyskytuje velké množství dislokací a dvojčat. [32]

Při pomalejším ochlazování z teploty vyšší, než je teplota transformace, dochází k nukleaci zárodků α-fáze v konkrétních krystalografických rovinách mřížky fáze β. Výsledkem takové transformace je Widmansttattenova struktura, její vznik je schematicky popsán naObr. 25. S klesající teplotou roste podíl fáze α, při pokojové teplotě ale nikdy není 100%. Přítomnost β-fáze při pokojové teplotě je důsledkem snížení teploty „Martensit finnish“ vanadem, jako stabilizátorem β-fáze. [32] [31]



Obr. 25: Vznik Widmanstattenovy struktury slitiny Ti-6Al-4V [31]

Opticky lze rozlišit Widmanstattenovu strukturu od martenzitické například tak, že ve Widmanstattenově struktuře vybíhají desky z hranic zrn, což souhlasí se schematickým zobrazením růstu na Obr. 25. Martenzitické desky jsou rozloženy napříč zrny a nelze podle nich snadno detekovat hranici zrna tak, jak je tomu u Widmanstattenových jehlic. Obě struktury s viditelným rozdílem porovnává Obr. 26. Vzorek na levé části obrázku byl chlazen na vzduchu, zatímco vzorek vpravo byl kalen ve vodě, rychlost ochlazování byla tedy mnohem větší.

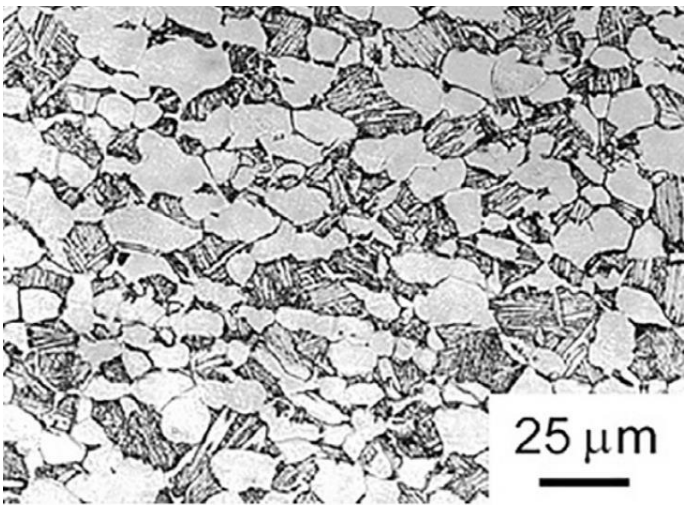


Obr. 26: Porovnání výsledné struktury slitiny Ti-6Al-4V po a) chladnutí na vzduchu, b) kalení do vody [30]

Materiál s výše uvedenou strukturou běžně nebývá uveden do provozu. Pro získání výhodnější mikrostruktury se provádí žíhání, a to ze dvou důvodů (z hlediska změny mikrostruktury):

- Transformace metastabilní α‘-fáze na stabilní α-fázi
- Odstranění deskovitých nebo jehlicovitých útvarů jako koncentrátorů napětí

Pro úplný rozpad α‘-fáze, tedy transformaci všech oblastí α‘-fáze na α-fázi, je nutné přivést slitinu Ti-6Al-4V nad teplotu 700 °C. V opačném případě bude se bude mikrostruktura sestávat ze směsi fází β, transformované α a zbytkové martenzitické fáze α‘. Výslednou mikrostrukturu po úplné transformaci α‘→α ukazuje Obr. 27. Jedná se o původně martenzitickou strukturu, která byla podrobena rozpouštěcímu žíhání a stárnutí. Bílé oblasti představují rovnoosá zrna primární α-fáze, tmavé oblasti odpovídají lamelám β-fáze v sekundární fázi α jako produktu rozpadu α‘ → α+β.



Obr. 27: Mikrostruktura Ti-6Al-4V po rozpouštěcím žíhání a stárnutí [32]

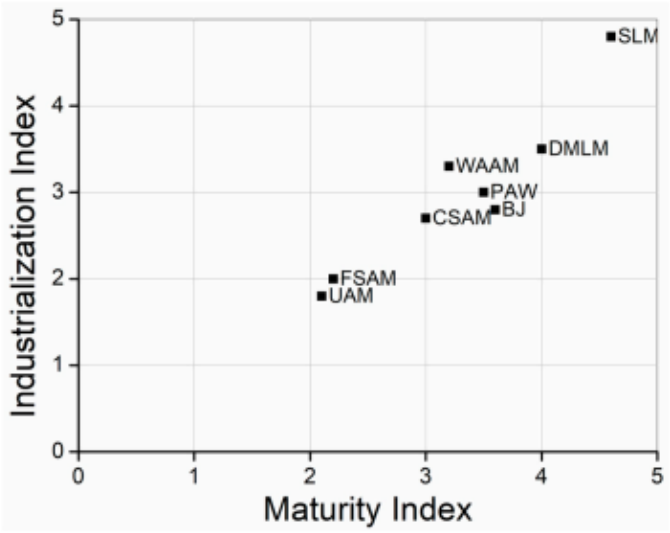
2.2 Ti-6Al-4V a Cold Spray

Komponenty vyrobeny z Ti-6Al-4V jsou často při provozu vystaveny extrémním podmínkám, ať jde o vysokou teplotu, agresivní prostředí nebo mechanické namáhání. Může tak snadno docházet k opotřebení nebo jinému poškození. Výměna celé součásti za novou je vzhledem k vysokým cenám materiálu příliš nákladná, proto se přistupuje k technikám opravy součásti. K povrchovým opravám jsou tradičně používány procesy termálních nástřiků. Takto vyrobené povrchy ale nesou celou řadu nevýhod, jak bylo zmíněno v úvodu kapitoly 1, zejména vysoká zbytková napětí tahového charakteru. Tento problém odstraňuje metoda cold spray, jejíž použití pro titanové slitiny je výhodné i z hlediska reaktivity titanu s kyslíkem, protože v pevném stavu je (v porovnání s kapalným stavem) oxidace titanu omezená.

2.2.1 Cold spray jako aditivní technologie

CS získává na popularitě a je živým tématem výzkumu a vývoje jako technologie aditivní výroby. Podle ISO/ASTM 52,900:2015 standardu je aditivní výroba definována jako proces spojování materiálů za účelem výroby dílů z 3D modelu, obvykle vrstvou po vrstvě, na rozdíl od subtraktivních a formativních metod výroby. Do této definice spadá i metoda cold spray, jsou-li nanášeny silné vrstvy definovaného tvaru. Obr. 28 porovnává CSAM (*cold spray jako aditivní technologie, z angl. cold spray additive manufacturing*) s vybranými aditivními technologiemi z hlediska industrializace a vyspělosti metody. Index vyspělosti (maturity index) vypovídá o připravenosti metody na zavedení do průmyslu z hlediska spolehlivosti nebo výkonu.

Index industrializace je měřítkem reálného přijetí metody v daném odvětví (zde ve výrobě součástí) a je založen na znalosti a tržní dostupnosti.



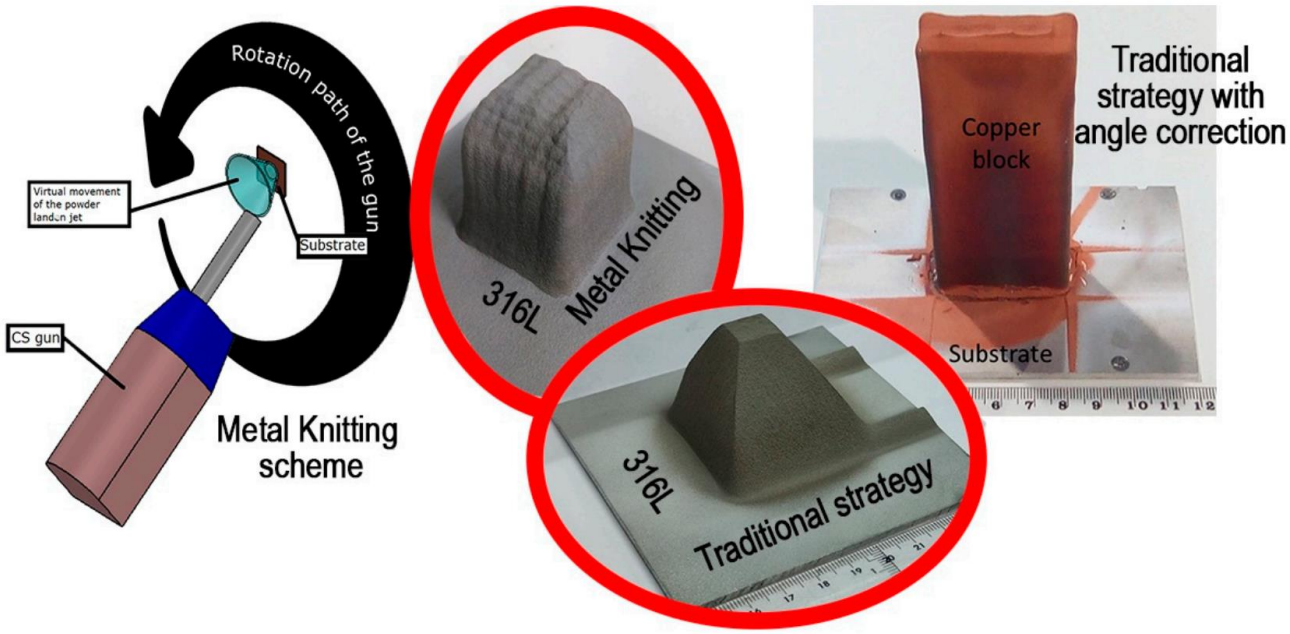
Obr. 28: Srovnání technologií aditivní výroby v kontextu indexu vyspělosti a industrializace [2]

Cold spray jako aditivní technologie má přínos především v kombinování materiálů, které nelze jinak spojit, například při výrobě tzv. sendvičové struktury mědi a hliníku, které nejsou dohromady svařitelné. Další přednostmi CS jako aditivní technologie je minimum odpadního materiálu a vysoká rychlost výroby (300-400 cm^3/h). Jako příklad je uveden neopracovaný hřídel ventilátoru proudového leteckého motoru vyrobený metodou cold spray na Obr. 29. Jedná se o nástřik slitiny Ti64 na hliníkový trn, který je po ukončení depozice chemicky rozpuštěn. Proces CS výroby hřídele, s hmotností po opracování 3,2 kg, trval okolo 2 hodin. [33] [2]

Obr. 29: Neopracovaný hřídel ventilátoru proudového leteckého motoru vyrobený metodou cold spray [33]

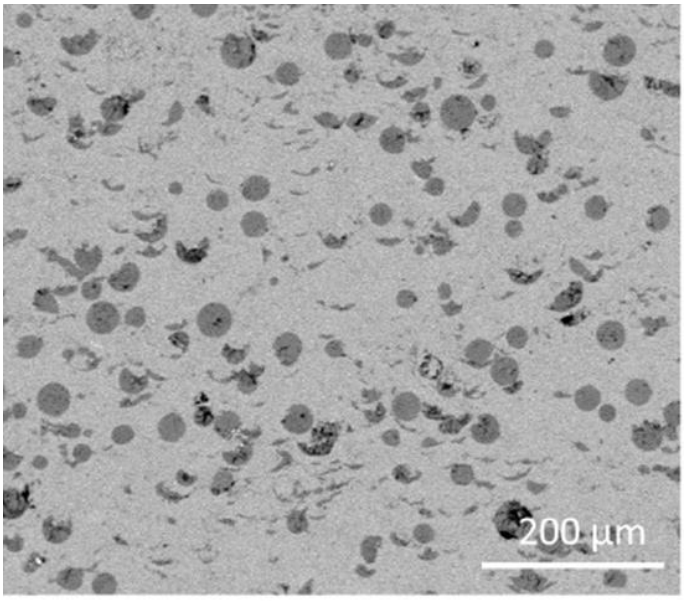
Aditivní technologie jako selektivní laserové spékání (*selective laser sintering – SLS*), přímé nanášení kovů (*direct metal deposition – DMD*), a tavení elektronovým paprskem *(electron beam melting – EBM*) vyžadují přivedení materiálu na vysoké teploty za účelem sintrování, tavení nebo rekrystalizace a jejich produkty jsou zatíženy negativními důsledky jako je například vysoké residuální napětí, krystalizace nechtěných fází nebo změna rozměrů součásti. CS všechny tyto negativní dopady vysokých teplot při výrobě eliminuje. Nevýhody metody spočívají v nepřesnosti geometrie a v citlivosti na konečné mechanické vlastnosti výrobku. Geometrické tolerance jsou

řízeny obtížně, protože rychlost částic na výstupu z trysky je přes průřez nevyrovnaná; částice vystupující ze středu trysky jsou urychlovány efektivněji než částice v blízkosti stěny trysky a efektivita depozice pod těmito oblastmi je tedy rozdílná. Konvenční způsob pohybu trysky pro přípravu tzv. volně stojícího tělesa, má tak tendenci vyvářet tělesa s geometrií pyramidy, jak je vidět na Obr. 30, proto se musí přistupovat k jiným strategiím nástřiku. Jednou z takových je tzv. „kovové pletení“, jehož schéma je v levé části na Obr. 30. [2][34]



Obr. 30: Příklady přístupů k depozici materiálu pomocí CS pro výrobu tzv. volně stojícího tělesa, zleva: Metal knitting – kovové pletení, traditional strategy – tradiční strategie, traditional strategy with angle correction – tradiční strategie s korekcí úhlu [2]

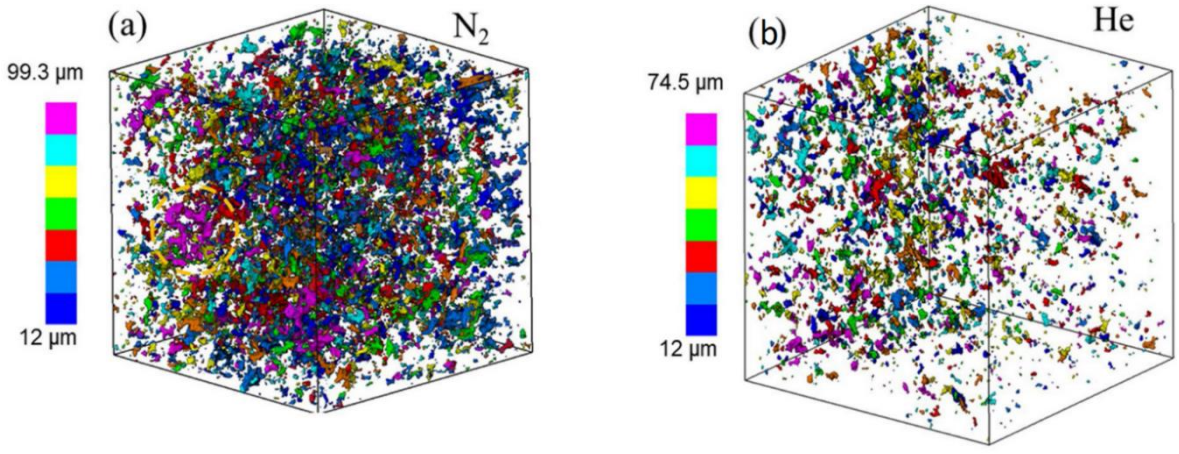
Cold spray lze využít také za účelem zlepšení vlastností výrobou kompozitu, například Ti6Al4V-TiC. Přítomnost vysoce tvrdých fází v matrici má za následek tvorbu stabilních, kontinuálních a koherentních vrstev, které odolávají plastické deformaci a zlepšují tribologické vlastnosti. Obr. 31 představuje snímek ze zpětně odražených elektronů pozorovaného kompozitu, který vznikl smícháním prášků z TiC a Ti-6Al-4V, přičemž obsah TiC byl 23 %. Konečný obsah TiC částic (obecně tvrdších částic ze směsi k depozici) je nižší v kompozitu než ve výchozí směsi, a to především v důsledku odrážení tvrdších částic při nárazu. [35]



Obr. 31: Mikrostruktura kompozitu Ti6Al4V-23 % TiC [35]

Míchání prášků s různými hustotami je spojeno s problémy jako je segregace a mechanické poškození částic. Aby se předešlo těmto problémům, je míchání realizováno duálním přiváděcím systémem, kde lze nezávisle kontrolovat množství přiváděného prášku. [36]

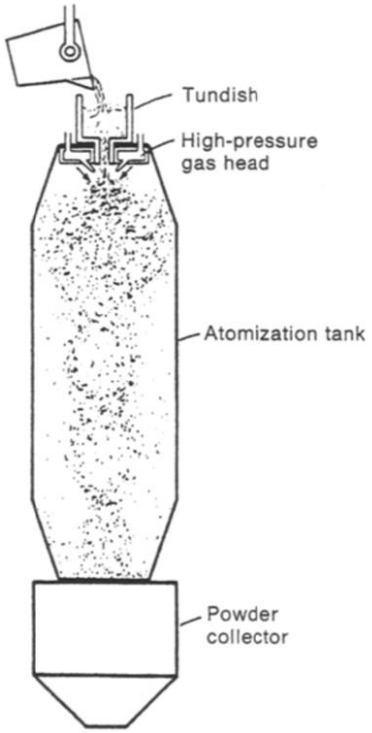
Jednou z nejzávažnějších překážek při používání metody cold spray pro aditivní výrobu je pórovitost. S větším objemem se zvyšuje pravděpodobnost výskytu pórů. U nástřiků slitiny Ti64 a jejích kompozitů je pórovitost obzvlášť významným jevem, protože se jedná o materiál s vysokou pevností a tvrdostí. Částice materiálu s takovými vlastnostmi se při depozici nedeformují dostatečně efektivně a uzavírají tak mezi sebou dutiny. Tyto dutiny lze odstranit vhodným tepelným zpracováním jako je HIP, nebo jim lze do nějaké míry předejít volbou vhodných parametrů cold spray procesu. Vyšší hodnoty teploty a tlaku mají za následek vyšší dopadovou rychlost částic, a tedy nutnost přeměny vyšší kinetické energie, což vede k výraznější plastické deformaci. Pórovitost objemového materiálu-bulku i nástřiku významně ovlivňuje procesní plyn. Obr. 32 porovnává 3D rekonstrukci pórů ve vzorcích CS Ti-6Al-4V za různých podmínek. Barevná škála odpovídá rozložení velikostí pórů. Vzorek připravený za použití helia vykazuje znatelně vyšší hustotu než vzorek připravený s použitím dusíku. [37]



Obr. 32: 3D rekonstrukce pórů ve vzorcích CS Ti-6Al-4V při použití různých procesních plynů, a) N_2, b) He [37]

2.3 Příprava prášku

Výchozí mikrostruktura používaného prášku se odvíjí od velikosti částic a způsobu výroby. Nejčastějšími metodami výroby prášku jsou hydridace-dehydridace (HDH), plasmová atomizace (PA) a atomizace plynem (GA, *z angl. gas atomization*). Pro komerčně dostupné prášky je typická příprava atomizací plynem. Metoda spočívá v rozstřiku taveniny plynem na malé kapičky, které rychle chladnou a tuhnou v atomizační nádrži. Jednoduché schéma přístroje pro atomizaci plynem je na Obr. 33.

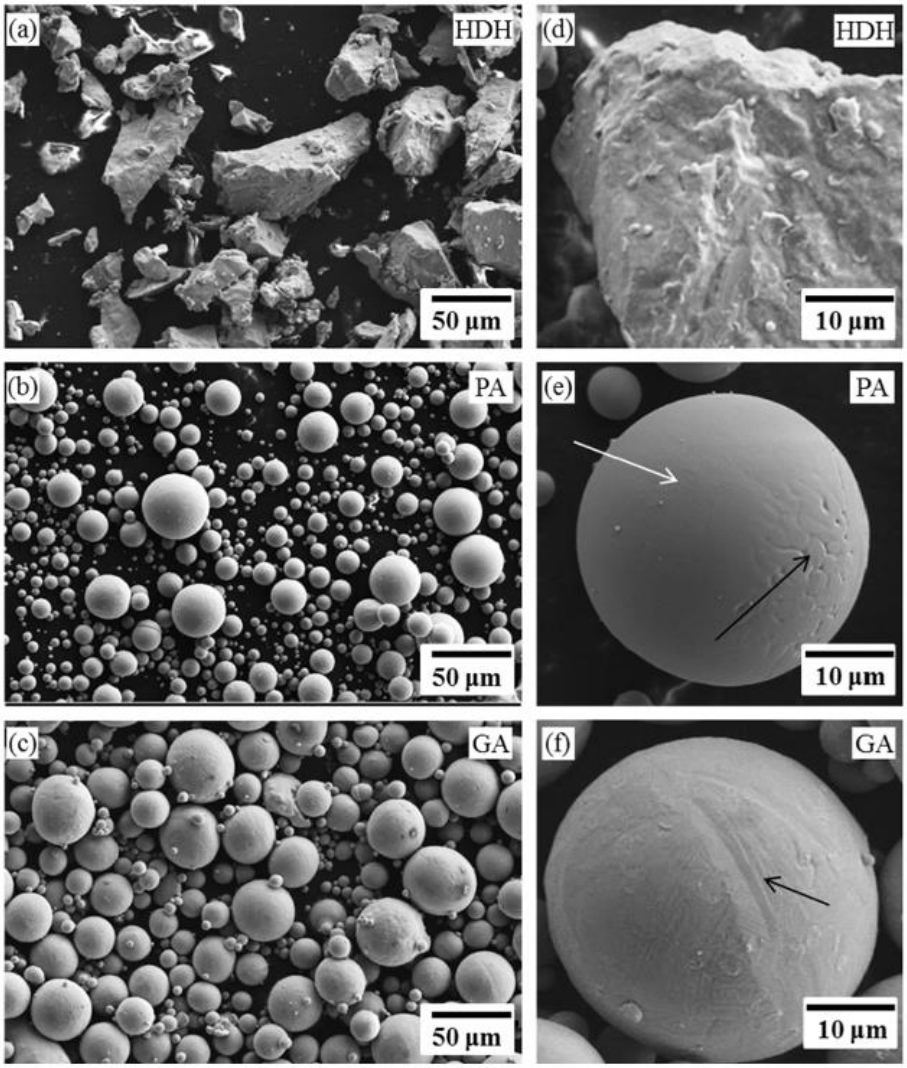


Obr. 33: Schéma procesu atomizace plynem (GA – Gas Atomization), Tundish – mezipánev, high-pressure gas head – vysokotlaková plynová hlava (sloužící k rozstřiku taveniny), atomization tank – nádrž pro atomizaci, powder collector – sběrač prášku [38]

Tato metoda je schopna produkovat pravidelně tvarované částice s vysokou čistotou. Okolní plyn odvádí teplo z rozstřikované taveniny méně efektivně než například paprsek vody. Aby se zamezilo ztuhnutí kapiček před kontaktem se stěnami, musí být atomizační nádrž velká. Velikost částic prášku je nepřímo úměrná druhé mocnině rychlosti proudu plynu. Jako atomizační plyn se většinou volí argon, který je vůči tavenině inertní, je tak eliminován vznik filmu oxidů a jiných sloučenin na povrchu částic.[38] [39]

Atomizace plasmou funguje na podobném principu: atomizovaný materiál v podobě drátu je podáván do trysky, kde dochází k jeho roztavení a rozprášení na malé kapičky vlivem působení plasmy. Tyto kapičky jsou ochlazovány a tuhnou před kontaktem se stěnou komory nebo sběračem prášku. [40] Metoda HDH využívá vysoké afinity titanu k vodíku a tendenci prvků tvořit stabilní hydridy. Toho se dosahuje přivedením titanu do vodíkové atmosféry při teplotách nad 700 °C. Tyto hydridy jsou křehké a umožňují tak snadné drcení a mletí na jemný prášek, který je následně ve vakuu zahříván na teploty mezi 350–750 °C. Za těchto podmínek dochází k vyvázání vodíku z hydridu a zůstává tak jemný prášek připravený k depozici. [41]

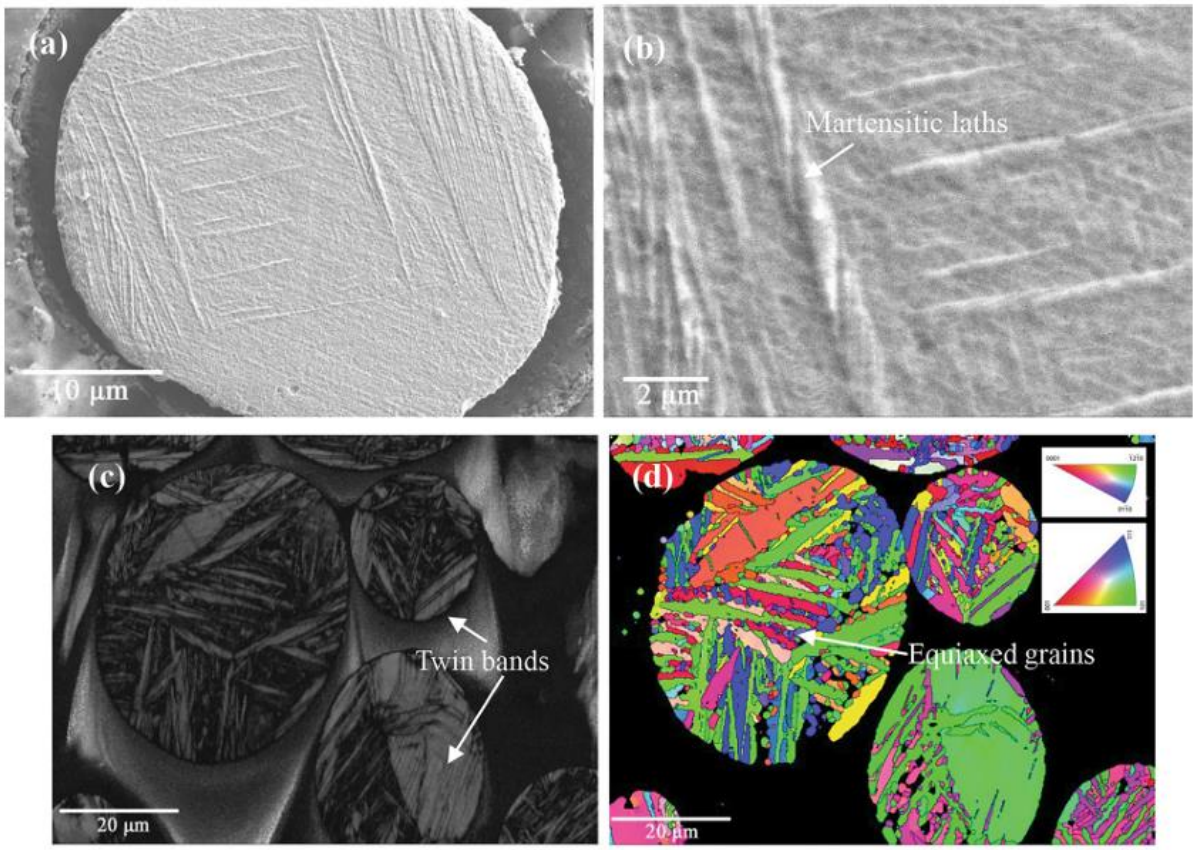
Obr. 34 představuje SEM snímky částic připravených zmíněnými metodami. Bílá šipka označuje hladkou oblast bez zvláštní morfologie, černá šipka označuje typickou strukturu pro danou metodu přípravy prášku.



Obr. 34: SEM snímky při malém zvětšení (a-c) a velkém zvětšení (d-f) částic prášku slitiny Ti64 metodou a)+d) hydridace-dehydridace, b)+e) atomizací plasmou, c)+f) atomizací plynem [23]

Částice připravené metodou HDH mají nepravidelný tvar a drsný povrch. Částice atomizovaných prášků mají stejný tvar, ale rozdílnou typickou strukturu. Jsou pozorovány tři typy struktury: [23]

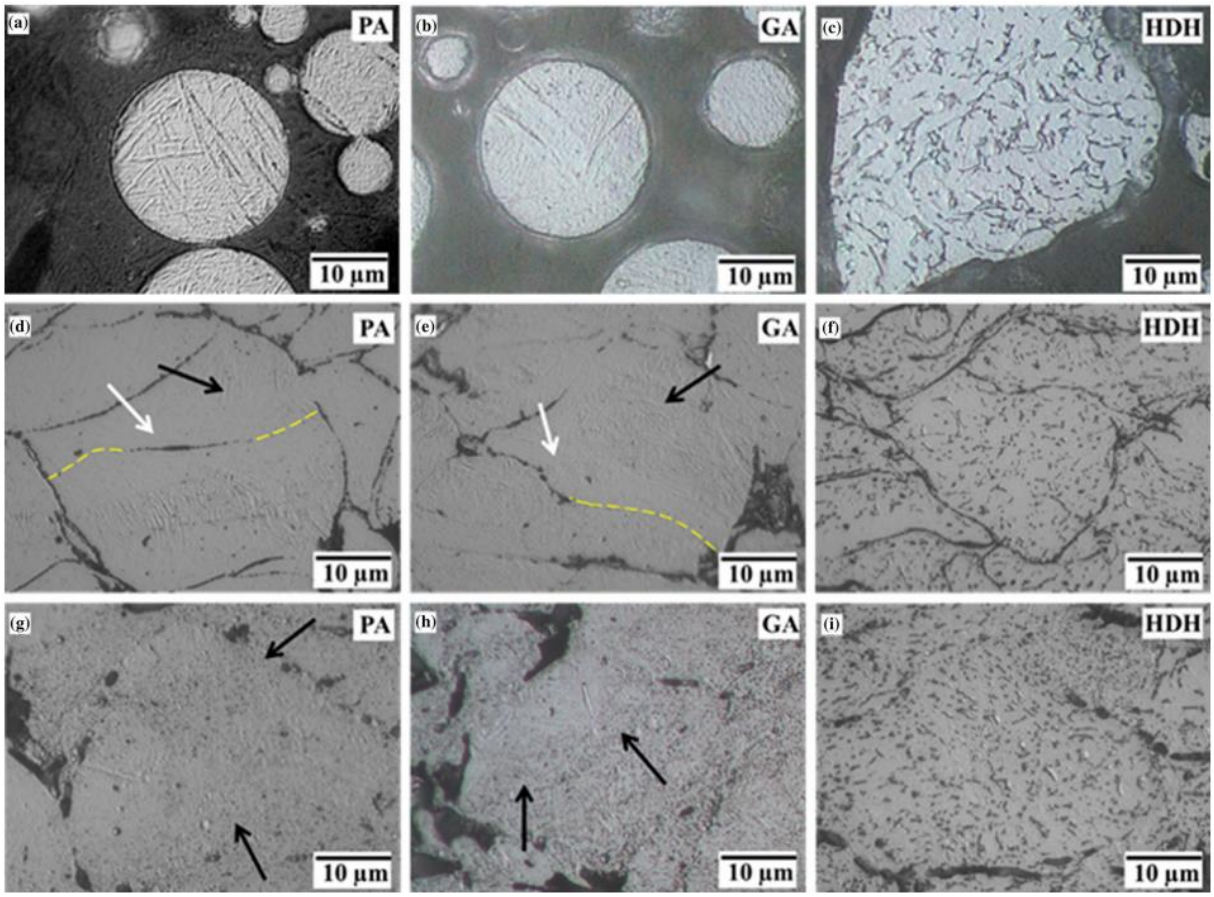
- Oblasti bez specifických znaků, které jsou výsledkem rychlého tuhnutí taveniny s vysokým podchlazením. Při atomizaci jsou tyto podmínky splněny – okolní atmosféra má ve srovnání s taveninou nízkou teplotu a proud plynu zajišťuje vysokou rychlost ochlazování. Na povrchu kapičky, kde je maximální podchlazení, nastává nukleace tuhé fáze. Postup rozhraní mezi taveninou a ztuhlou fází postupuje tak rychle, že nedochází k uspořádávání rozpuštěných prvků a tuhnoucí oblast tak zůstává hladká;
- Krystalická struktura s rovnoosými zrny, která vzniká vlivem poklesu rychlosti solidifikace s rostoucí vzdáleností od místa nukleace;
- Martenzitická struktura, která vzniká bezdifuzní transformací nadkritickým ochlazením již existující krystalické fáze na normální teplotu. Často bývá doprovázena přítomností dvojčat, jak je vidět na Obr. 35. Jedná se o SEM a EBSD snímky částic Ti-6Al-4V prášku v řezu.



Obr. 35 SEM a EBSD snímky částic Ti-6Al-4V prášku v řezu, a) SEM snímek částice, b) SEM snímek částice při větším zvětšení, c) Snímek částice s vysokým kontrastem, d) snímek inversního pole pro určení orientace krystalových rovin jednotlivých zrn.[22]

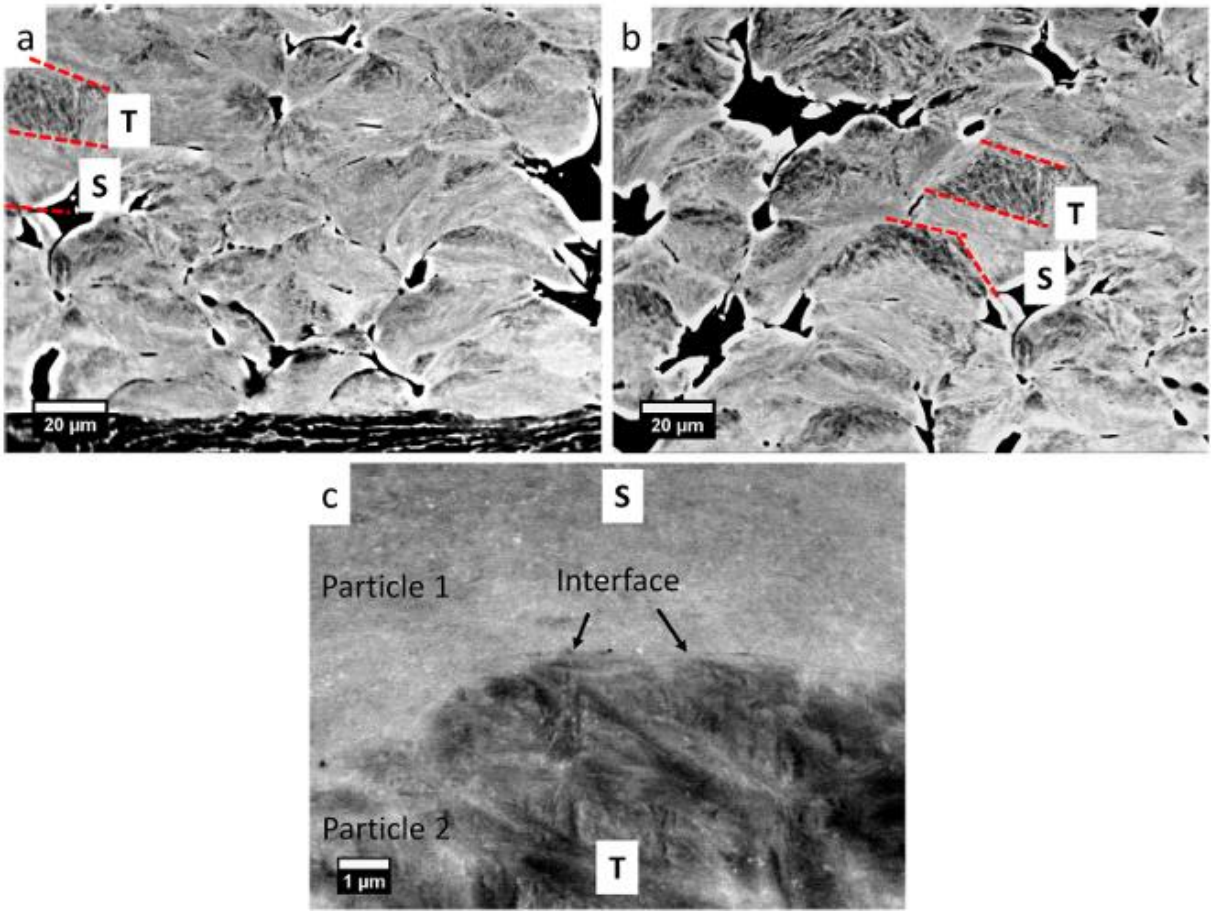
2.4 Mikrostruktura

Mikrostruktura a tvar částic, závislé na typu přípravy prášku, přímo ovlivňují výslednou kvalitu a mikrostrukturu CS nástřiku. Každý sloupec na Obr. 36 zobrazuje mikrostrukturu v řezu částic prášku, mikrostrukturu CS nástřiku slitiny Ti64 při malém zvětšení mikrostrukturu nástřiku při velkém zvětšení.



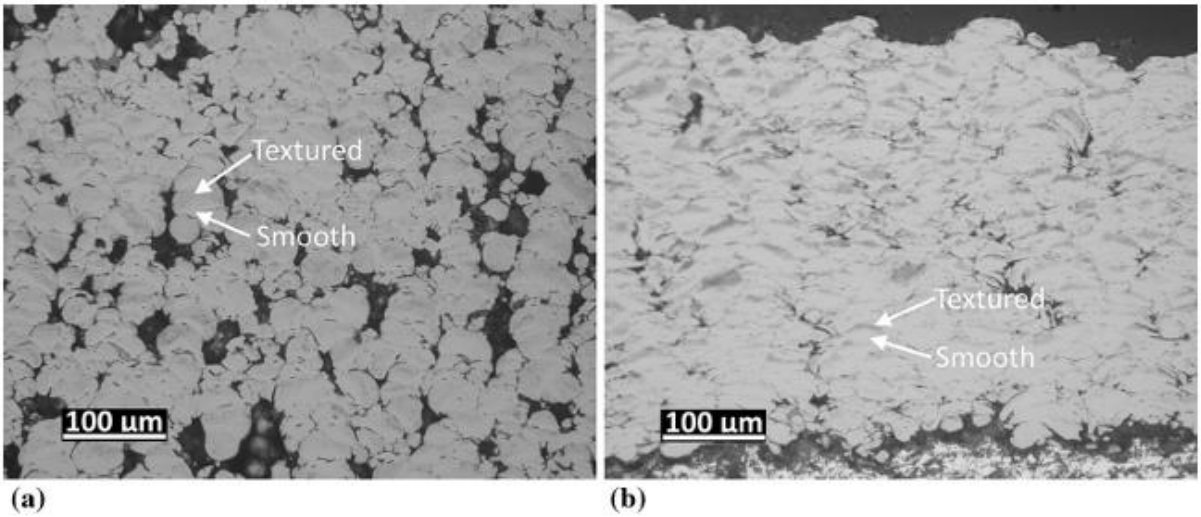
Obr. 36: Mikrostruktura prášků různé přípravy a vliv na kvalitu CS nástřiku [39]

Obraz ze zpětně rozptýlených elektronů taky rozlišuje dvě oblasti na částici, nejlépe jsou rozeznatelné na částici v kontaktu se substrátem na Obr. 37 a na Obr. 15 b): v horní části oblast s tmavým kontrastem a ve spodní části oblast s kontrastem světlejším. Jedná se o rozdíly v mikrostruktuře, tmavá oblast se nazývá „texturovaná“, světlá oblast je „jemná“ nebo „hladká“.



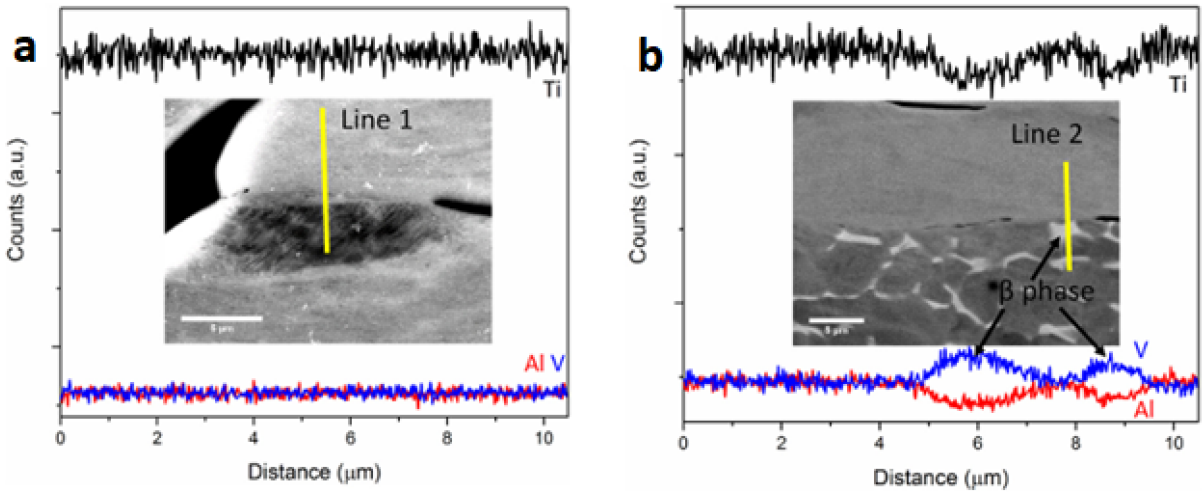
Obr. 37: Obraz zpětně rozptýlených elektronů řezu CS nástřiku Ti-6Al-4V na stejný substrát, a) v blízkosti substrátu, b)vnitřní oblast nástřiku, c) větší zvětšení rozhraní mezi částicemi T – texturovaná oblast (textured), S – jemná oblast (soft) [20]

Jak naznačuje Obr. 37, tmavá texturovaná oblast (označena jako T) obsahuje pásy dvojčat a transformovanou martenzitickou strukturu, zatímco světlá oblast (S) nevykazuje žádné speciální znaky. Jedná se o rovnoosá zrna s nezávislou orientací jako výsledek zjemnění zrna v důsledku dynamické rekrystalizace při nárazu. Martenzitická struktura není stejná jako před deformací, vzniká rozdílným mechanismem transformace, kdy smyková napětí nejsou dostatečně vysoká k vyvolání rekrystalizace, ale jsou postačující pro aktivaci skluzových rovin HCP martenzitu. Obě tyto oblasti jsou po naleptání pozorovatelné i na světelné mikroskopii, viz Obr. 38. [20] [42]



Obr. 38: Snímky CS vrstev slitiny Ti-6Al-4V ze světelného mikroskopu
a) procesní plyn N_2, procesní teplota 760 °C, procesní tlak 38,5 bar
b) procesní plyn He + N_2, procesní teplota 790 °C, procesní tlak 36 bar [42]

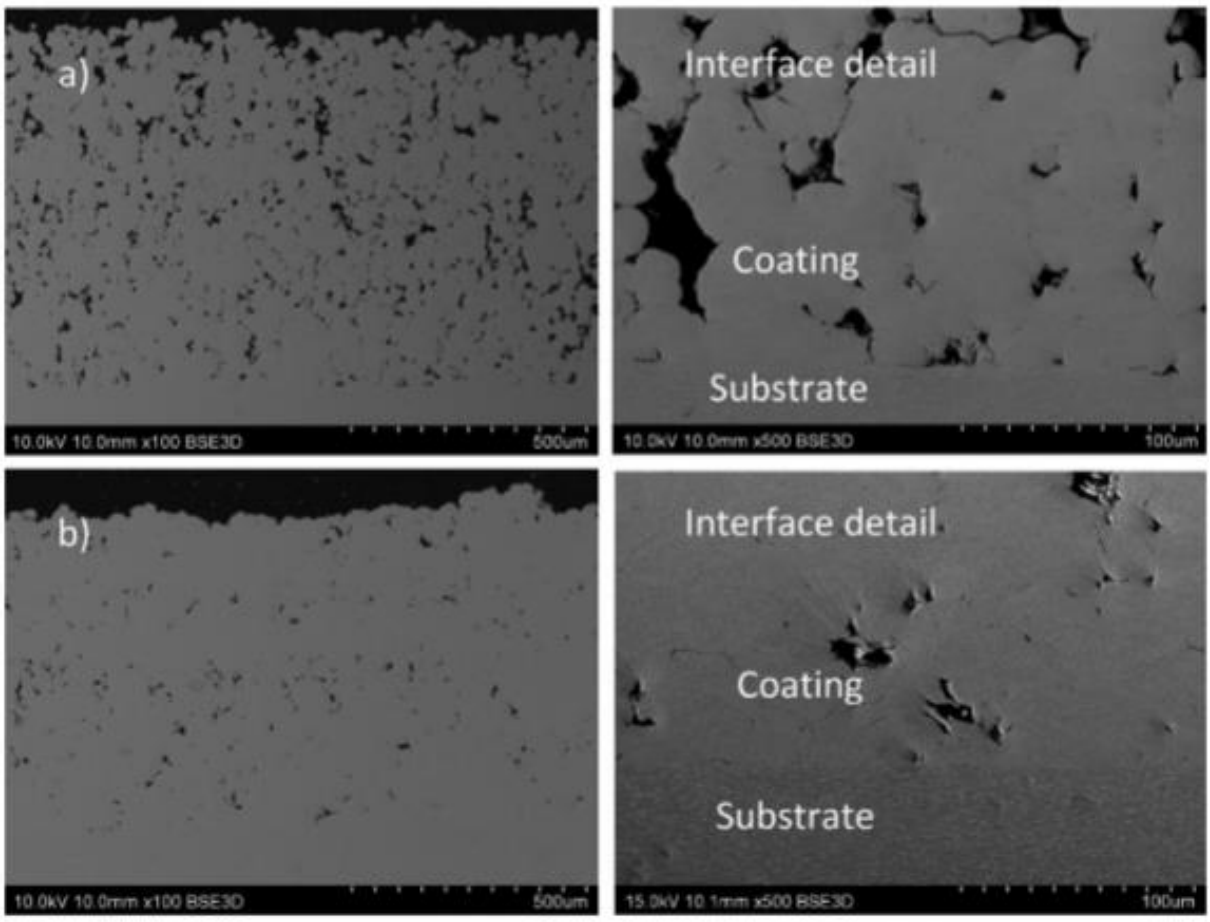
Z lineární EDS analýzy (Obr. 39) přes místa označená žlutými čarami na Obr. 15 b) vyplívá, že obě oblasti mají stejné složení, nedochází tedy k žádné segregaci na rozhraní. Dva peaky na Obr. 39 b) indikují zvýšený obsah vanadu, což je v souladu se skutečností, že linie EDS analýzy procházela přes zrno β fáze v substrátu, jejíž stabilizačním prvkem je právě vanad, jeho koncentrace je tedy v této fázi vyšší. [20] [42]



Obr. 39: EDS spektra lineárních skenů přes linie naznačené žlutými čarami
a) rozhraní částice/částice, b) rozhraní částice/substrát [20]

3 Porozita a HIP

Ve srovnání s běžně nanášenými kovy metodou cold spray mají slitiny titanu obecně vysokou pevnost, proto pro úspěšnou depozici vyžadují vysokou dopadovou rychlost částic. Tvorba povlaků s vysokou hustotou (nízkou porozitou) a mechanickými vlastnostmi ekvivalentními objemu je obtížná. Jedním z faktorů, který ovlivňuje porozita povlaku je teplota. S vyšší procesní teplotou klesá porozita, a tedy roste hustota povlaku, jak je vidět na Obr. 40. První snímek představuje kolmý řez povrchem s nástřikem Ti-6Al-4V na substrát stejného materiálu při teplotě 800 °C, což je konvenční teplota pro CS nástřik takových slitin. Povlak na první pohled obsahuje větší množství dutin než povlak na snímku dole, kde se jedná o kolmý řez povrchu s CS nástřikem s procesní teplotou 1100 °C.



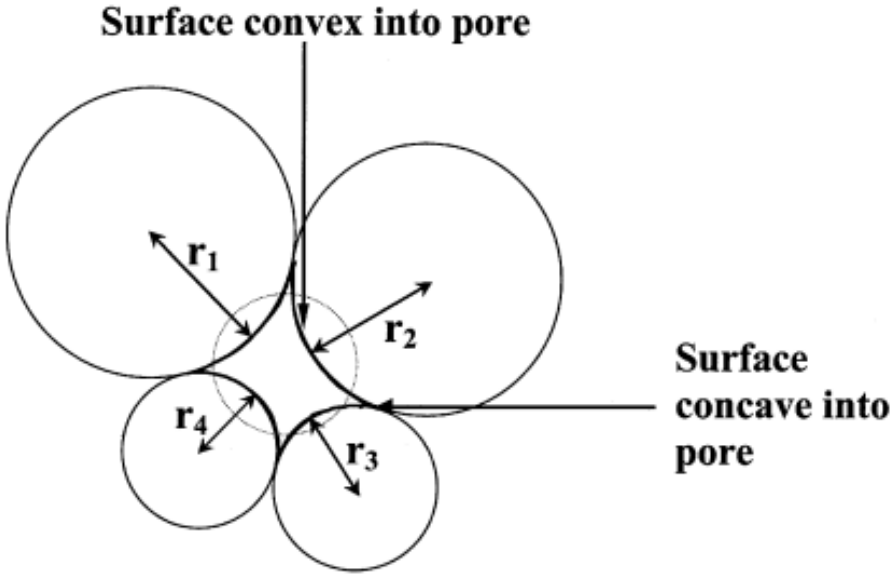
Obr. 40: Porovnání CS násřiků slitiny Ti-6Al-4V při různých procesních teplotách: a) 800 °C, b) 1100 °C [43]

V důsledku toho se mechanické vlastnosti CS nástřiků titanových slitin významně liší od vlastností bulku. Nejkritičtější změnou je pokles hustoty a pevnosti. Vzhledem k typickým aplikacím titanových slitin v letectví nebo biomedicíně, je toto zhoršení mechanických vlastností neakceptovatelné. Při vhodných parametrech tepelného zpracování lze tažnost a pevnost Ti64 nástřiků zvýšit. Před tepelným zpracováním mají nástřiky tažnost do 1 % a hodnoty pevnosti se pohybují okolo 200–500 MPa v závislosti na parametrech a procesním plynu. Po tepleném zpracování při teplotě 600–1000 °C po dobu 2–4 hodin dochází k navýšení tažnosti na 6 % a pevnosti do 420–800 MPa. Ani tyto navýšené parametry nejsou srovnatelné s bulkem, kde lze běžně naměřit tažnost do 10–15 % a pevnost 1100 MPa. Rozdíly jsou způsobené vysokou porozitou nástřiků Ti64, na kterou tepelné zpracování nemá signifikantní vliv. [44]

Slibným řešením problému může být HIP, který zvyšuje kohezní pevnost i hustotu nástřiků. Při tomto procesu je materiál vystaven vysokým teplotám a tlakům, přičemž mediem pro přenos tlaku je plyn. Tím je dosaženo vyvolání ekvivalentních změn ve všech třech rozměrech tělesa. Vysoký tlak v komoře se součástí způsobuje vysoké napětí v okolí pórů v materiálů, vysoká teplota urychluje difuzi, a to má za následek smršťování pórů. Hnací síla pro snižování porozity je snížení povrchové energie systému. Pro zjednodušený sférický tvar póru lze hnací sílu vyjádřit tlakem (p) pomocí rovnice:

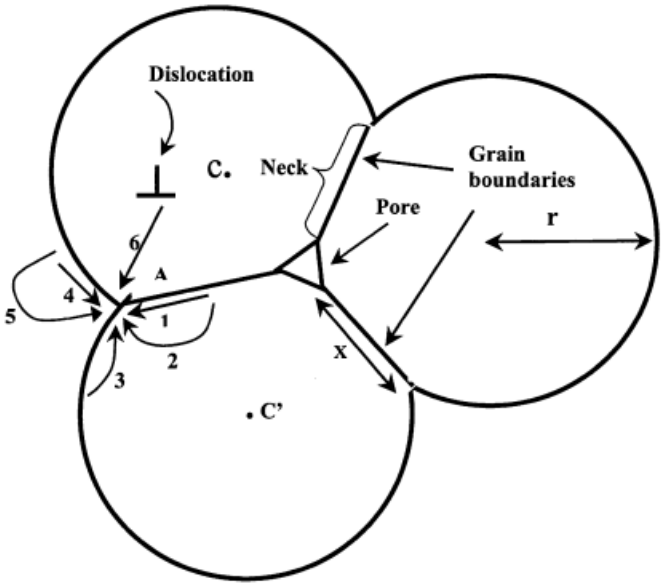
$$p = \frac{2\gamma}{r} \tag{2}$$

kde γ představuje měrnou energii povrchu vnitřního póru a r je poloměr zakřivení povrchu póru. Má-li pór složitější tvar, jeho povrch lze rozdělit do několika oblastí s různou křivostí, viz Obr. 41. Poloměr zakřivení konkávního povrchu je považován za kladný, poloměr konvexního povrchu je záporný. [45] [46][47]



Obr. 41: Pór uzavřený mezi čtyřmi kulovými částicemi/zrny s různými poloměry křivosti [45]

Mechanismy difuze v okolí póru jsou schematicky znázorněny na Obr. 42 a shrnuje je Tabulka 3



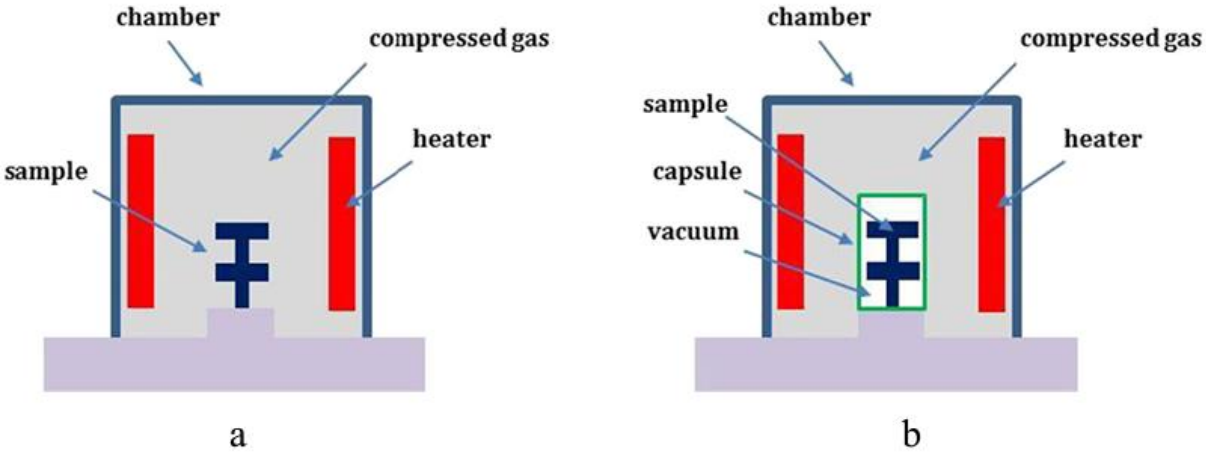
Obr. 42: Způsoby transportu materiálu nebo plynu [44]

Tabulka 3 [45]

Číslo na Obr. 42	Druh transportu	Zdroj media
1	Difuze hranice zrna	Hranice zrna
2	Mřížková difuze	Hranice zrna
3	Mřížková difuze	Povrch
4	Difuze povrchu	Povrch
5	Transport plynu/páry	Povrch
6	Mřížková difuze	Dislokace

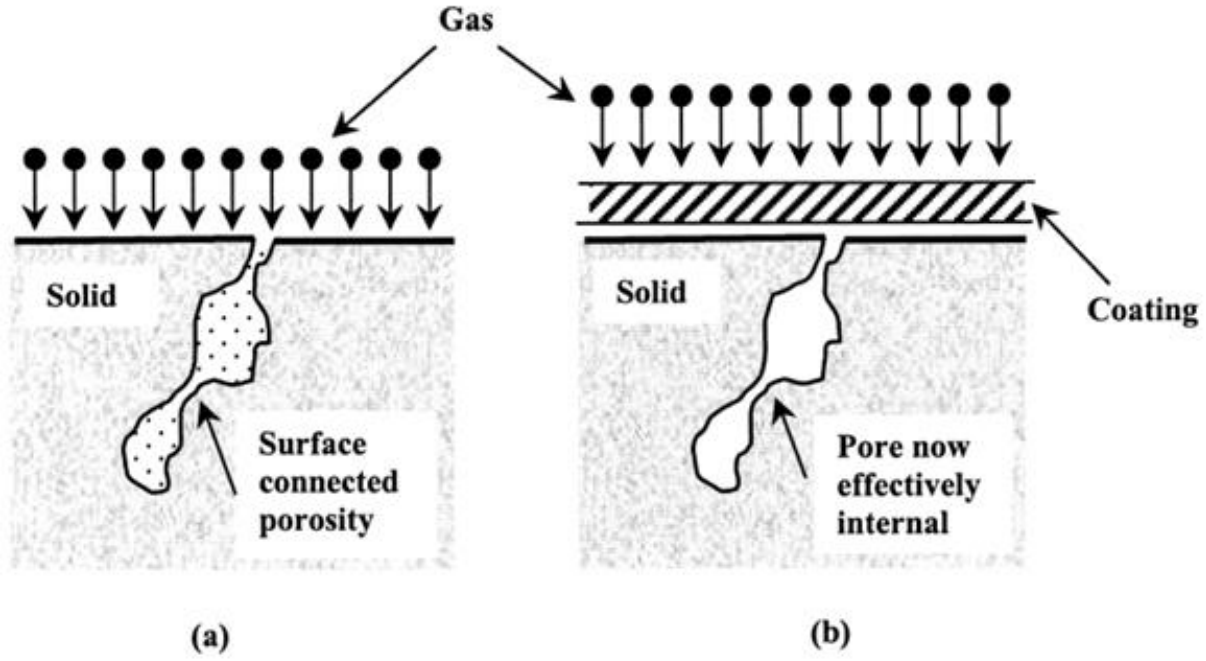
Aby došlo k zaplnění póru, materiál může být přesunut difuzí z hranice zrna (1,2) nebo pohybem dislokací z objemu zrna (6). Tyto mechanismy mají za následek přibližování středů zrn (částic) a snižování objemu póru a tím dochází ke zhutnění materiálu. Ostatní uvedené mechanismy (3–5) souvisejí s transportem z místa povrchu póru na jiné místo na povrchu póru; mění tak jeho tvar, ale nesnižují objem, nevedou proto ke snižování porozity a zhutňování tělesa nebo vrstvy. Při procesu HIP vliv vnějšího tlaku převyšuje hnací sílu spojenou s povrchem póru a způsobuje rozpuštění veškerého plynu v póru do matrice. Rozpuštěný plyn poté snadněji difunduje k volnému povrchu než do jiného póru, objem póru se snižuje vlivem difuzních mechanismů popsaných výše a tím dochází ke kolapsu póru. [45]

Samotný proces HIP lze aplikovat ve dvou provedeních, které se liší přítomností deformovatelné kapsle, do které může být těleso umístěno. Rozdíl mezi nezapouzdřeným a zapouzdřeným HIP je schematicky vidět na Obr. 43. Při nezapouzdřeném HIP přichází inertní plyn do kontaktu s povrchem tělesa a přispívá tak k celkovému tlaku uvnitř otevřených pórů.



Obr. 43: Schéma a) nezapouzdřeného b) zapouzdřeného HIP
chambre – komora, compressed gas – stlačený plyn, sampe – vzorek, heater – topné těleso, capsule – kapsle, pouzdro [46]

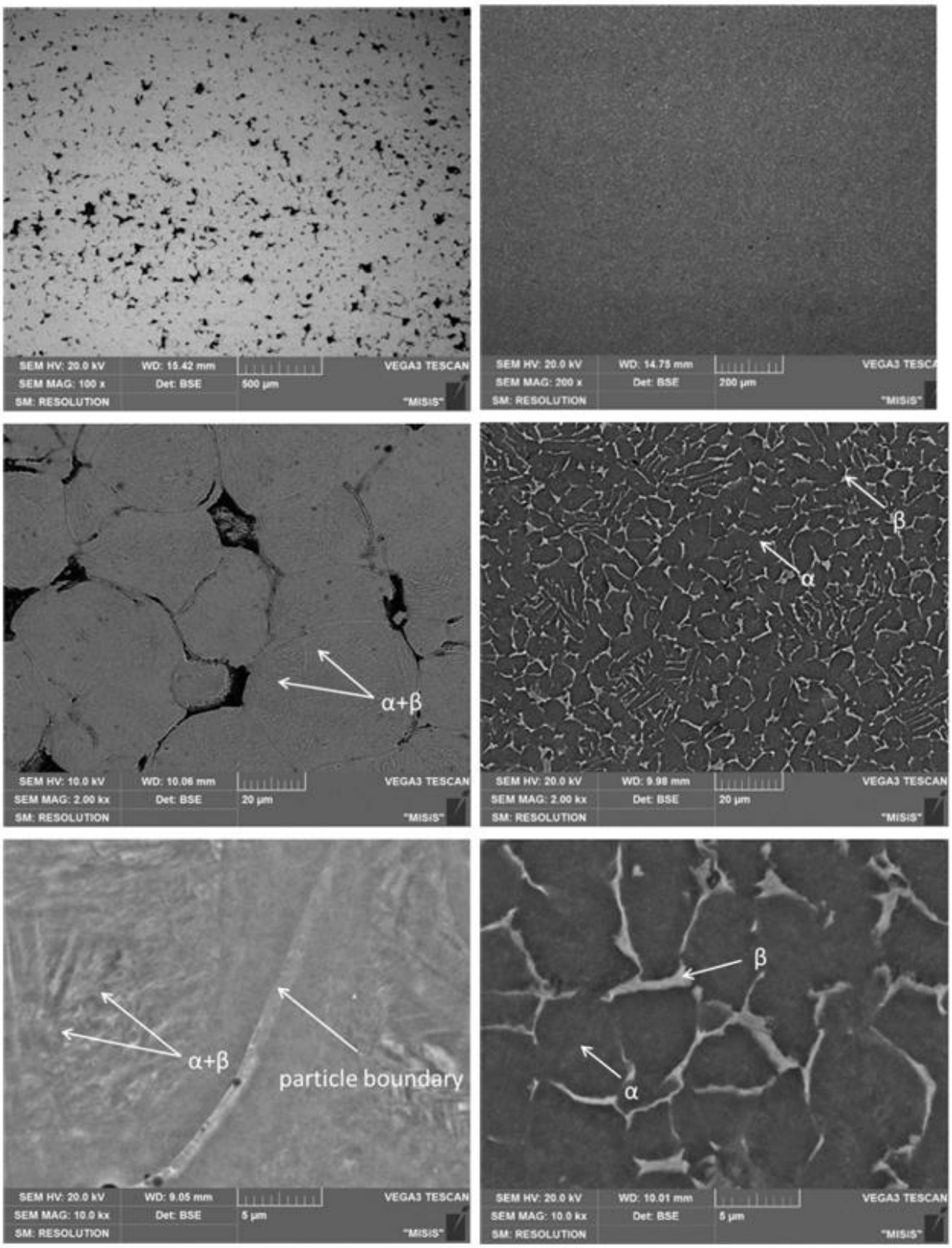
Tento typ HIP eliminuje izolované vnitřní póry, otevřené póry propojené s povrchem ale ve struktuře zůstávají i po procesu. Jak vyplývá z názvu, zapouzdřený HIP využívá deformovatelnou kapsli (pouzdro), do které je umístěno těleso. Atmosféra v kapsli je vyčerpána na vakuum, tím dojde také k vyčerpání plynů z otevřených pórů, tlak pracovního plynu je na povrch otevřených pórů přenášen skrz kapsli a tím dochází k jejich smršťování. Schematicky je toto „uzavření“ vnějších pórů kapslí zobrazeno na Obr. 44. [45]



Obr. 44: a) Otevřený pór propojený s povrchem, umožněný kontakt s plynem přenášejícím tlak b) Otevřený pór „uzavřen“ stěnou kapsle, kontakt s plynem přenášejícím tlak přerušen [45]

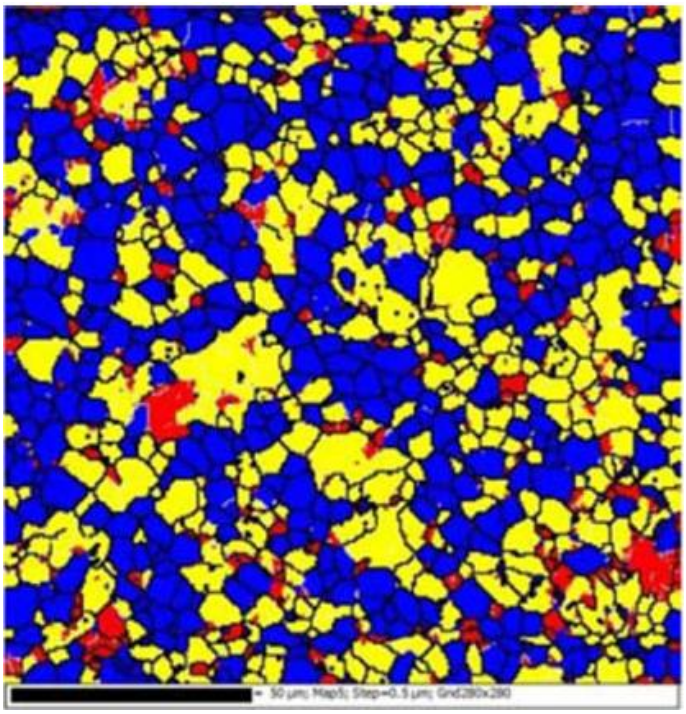
Dalším efektem HIP je změna mikrostruktury výchozího materiálu. Vysoká teplota a tlak během procesu vedou k významné difuzi, díky které dochází k rekrystalizaci a separaci fází. Během procesu HIP cold spray nástřiku slitiny Ti-6Al-4V dochází k lokalizaci oblastí bohatých na

vanad v okolí hranic zrn. Obr. 45 porovnává mikrostrukturu po nástřiku bez dalšího zpracování (vpravo) a mikrostrukturu nástřiku podrobeného izostatickému lisování za tepla (vlevo) při různém zvětšení. Parametry nástřiku i HIP ze studie [46] uvádí Tabulka 4.[46]



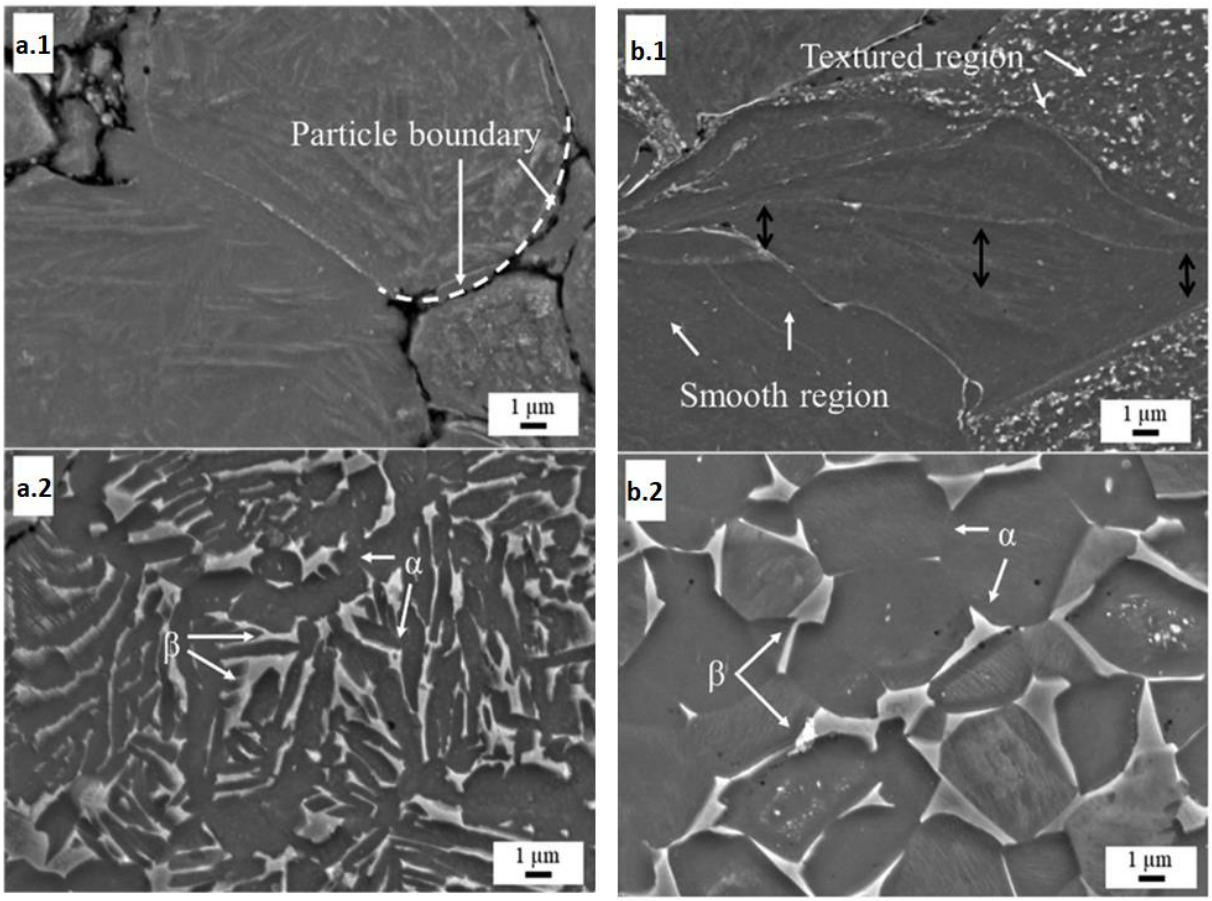
Obr. 45: Struktura částic CS nástřiku slitiny Ti64 před (vlevo) a po zpracování procesem HIP (vpravo) [46]

Porozita vzorku bez HIP (za daných podmínek nástřiku) dosahuje okolo 7,5 %, což může být dáno nedostatečnou deformací částic při nárazu jako důsledek vysoké pevnosti slitiny. Nástřik má dispergovanou (α+β) strukturu s jemnými zrny. Lisováním za vysokých teplot dochází k výraznému snížení porozity, v tomto případě hodnota nepřesahuje 0,2 %. Vyšší obsah vanadu na hranicích zrn souvisí s přítomností β-fáze, která v těchto místech nukleuje vlivem přesycení a nadále krystalizuje. Podle výsledků EBSD analýzy lze určit, že většina struktury je po HIP rekrystalizovaná. Modrá barva na Obr. 46 představuje plně rekrystalizovaná zrna, žlutá barva odpovídá polygonizovaným zrnům a červená zrna jsou zrna ještě deformovaná.



Obr. 46: EBSD snímek mikrostruktury CS nástřiku slitiny Ti64 po HIP, modrá: rekrystalizovaná zrna, žlutá: polygonizovaná zrna, červená: deformovaná zrna [46]

Změna mikrostruktury vede ke změnám mechanických vlastností. Přestože obecně pokles porozity obvykle znamená nárust tvrdosti, mikrostrukturní změny nástřiků Ti64 jsou tak významné, že jsou dominantním faktorem určujícím změnu tvrdosti. Snížení dislokační hustoty vlivem výdrže na vysoké teplotě, růst zrn (především zrn β-fáze) a zánik martenzitické α‘-fáze vede ke snížení tvrdosti nástřiku. Významnou krystalizaci β-fáze obklopující zrna α-fáze demonstruje Obr. 47. Podrobnosti o parametrech nástřiku a procesu HIP uvádí Tabulka 4. Kromě zmíněných fází lze na snímcích pozorovat texturovanou oblast (textured region), jako rozlomené jehlice martenzitické fáze, která je původní strukturou dodaného prášku; a oblast hladkou (smooth region), jako výsledek intenzivní plastické deformace. Jedná se o protažená zrna α-fáze, která jsou orientována kolmo ke směru depozice. [37]



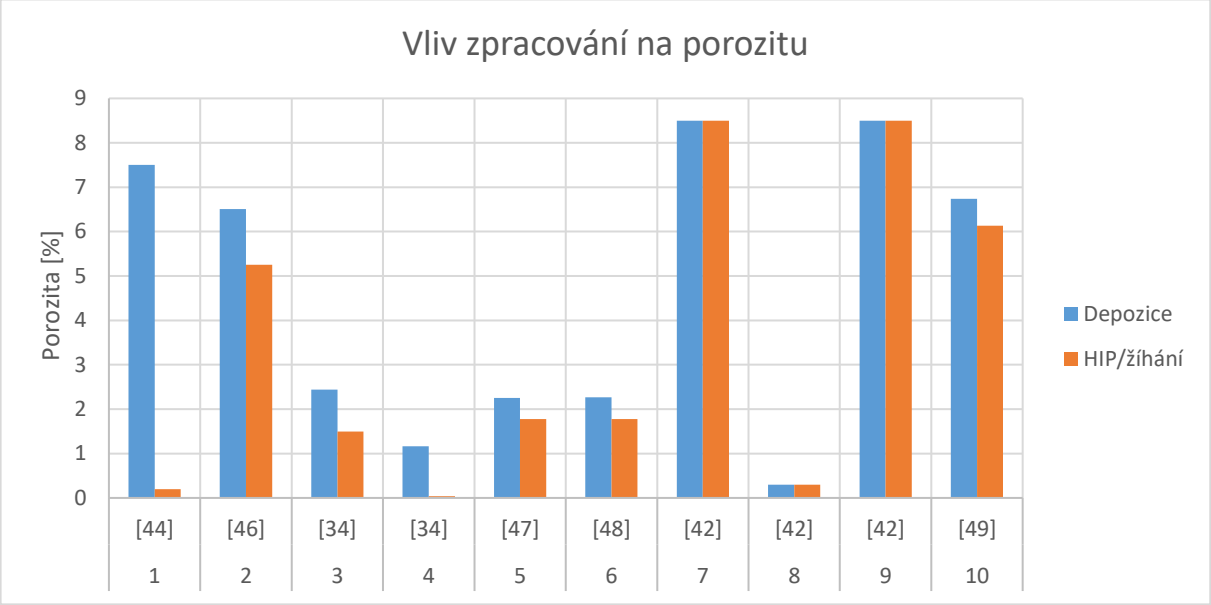
Obr. 47: Mikrostrukutura CS nástřiku slitiny Ti64 s procesním plynem a) N_2, b) He, 1) bez tepelného zpracování, 2) HIP [37]

Snížení porozity a deformačního zpevnění procesem HIP má za následek také zvýšení tažnosti. CS nástřiky slitiny Ti64, které nebyly podrobeny žádnému tepelnému zpracování, obecně nedosahují tažnosti nad 1 %. V závislosti na parametrech post-processingu lze vhodným tepelným zpracováním u nástřiků dosáhnout tažnosti i přes 10 %. Výsledné hodnoty tažností po HIP sumarizuje Tabulka 4, která vychází z dat dostupné odborné literatury.

Tabulka 4: Sumarizace parametrů nástřiku a tepelného zpracování, mechanických vlastností nástřiku bez následného zpracování a po následném zpracování z dostupné literatury

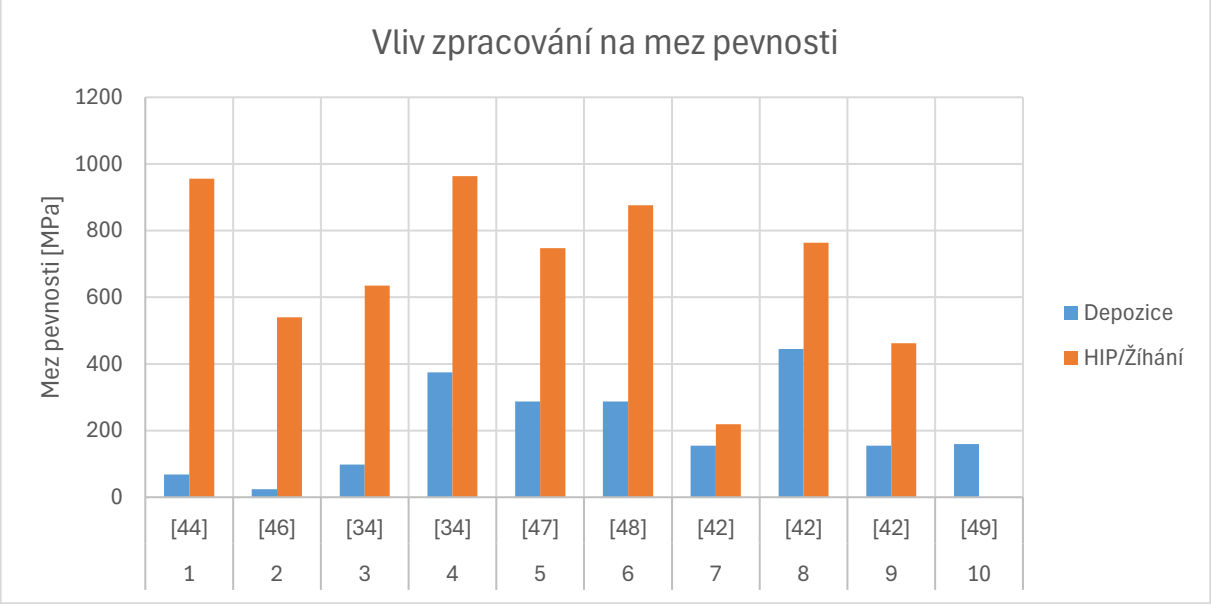
	Autor		[46]	[48]	[37]	[37]	[49]	[50]	[44]	[44]	[44]	[51]
Parametry CS nástřiku	Plyn		N_2	N_2	N_2	He	N_2		N_2	He	N_2	N_2
	Teplota	°C	600	800	950	950	1100	1100	800	350	350	800
	Tlak	MPa	5	4	5	2	5	5	4	4	4	4
	Rychlost rastrování	mm/s	50	50	100	100	500	40				330
Vlastnosti nástřiku bez následného zpracování	Mez pevnosti	MPa	68	24	98	375	287	287	155	445	155	160
	Tažnost	%	-	0,6	0,29	0,47	0,44	0,44	2,3	3,8	2,3	
	Porozita	%	7,5	6,51	2,443	1,164	2,25	2,27	5 až 12	0,3	5 až 12	6,74
	Tvrdost				420 HV0,2	280 HV0,2		393	350	357	350	276
Parametry HIP/TZ	Teplota	°C	900	910	920	920	930	930	600	600	1000	800
	Tlak	MPa	110	150	120	120	140	140	-	-	-	-
	Doba	h	2	2	2	2	4	4	2	2	4	4
Vlastnosti CS nástřiku po zpracování	Mez pevnosti	Mpa	956	540	635	963,41	747	876	219	764	462	-
	Tažnost	%	13,5	1	1,41	1,76	0,76	1,03	3,5	6,3	5,8	
	Porozita	%	0,2	5,25	1,498	0,037	1,78	1,78	5 až 12	0,3	5 až 12	6,13
	Tvrdost				390 HV0,2	210 HV0,2		327	314	330		248

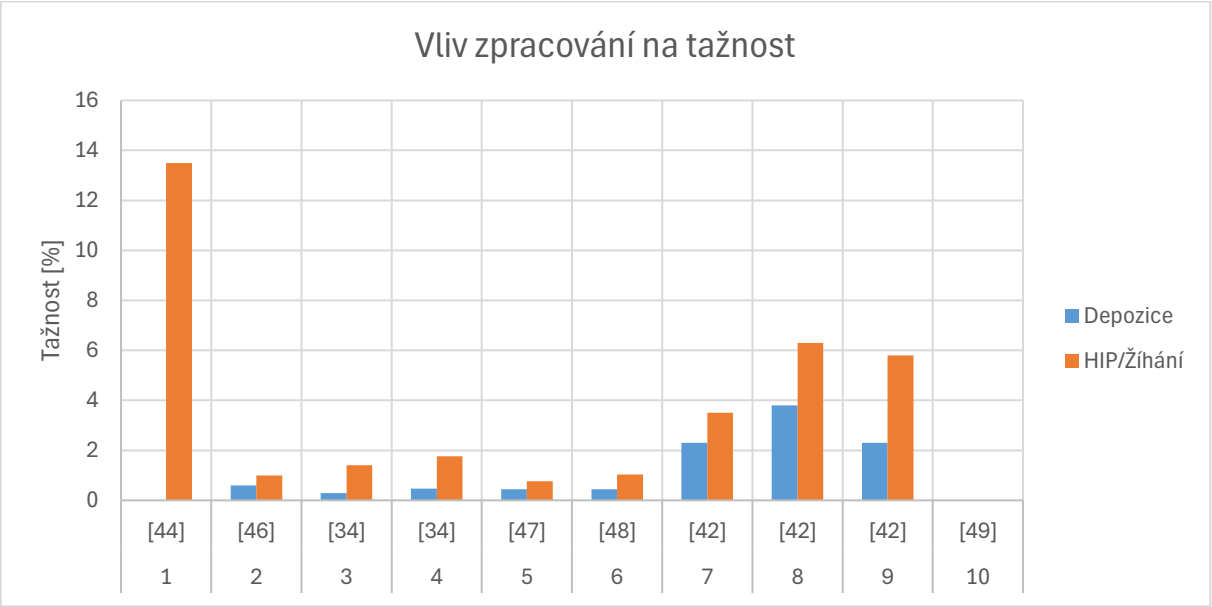
Pro přehlednost byla data graficky znázorněna na následujících grafech.



Obr. 48: Vliv HIP nebo žíhání na porozitu CS nástřiků slitiny Ti64
Pozn.: Pro sloupce 7 a 9 byl graficky znázorněn průměr rozmezí hodnot uvedeného v literatuře

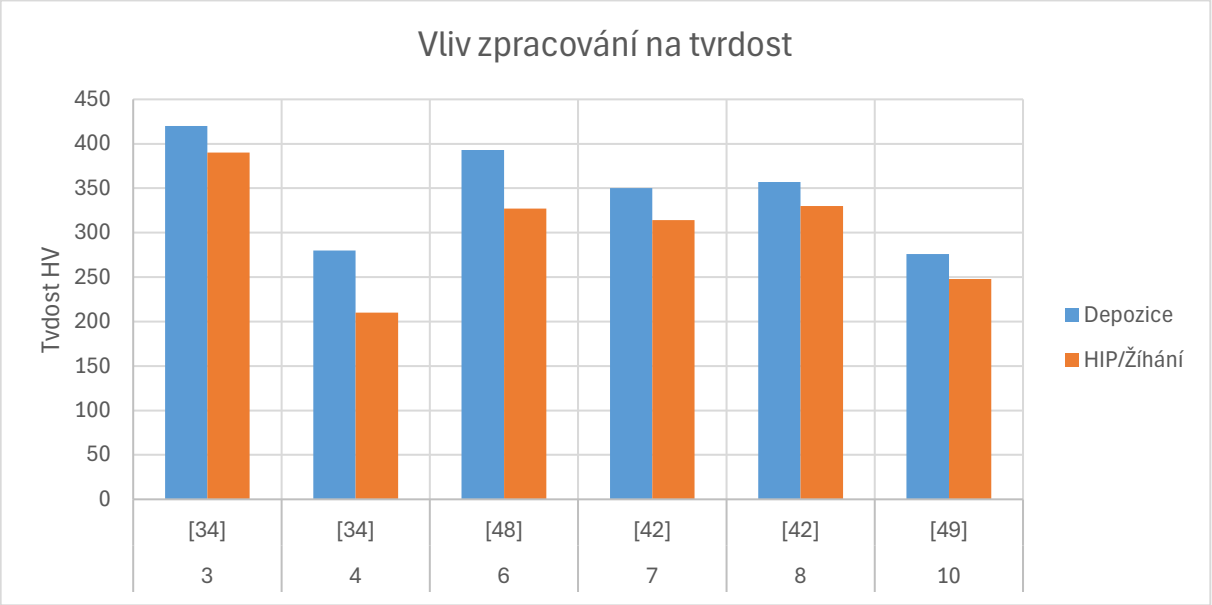
Obr. 48 porovnává porozitu nástřiků před a po HIP (sloupce 1–6) a žíhání (sloupce 7–10). Pokles porozity po HIP je způsoben uzavíráním pórů a je realizován mechanismy popsanými na Obr. 42. Data ukazují, že žíhání, tedy ohřev na definovanou teplotu bez zvýšení tlaku, není pro snižování porozity vhodné. Díky zvýšené teplotě jsou sice zlepšeny podmínky pro difuzi, která umožňuje snížení porozity, neexistuje ale hnací síla pro smršťování pórů spojená s tlakem v jejich okolí. Nejvyššího zhutnění bylo dosaženo zapouzdřeným HIP (1. sloupec), protože použití kapsle umožňuje eliminovat kromě vnitřních pórů i póry otevřené. S tím souvisí markantní rozdíl v hodnotách meze pevnosti „surového“ a zpracovaného povlaku. Vysoký podíl pórů a dutin v povlaku snižuje plochu kontaktu mezi částicemi a je tak omezen prostor pro mechanickou a metalurgickou vazbu. Kromě toho fungují zmíněné defekty při tahovém namáhání jako iniciační místa pro rozvoj trhliny. Snížení porozity by tedy mělo vést ke zvýšení meze pevnosti i tažnosti; to také dokazují data z literatury. Porovnání hodnot je graficky znázorněno na Obr. 49.





Obr. 49: Vliv HIP nebo žíhání na mez pevnosti a tažnost CS povlaků slitiny Ti64

Přestože by se při snížení porozity vlivem HIP nebo žíhání dal očekávat nárust tvrdosti povlaku, CS nástřiky slitiny Ti64 vykazují opačný trend, jak je vidět na Obr. 50.



Obr. 50: Vliv HIP nebo žíhání na tvrdost CS povlaků slitiny Ti64

Při vystavení nástřiku vysokým teplotám během HIP nebo žíhání dochází vlivem difuze k odstranění deformačního zpevnění a tím ke „změkčení“ materiálu. Z hlediska tvrdosti je tento uzdravovací mechanismus, v porovnání se zhutňováním materiálu, dominantní. Ke snížení tvrdosti nezanedbatelně přispívá také růst zrn β-fáze na úkor obsahu tvrdé martenzitické fáze α‘. [37]

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4 Materiály

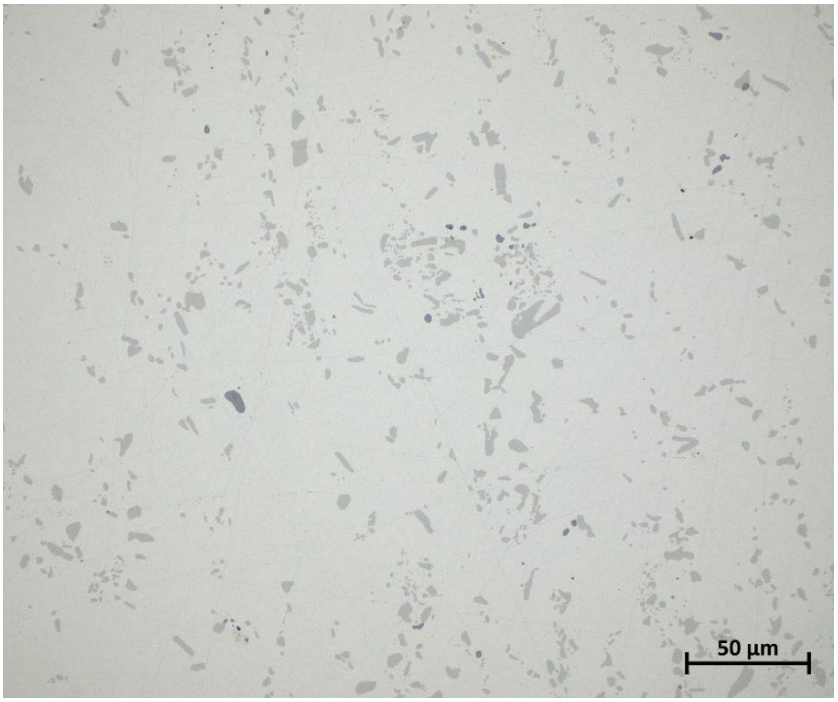
4.1 Al 2618

Výsledky této práce mohou sloužit jako vstupní informace při volbě parametrů CS nástřiků a HIP zpracování pro aplikace, kde součást pracuje za vysokých teplot, například motory pro automotive a letecké aplikace. V takových případech jsou na materiál kladeny vysoké nároky z hlediska vysokého poměru pevnosti k hmotnosti, nízké teplotní roztažnosti, odolnosti proti opotřebení a tepelné vodivosti. Hliníkové slitiny jsou v tomto ohledu ideálním kandidátem pro zmíněné aplikace, pro tuto práci byla jako substrát zvolena slitina Al 2618. Chemické složení slitiny uvádí Tabulka 5. Tato slitina byla úspěšně použita například jako primární konstrukce nadzvukového letounu Condorde. [52]

Tabulka 5: Chemické složení slitiny Al 2618 v hmotnostních procentech [53]

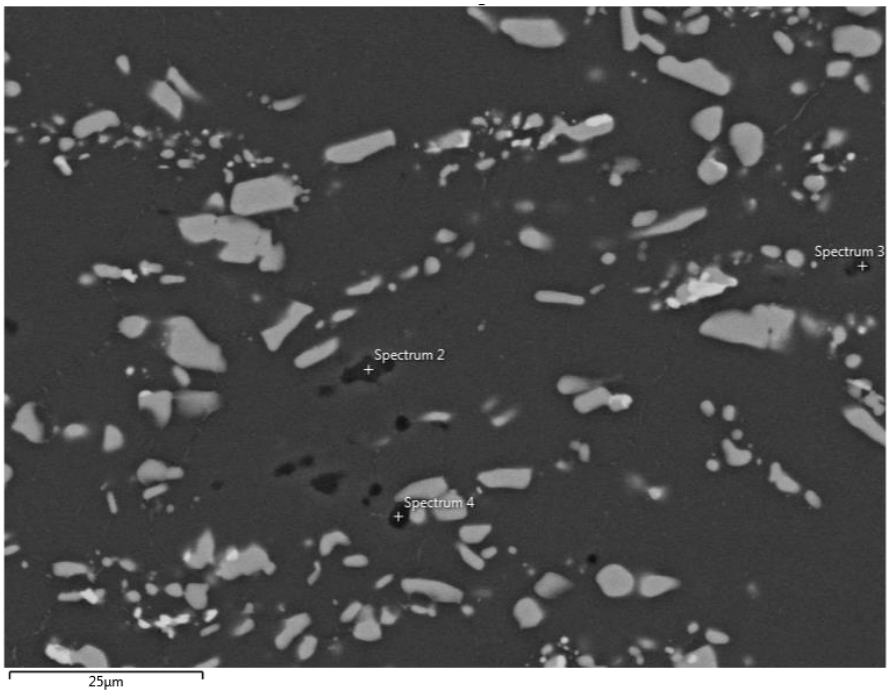
Cu	Mg	Ni	Fe	Si	Ti	Zn	Ostatní celkem	Al
1,9-2,7	1,3-1,8	0,9-1,2	0,9-1,3	0,25	0,04-0,1	≤ 0,1	≤ 0,15	Zbytek

Materiál byl dodán v podobě desek o rozměrech 50x50x10 mm ve stavu T6, který bývá nazýván „peak-stav“, protože nabízí nejlepší mechanické vlastnosti slitiny. Stavu je dosaženo rozpouštěcím žíháním při teplotách 530 °C po dobu 8 hodin, rychlým ochlazením do vody o teplotě 20 °C, a precipitačním stárnutím při teplotě 190 °C po dobu 10 hodin. Výslednou strukturou tohoto procesu jsou zpevňující fáze dispergované v matrici, kterou tvoří tuhý roztok legujících prvků v α-hliníku s kubickou plošně středěnou mřížkou (FCC). [54]



Obr. 51: Mikrostruktura dodaného materiálu v transverzálním řezu: hliníková slitina Al 2618 po tepelném zpracování T6

Zcela převládajícími jsou precipitáty fáze Al_9FeNi, které představují světle šedé částice v tmavě šedé matrici na Obr. 51, lze je snadno zobrazit pomocí světelné mikroskopie na metalografickém vzorku bez naleptání. S matricí není koherentní, má monoklinickou mřížku. Tato fáze je pro mechanické vlastnosti slitiny stěžejní, protože při vhodné distribuci zvyšuje pevnost materiálu a brání růstu zrn při zvýšených teplotách. Dalšími pozorovatelnými fázemi ve struktuře jsou Mg_2Si (nejtmavší částice viditelné na Obr. 51) a Al_7Cu_2Fe, které se na metalografickém výbrusu tvarem podobají nejrozšířenějším precipitátům, ale liší se barevným kontrastem. Pomocí EDS analýzy bylo ověřeno chemické složení zmíněných precipitátů.



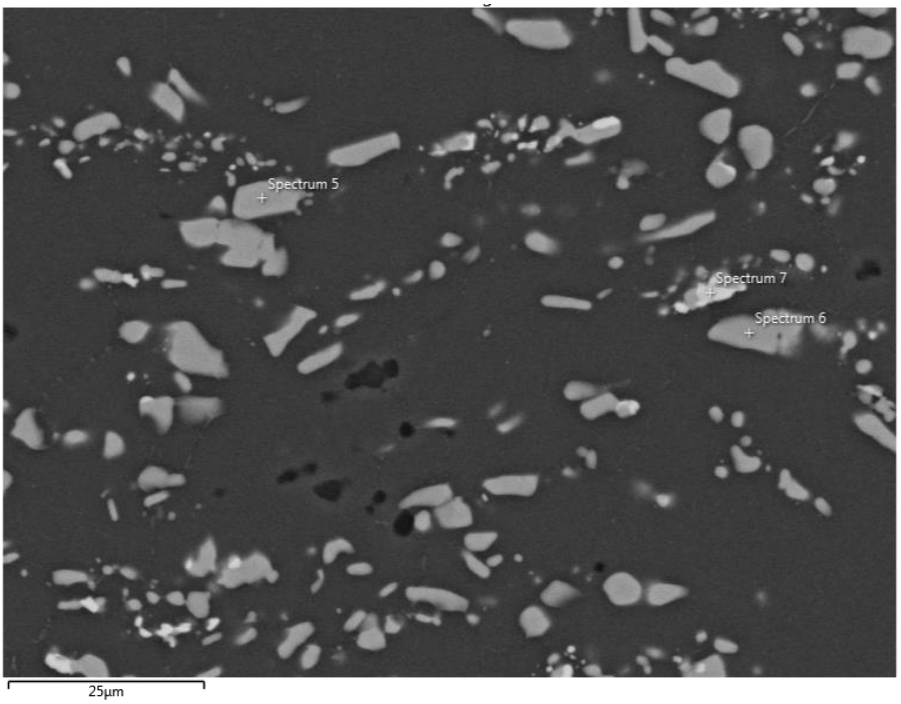
Obr. 52: Snímek z elektronové mikroskopie s naznačenými body měření pro EDS analýzu

Tabulka 6: Obsah prvků v měřících bodech podle EDS analýzy

Prvek	Atomová procenta		
	Spectrum 2	Spectrum 3	Spectrum 4
O	-	-	1,07
Mg	39,4	27,13	27,73
Al	37,19	55,42	51,7
Si	23,14	16,22	18,59
Cu	0,27	0,51	0,45
Fe	-	0,36	0,25
Ni	-	0,36	0,21

Získané výsledky uvedené v tabulce výše potvrzují, že převládajícími prvky v nejtmavších precipitátech na Obr. 52 jsou hořčík a křemík v poměru zhruba 2:1, což odkazuje na fázi Mg_2Si. Kromě výrazného signálu zmíněných prvků byla pozorována intenzita signálu hliníku. Tento jev je způsoben interakcí s matricí, jejíž hlavním prvkem je právě hliník. Stejně tak byly detekovány stopy méně zastoupených prvků, např. Cu. Ze tří měření poskytuje nejvěrohodnější hodnoty chemického složení měření 1. (Spectrum 2), protože bylo provedeno na největším precipitátu, ovlivnění okolní matricí nebo nečistotami je tedy nejmenší.

Podobně byly analyzovány i další precipitáty, místa měření jsou označena na Obr. 53, obsah detekovaných prvků v atomových procentech sumarizuje Tabulka 7.



Obr. 53 Snímek z elektronové mikroskopie s naznačenými body měření pro EDS analýzu

Tabulka 7: Obsah prvků v měřících bodech podle EDS analýzy

Prvek	Atomová procenta		
	Spectrum 5	Spectrum 6	Spectrum 7
Al	81,22	82,77	76,51
Si	0,84	0,89	-
Fe	8,93	8,37	7,23
Ni	8,25	7,16	4,23
Cu	0,76	0,81	12,03

První dvě měření (Spectrum 5 a Spectrum 6) byla provedena na nejhojněji zastoupených precipitátech, třetí měření bylo provedeno na zbývajícím typu viditelných precipitátů. Prvky detekovány na nejrozšířenějších precipitátech jsou převládající Al, Fe a Ni ve stejném vzájemném poměru a stopové množsví jiných prvků, například Si nebo Cu. To odkazuje na fázi se stechiometrickým zápisem Al_9FeNi. Poslední měření na odlišném precipitátu ukazuje velké zastoupení Al, Cu a Fe v přibližném poměru 2:1. Vyšší než zanedbatelný signál Ni může být způsoben přítomností fáze s Ni v okolí měřícího bodu, protože zkoumaná fáze často precipituje na Al_9FeNi. Zkoumaná fáze tedy odpovídá stechiometrickému zápisu Al_7Cu_2Fe

V závislosti na předchozích podmínkách mechanického zatěžování nebo expozice vysokým teplotám se v matrici slitiny Al 2618 mohou vyskytovat precipitáty fáze Al_2CuMg, která existuje ve dvou formách označených S a S‘. Fáze S je koherentní s matricí. Za určitých podmínek (zvýšené teploty nebo zatěžování) tyto zóny transformují na S‘-fázi, která je jen částečně koherentní. Fáze S‘ je stabilní jen v určitém „okně“ parametrů okolních podmínek, a to při teplotách od 270 °C do 300 °C. [54]

4.2 Ti-6Al-4V

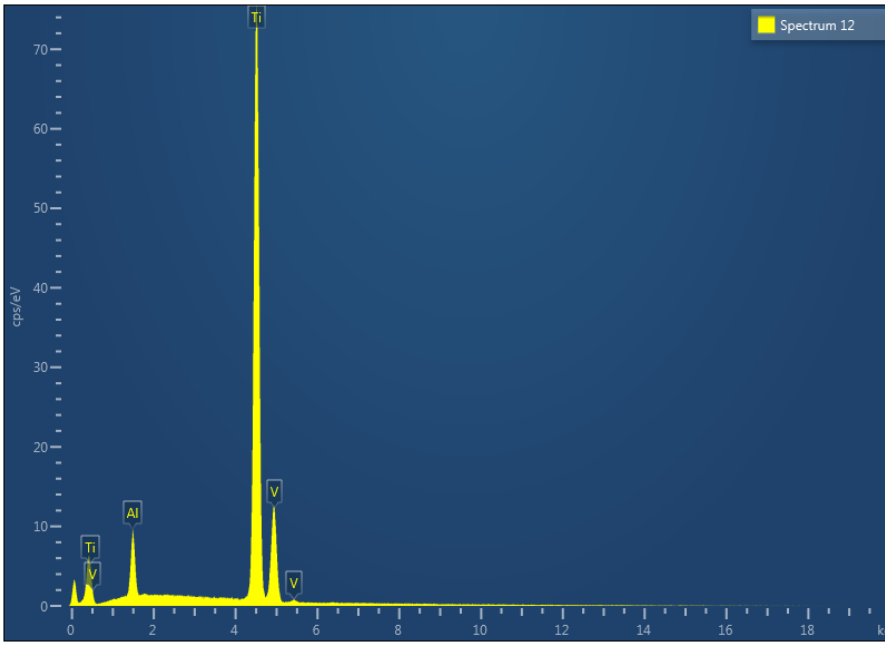
Použitý prášek byl dodán společností SANDVIK Osprey®. Jedná se o slitinu Ti-6Al-V-ELI (Grade 23), což je verze slitiny Ti-6Al-4V s nižším obsahem železa a intersticiálních atomů

(*ELI = Extra Low Interstitial*), konkrétně uhlíku a kyslíku. Oproti standartní slitině Ti-6Al-4V má třída ELI vyšší houževnatost, lepší únavové vlastnosti a je odolnější při provozu za kryogenních teplot. Mimo jiné je prášek vhodný pro aditivní výrobu a HIP. Tabulka 8 uvádí informaci o chemickém složení, kterou poskytuje výrobce. [54]

Tabulka 8: Chemické složení slitiny Ti-6Al-4V-ELI uvedené výrobcem, hmotnostní procenta [55]

Al	V	Fe	O	C	N	H	Y	Ti
5,50-6,50	3,5-4,5	≤ 0,25	≤ 0,13	≤ 0,08	≤ 0,05	≤ 0,012	≤0,005	Zbytek

Nízký obsah intersticiálních prvků byl ověřen pomocí EDS analýzy. Jak je vidět na Obr. 54, obsah jiných než majoritních prvků, tedy Ti, Al a V je menší než pozadí, nebyly tedy detekovány žádné jiné prvky, což značí jejich snížený obsah.

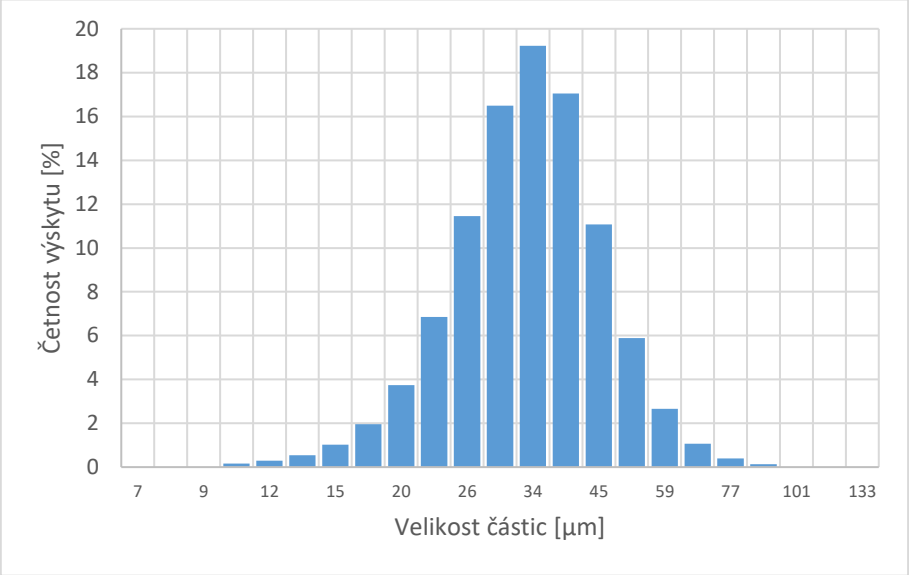


Obr. 54: Výsledky EDS analýzy dodaného prášku pro CS nástřik

Tabulka 9: Obsah prvků v dodaném prášku podle EDS analýzy

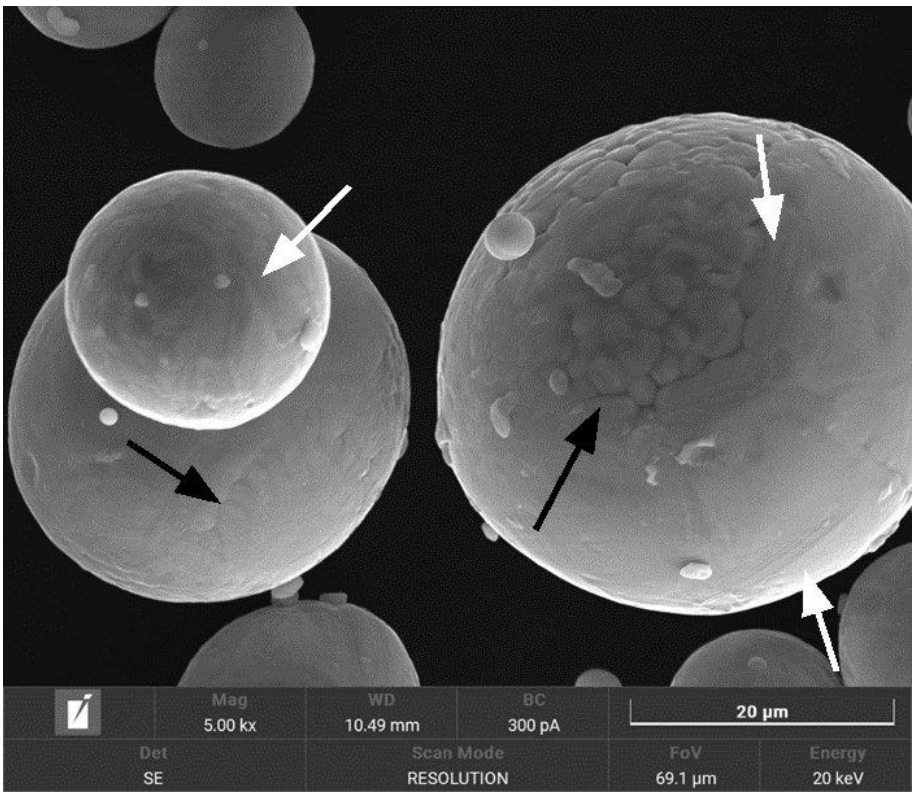
Prvek	Hmotnostní procenta
Ti	90,23
Al	6,06
V	3,71

Dle výstupních dat laserové rozptylové analýzy je průměrná velikost částic používaného prášku 32,55 µm. Distribuce velikosti je zobrazena na Obr. 55. Medián velikosti částic je dle dostupných dat 31,53 µm, standartní odchylka je pak 10 µm.



Obr. 55: Distribuce velikosti částic CS prášku slitiny Ti-6Al-4V

Mikrostruktura částic vychází procesu výroby – atomizaci v plynu. Jak bylo zmíněno v kapitole 2.3, na částicích vyrobených metodou atomizace jsou pozorovatelné 2 typy mikrostruktury: krystalická struktura s rovnoosými zrny (černá šipka na Obr. 56) a martenzitické oblasti (bílá šipka na Obr. 56).



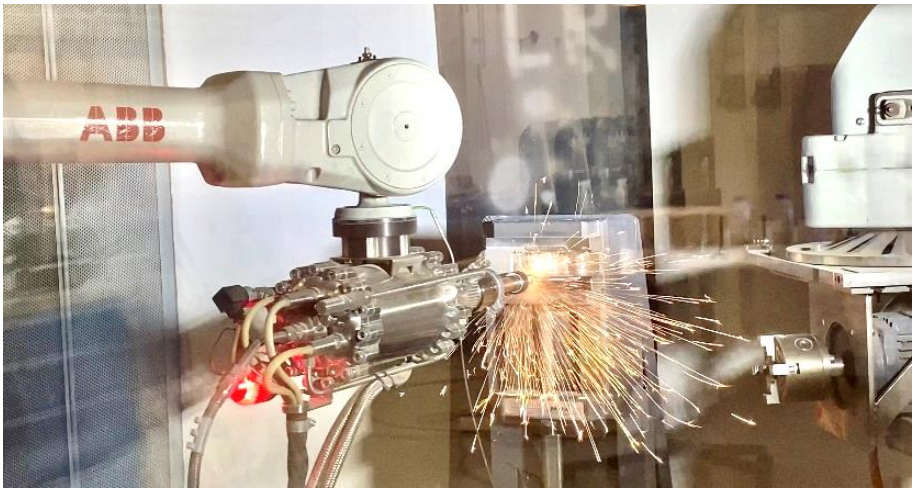
Obr. 56: SEM snímek částic použitého prášku slitiny Ti-6Al-4V-ELI

5 Parametry nástřiku

Pro přípravu nástřiků slitiny Ti-6Al-4V metodou cold spray bylo použito zařízení od firmy Impact Innovations GmbH. Jedná se o vysokotlaké CS zařízení, to znamená, že prášek je přiváděn do vstupní části trysky ve zbrani. Jako procesní plyn při depozici částic slitiny Ti64 byl použit indukčně předehřívaný N_2. Parametry nástřiku uvádí Tabulka 10.

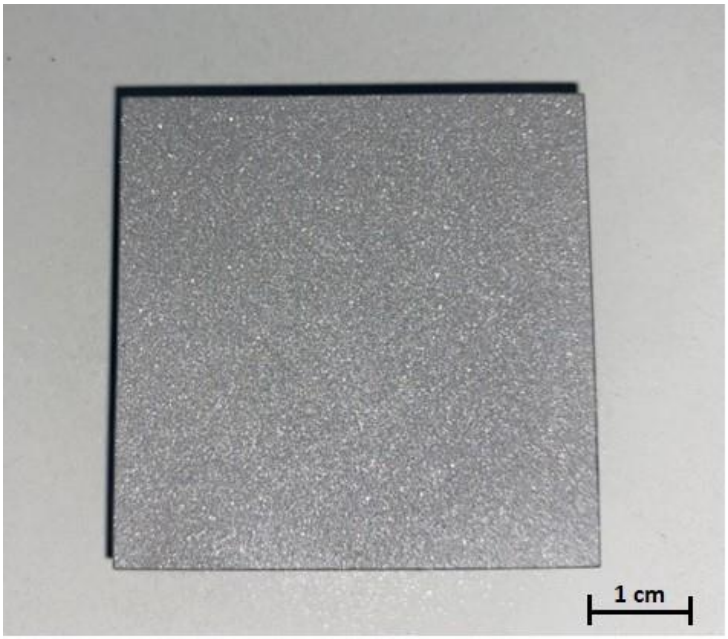
Tabulka 10: Parametry nástřiku

Teplota [°C]	Tlak [bar]	Tlak [MPa]	Rychlost rastrování [mm/s]	Vzdálenost trysky od substrátu [mm]
1020	50	5	400	30



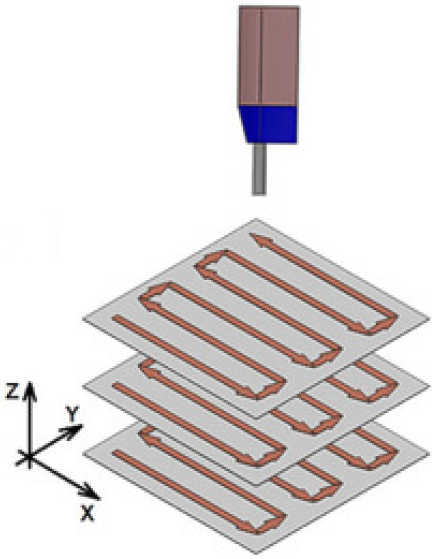
Obr. 57: Zbraň pro CS, pohyb realizován automatizovaným robotem, UMVI

Cílem bylo získat nástřik o tloušťce cca 6 mm. Na prvním vzorku byl odlazen počet vrstev, 40 vrstev nástřiku vedlo ke tloušťce nástřiku o necelých 9 mm, konečný počet vrstev byl tak snížen na 30 a bylo dosaženo 6+ mm tloušťky nástřiku. Po nanesení každé vrstvy se zbraň oddálila od substrátu vzhledem k předchozí poloze o 100 µm. Povrch substrátu byl před zahájením procesu nástřiku tryskán mediem o frakci F30 a předehřán čtyřmi svislými přejezdy zbraně bez zavedení prášku, tedy plynem o teplotě 1020 °C. Obr. 58 ukazuje stav povrchu substrátu po tryskání.

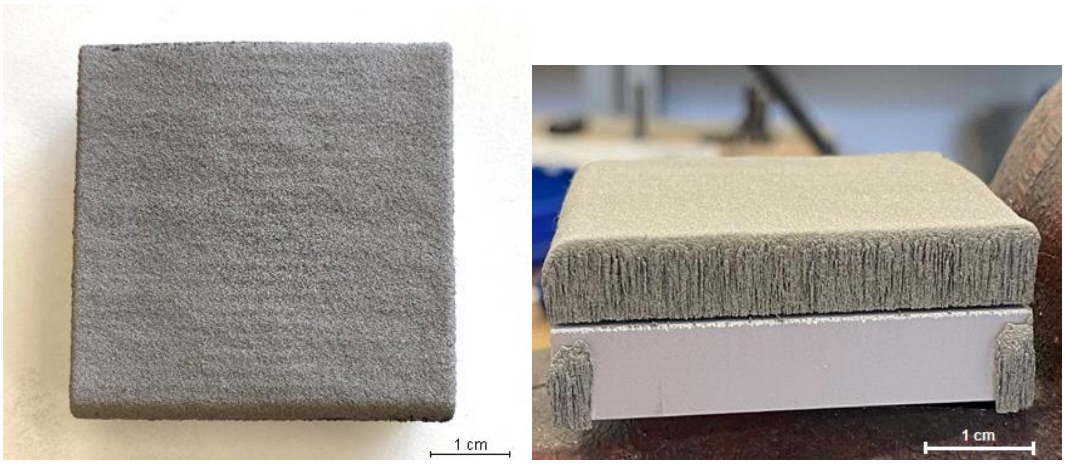


Obr. 58: Stav povrchu substrátu po tryskání mediem o frakci F30

Jako režim pohybu zbraně byl zvolen typ „zig zag“, tedy pohyb zprava do leva a opačně, kdy po dokončení každého řádku dochází k posunutí zbraně v kolmém směru tak, aby depozice pokračovala „na dalším řádku“. Schéma pohybu zbraně nad deskou substrátu, které ilustruje trajektorii pohybu, je zobrazeno na Obr. 59



Obr. 59: Schéma pohybu zbraně nad substrátem [2]



Obr. 60: Stav vzorku bezprostředně po depozici, vlevo: pohled shora, vpravo: pohled z boku

Na Obr. 60 vlevo je vidět stav povrchu nástřiku bezprostředně po depozici, levá část obrázku ukazuje pohled zboku. Na rozhraní mezi nástřikem a substrátem je viditelná mezera, po nástřiku tedy došlo k delaminaci. Tento jev byl pozorován u vyššího počtu vzorků, následně byl u delaminovaných vzorků nástřik od substrátu oddělen, aby mohly být jednotlivé části zpracovávány nezávisle na sobě. Oddělení bylo realizováno pomocí elektrojiskrového drátového řezání, což spadá do rodiny obrábění elektrickým výbojem známé pod zkratkou EDM (z angl. *Electrical Discharge Machining)*. Základem pro úbytek materiálu je elektrický výboj, který probíhá mezi obrobkem a elektrodou. Ta je přiváděna do místa řezu v podobě napnutého drátu. Při tomto procesu je obrobek s elektrodou zapojen do obvodu tak, že obrobek představuje anodu (má tedy kladný náboj) a elektroda je katodou (se záporným nábojem). Obvod je opatřen zdrojem rychle opakujících se impulsů vysokého napětí, které je přivedeno na elektrody. Vlivem vysokého napětí dochází mezi elektrodami ke vzniku iontů a elektronů jako přenašečů jednosměrného proudu. Tím vzniká výboj, který má za následek prudký nárust teploty v pracovním místě. Materiál obrobku se taví a odpařuje, čímž dochází ke vzniku mezery, a tedy k dělení materiálu. Oproti konvenčním metodám řezání má elektrojiskrové řezání tu výhodu, že při procesu nedochází k působení mechanického napětí na okolí řezu, respektive je tak malé, že je ve srovnání s běžnými způsoby řezání zanedbatelné. [56]

6 Parametry HIP

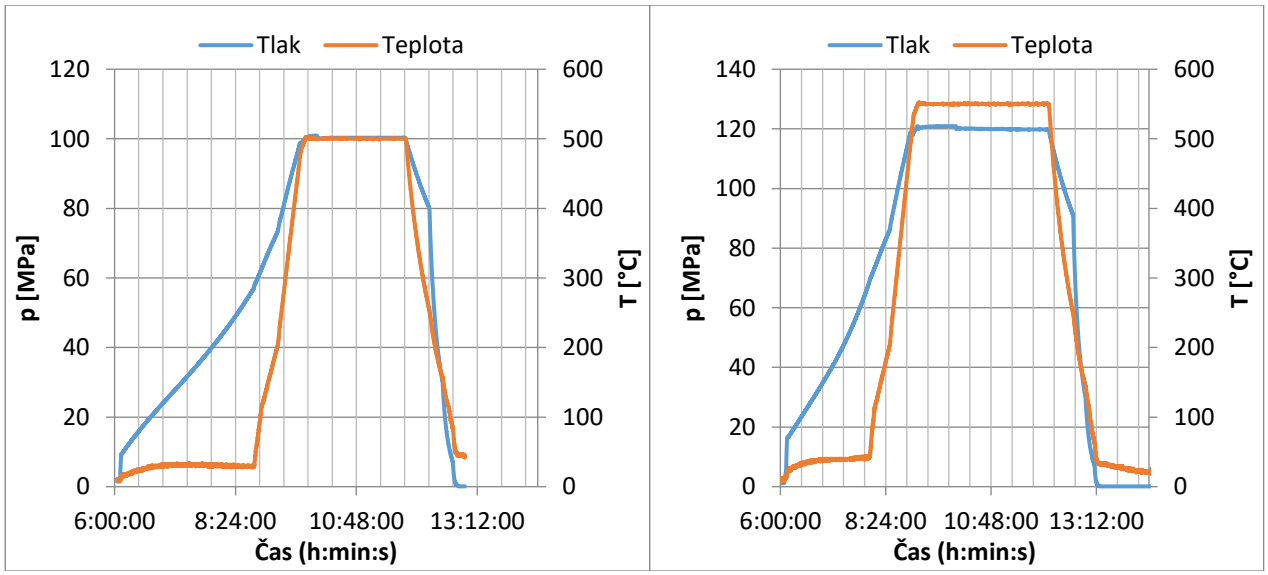
S ohledem na vlastnosti a omezení použitých materiálů bylo zvoleno 8 sad parametrů pro HIP, konkrétně se jednalo o teplotu, tlak a dobu výdrže. Zvolené hodnoty těchto parametrů uvádí Tabulka 11.

Tabulka 11: Parametry HIP

	Teplota [°C]	Tlak [MPa]	Doba výdrže [h]
HIP 01	500	100	2
HIP 02	500	120	2
HIP 03	500	100	3
HIP 04	500	120	3
HIP 05	550	100	2
HIP 06	550	120	2
HIP 07	550	100	3
HIP 08	550	120	3

Přestože se pro proces HIP při zpracovávání slitiny Ti64 používají teploty nad 900 °C, pro tuto práci byly zvoleny teploty značně nižší, a to kvůli omezení odolností hliníkového substrátu proti vysokým teplotám. Pro omezení oxidace během izostatického lisování při vysokých teplotách byla komora při procesu zaplněna inertním argonem.

Desky z Al 2618 s nástřikem Ti64 byly vloženy do komory HIP zařízení. Tlak uvnitř komory byl po úvodním skokovém nárustu zvyšován plynule průměrnou rychlostí 0,5 MPa/min až do cílové hodnoty. Teplota měla nejprve mírný nárust (průměrně desetiny °C za minutu), po dosažení cca 60 % tlaku plynu v komoře narůstala průměrnou rychlostí téměř 8 °C/min do konečné teploty. Po uplynutí doby výdrže klesala teplota rovnoměrně, pokles tlaku byl dvoustupňový. Do cca 400 °C byla rychlost poklesu tlaku do 1 MPa/min, v druhé části klesal tlak rychlostí až 2,8 MPa/min. Obr. 61 ukazuje schéma průběhu teploty a tlaku v čase.



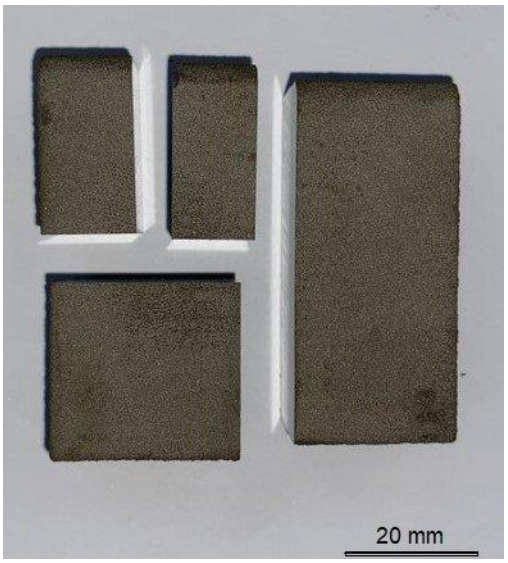
Obr. 61: Průběh tlaku a teploty v komoře při procesu HIP, vlevo: HIP01, vpravo: HIP08

VÝSLEDKY A DISKUZE

7 Mikrotruktura

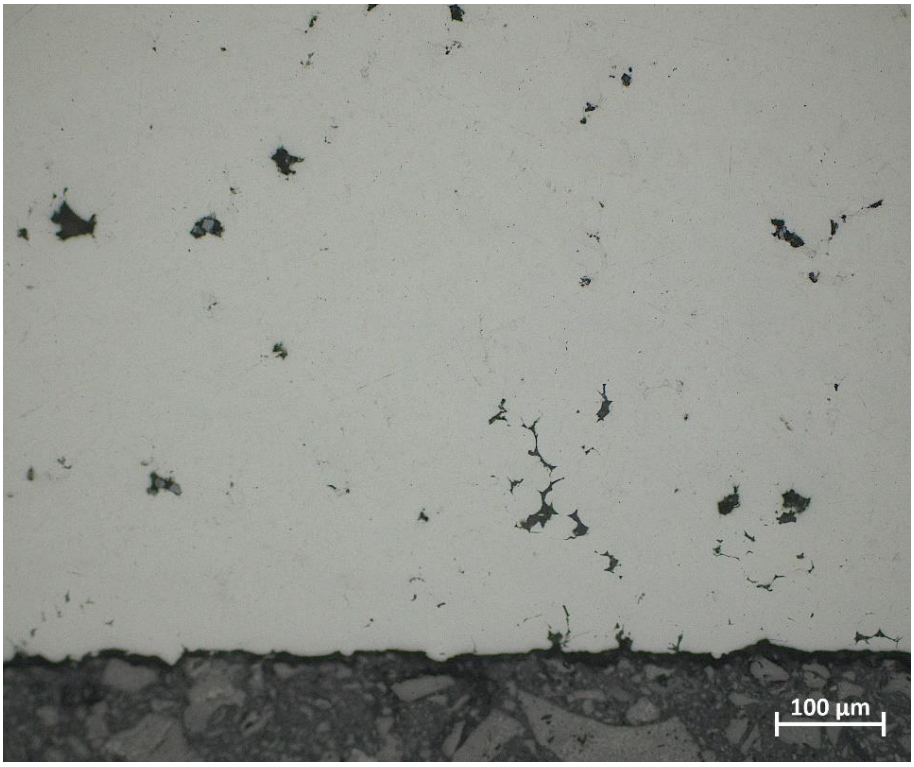
Znalost struktury a strukturních změn materiálu je pro pochopení problematiky CS nástřiku fundamentální, protože struktura materiálu přímo souvisí s „makroskopickými“ vlastnostmi, pro které je postup zpracování materiálu designován. Chemické složení vstupního materiálu bylo ověřeno v kapitole 4, tato kapitola sleduje změny vyvolané procesem HIP při různých teplotách, tlacích a dobách výdrže.

Metalografické vzorky v této práci byly připravovány standartním způsobem: materiál byl dělen na metalografické pile podle Obr. 62 tak, aby byl dostupný příčný (T) a podélný řez (L). Dále byl zalisován do vodivé hmoty Polyfast v metalografickém lisu Opal Xpress, povrch byl broušen pomocí poloautomatické brusky a leštičky LaboForce-50 na brusných papírech odstupňované zrnitosti od P320 do P4000. Médiem pro leštění byla diamantová pasta o velikosti částic 3, resp. 0,7 μm. V případě nedostačující kvality povrchu vzorku byl přidán krok leštění pomocí koloidní suspenze OPS.



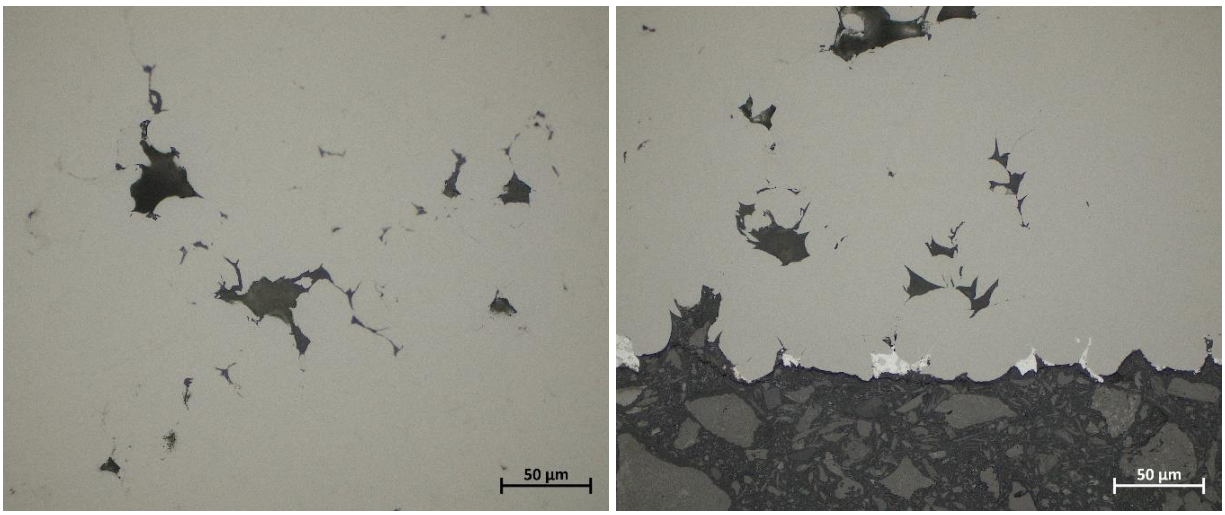
Obr. 62: Rozřezaný vzorek – cold spray nástřik

Na Obr. 63 je snímek příčného řezu nástřiku, který nebyl podroben procesu HIP. Orientace snímku odpovídá smyslu nástřiku, tedy spodní část obrázku by odpovídala substrátu. Vzorek byl ke zpracování dodán odděleně, tzn. nástřik a substrát zvlášť. V nástřiku bez provedení HIP lze pozorovat místa s dobře rozeznatelnými některými konturami deponovaných částic.



Obr. 63: Příčný řez nástřiku bez HIP, substrát odstraněn

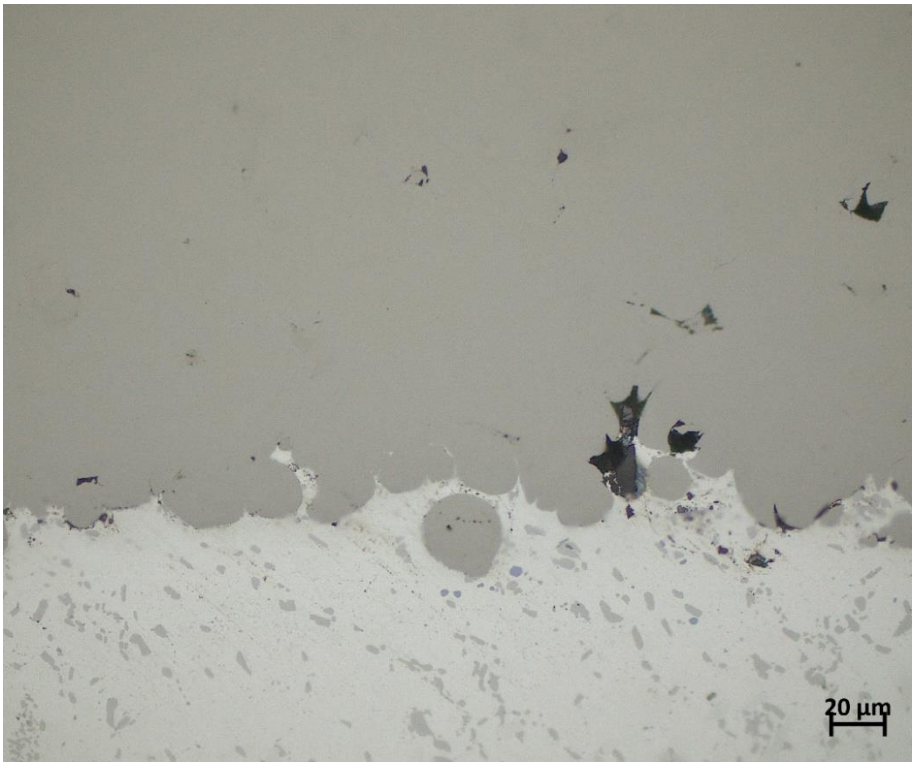
Takto rozeznatelné částice nepodléhají tak silné plastické deformaci, aby došlo k úplnému přetvoření jejich původního tvaru. Může to být způsobeno nedostatečnou rychlostí částic při nástřiku nebo přítomností vyššího podílu martenzitické fáze v částici. Podobné oblasti byly pozorovány i na vzorcích po HIP, viz Obr. 64.



Obr. 64: Struktura nástřiku, viditelné kontury částic, vlevo: HIP 04, longitudinální řez; vpravo: HIP 07, transverzální řez

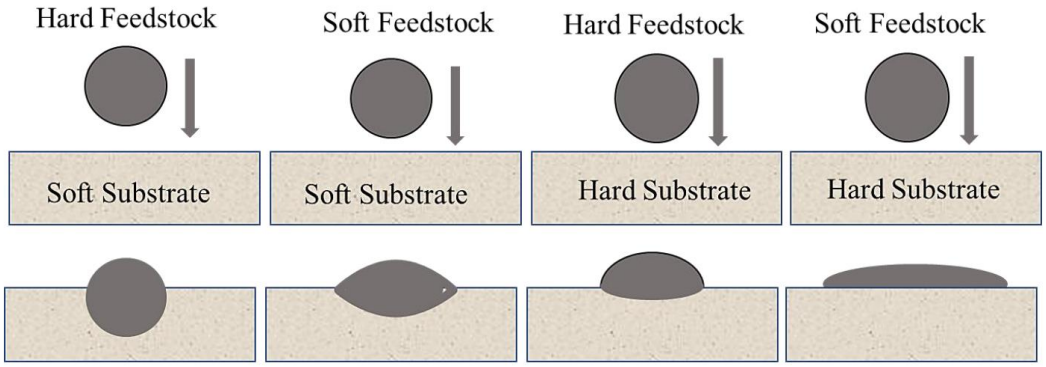
Již deponované částice vytváří tvrdou a pevnou vrstvu pro částice další. Absence silné plastické deformace částic dopadající na pevný podklad má za následek uzamknutí prostoru mezi částicemi, čímž vznikají v nástřiku dutiny. Na rozhraní jsou také pozorovány nedeformované

částice, plastickou deformaci a vyplnění prostoru kolem částice ale kompenzuje substrát slitiny o značně nižší pevnosti a tvrdosti. Obr. 65 ukazuje nedeformovanou částici, která se vlivem vysoké kinetické energie a působení dalších částic dostala hlouběji do měkčího substrátu.



Obr. 65: Nedeformovaná částice pod povrchem substrátu, HIP02

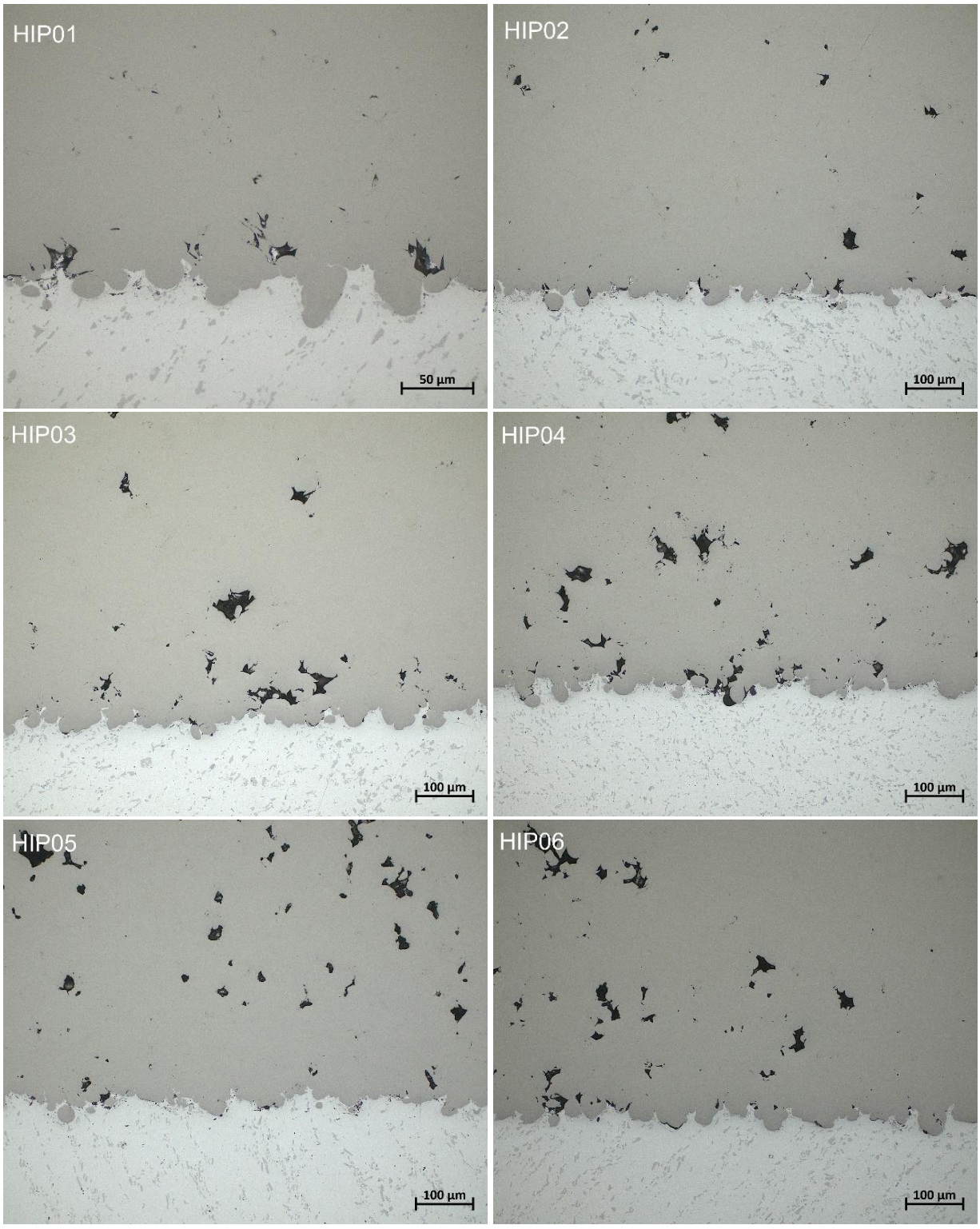
Tvrdost substrátu, částic nástřiku a jejich rozdíl má významný vliv na depoziční mechanismus. Částice s nižší tvrdostí podléhají silnější deformaci, což vede k lepší adhezi nástřiku na substrát. Částice o vysoké tvrdosti mohou způsobovat erozi substrátu, má-li substrát srovnatelnou tvrdost, nebo mohou proniknout až pod povrch měkčího substrátu, jako je tomu na Obr. 65. Obr. 66 představuje schéma různých kombinací tvrdosti substrátu a deponovaných částic nástřiku. [19]

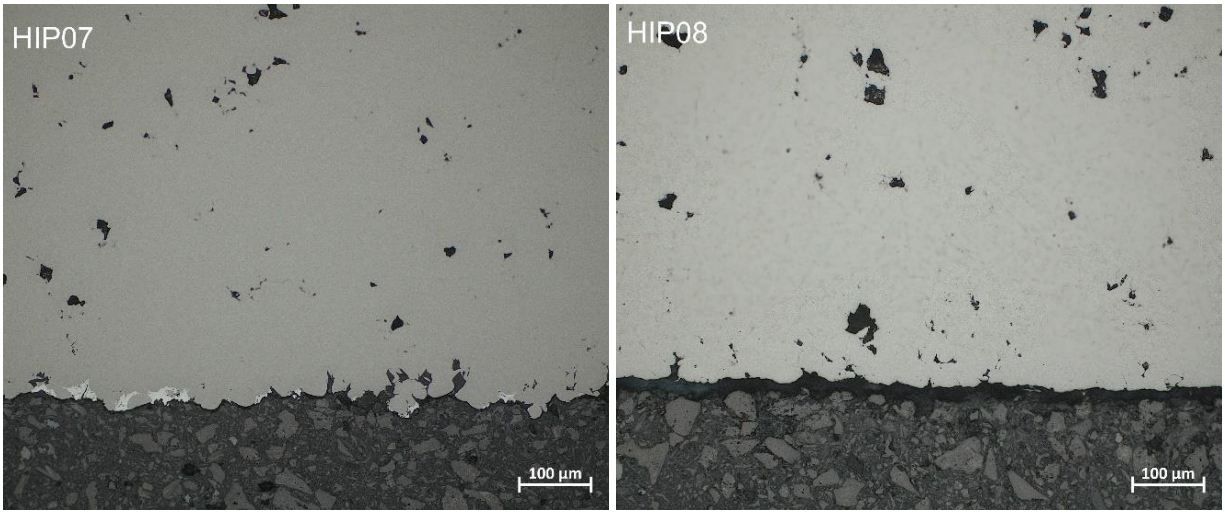


Obr. 66: Schéma deformace deponované částice při různých kombinacích tvrdosti částice a substrátu, hard – tvrdý, soft – měkký, feedstock – dodávané částice, substrate - substrát [19]

Na většině rozhraní vykazovaly vzorky dobrou adhezi povlaku k substrátu, a to především díky tvorbě tzv. zámků, což jsou oblasti na rozhraní, kde dochází k významnému mechanickému

promíchání materiálu povlaku s matriálem substrátu. Následující obrázky představují snímky mikrostruktury rozhraní mezi nástřikem a substrátem.

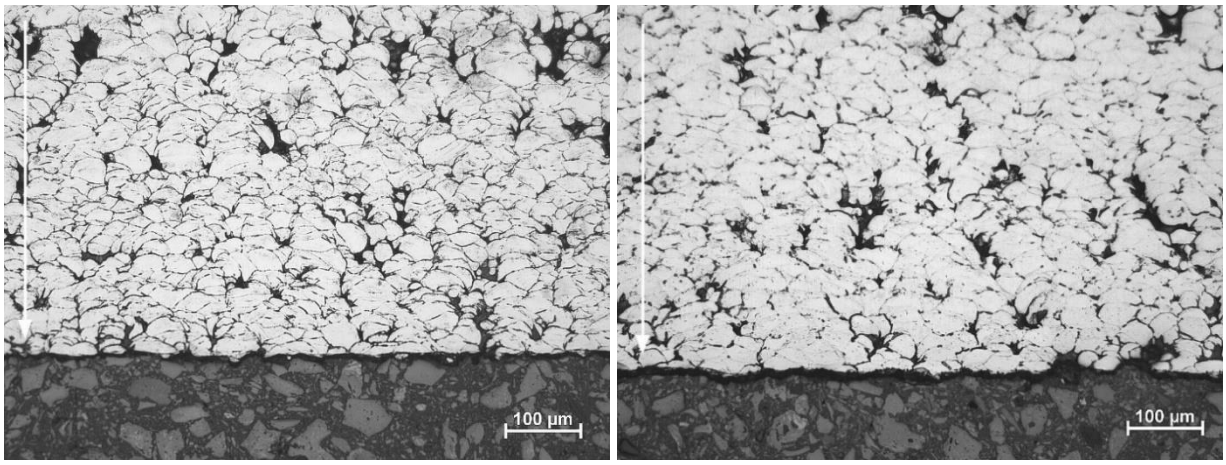




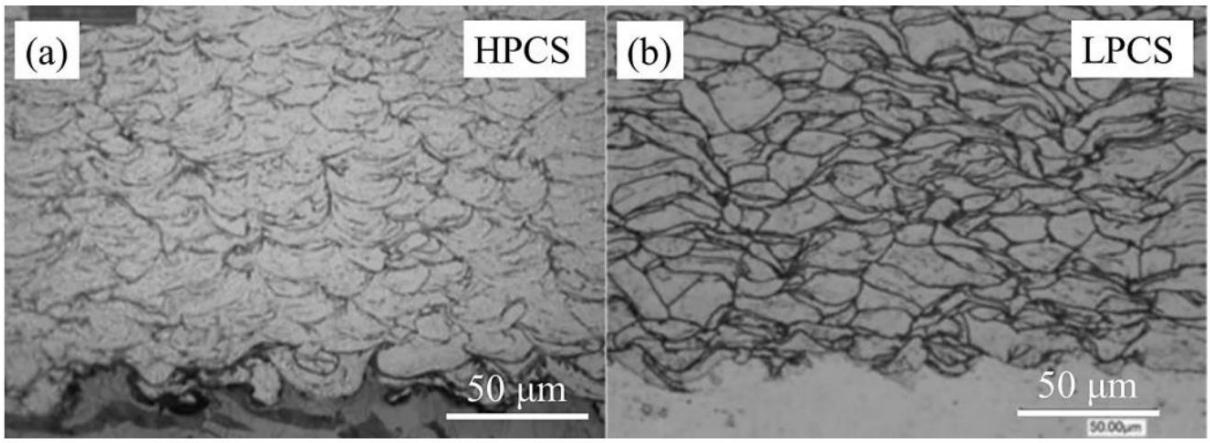
Obr. 67: Snímky rozhraní ze světelné mikroskopie
Pozn.: Nástřik vzorků, které byly podrobeny procesu HIP07 a HIP08, byl z důvodu delaminace po provedení CS nástřiku oddělen

Jak je vidět na snímcích z Obr. 67, materiál nástřiku obsahuje značné množství pórů ve všech stavech, tedy při všech kombinacích teploty, tlaku a doby výdrže procesu HIP. Porozita nástřiků je rozebrána podrobněji v kapitole 9.

Díky zviditelnění hranic jednotlivých částic po naleptání lze pozorovat téměř kompletní kontury zdeformovaných částic, tzv. splaty. Přestože podléhají plastické deformaci v celém svém objemu, míra deformace po dopadu není tak vysoká, jako u materiálů s menší tvrdostí a pevností jako je například hliník nebo měď. Zatímco jednotlivé částice mědi na Obr. 69 (Ref. [19]) po depozici ztrácí podobnost se svým původním kulovitým tvarem, částice slitiny Ti64 nástřiku vytvořeného v této práci podléhají deformaci méně. Zploštění vlivem depozice není tak velké, s čímž souvisí vznik mnoha míst nevyplněných hmotou a vysoká porozita nástřiku. Obr. 69 vpravo představuje strukturu nástřiku čisté mědi při použití nízkotlakého systému cold spray (viz. kapitola 1.3.2), který vede k menšímu urychlení částic. V tomto případě částice dopadají s nižší dostupnou energií, která může být využita na deformaci, přesto ale bylo dosaženo viditelnějšího zploštění částic než při použití vysokotlakého systému cold spray pro tvorbu nástřiku ze slitiny Ti64 v této práci. Zmíněný rozdíl ve struktuře svědčí o signifikantním vlivu tvrdosti použitého materiálu na výslednou strukturu nástřiku.



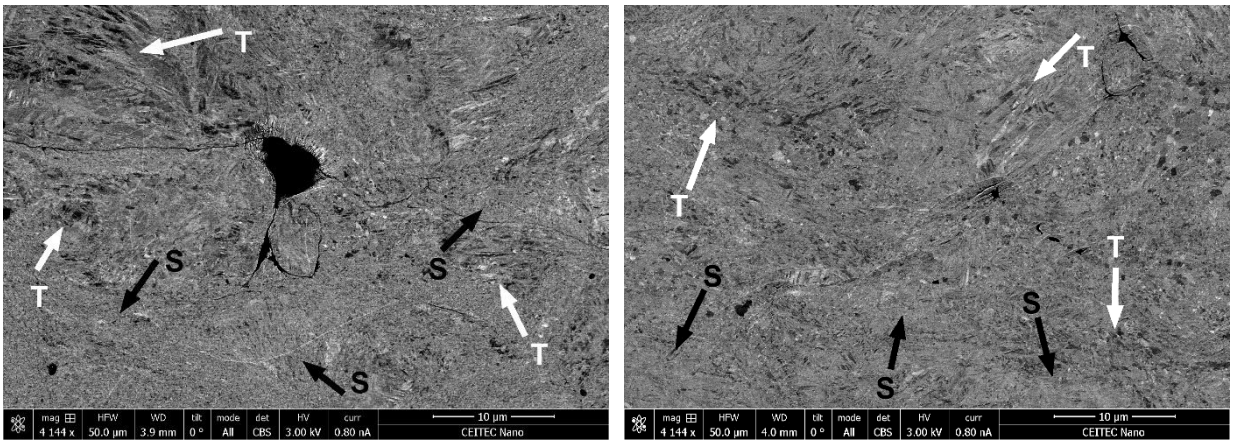
Obr. 68:Cold spray nástřik slitiny Ti64, leptáno (Krol I), vlevo: vzorek bez HIP, vpravo: vzorek po HIP08 (550 °C/120 MPa/2 h), směr šipky (vlevo na každém snímku) určuje směr depozice

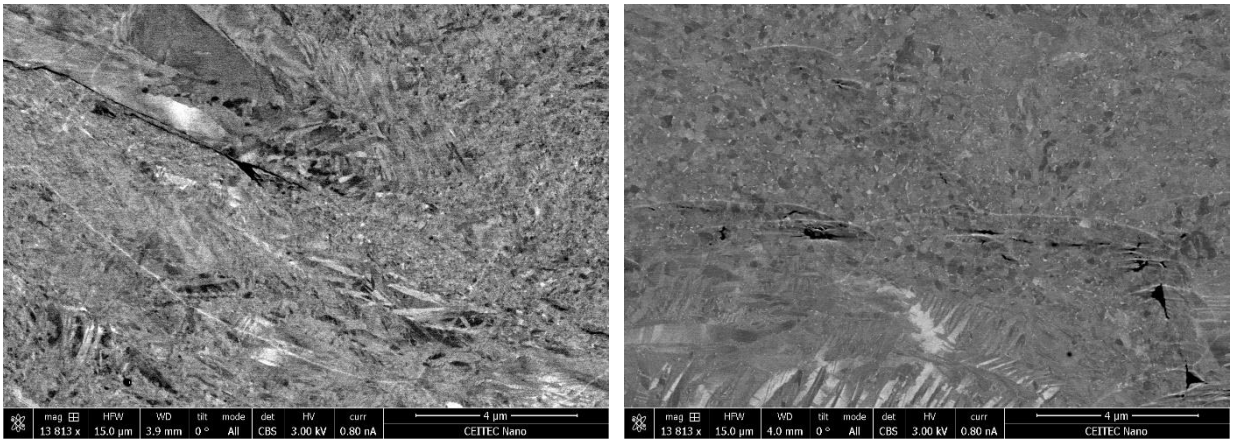


Obr. 69: Cold spray nástřik čisté mědi, leptáno $FeCl_3$-HCl-H_2O [19]

Na snímku na Obr. 68 vlevo lze pozorovat jednotně zvýrazněné hranice částic, oproti tomu snímek vpravo ukazuje rozdíly v intenzitě naleptání. Některé oblasti byly naleptány intenzivně, jiné hranice se při stejné expozici leptadlu zvýrazňují slabě. Hranice částic se po izostatickém lisování za tepla stávají méně viditelnými. Za zvýšených teplot při procesu HIP je umožněna difuze atomů, díky čemuž dochází k snižování energetického příspěvku rozhraní k celkové energii systému. Tímto mechanismem může teoreticky dojít až k úplnému odstranění hranic zrn (částic), čehož se využívá mimo jiné v práškové metalurgii.

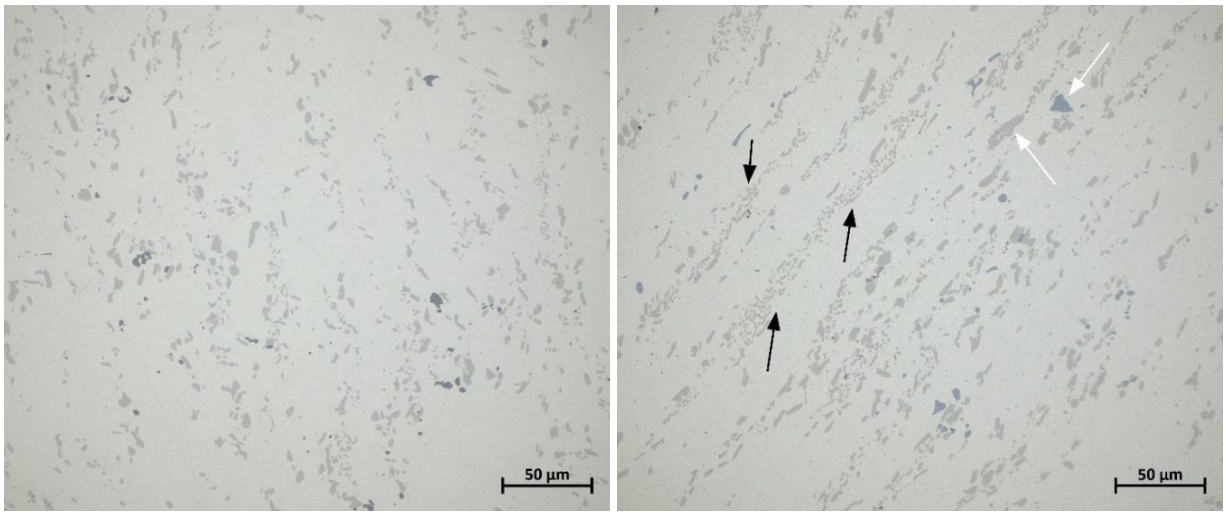
Na SEM snímku ze zpětně odražených elektronů (BSE z *angl. backscattered electrons*) v příčném řezu nástřiku jsou pozorovány oba zmiňované regiony v kapitole 2.4: texturovaná oblast s pásy dvojčat (T) a oblast hladká s rovnoosými zrny (S) jako produkty dynamické rekrystalizace při depozici částic. Tyto oblasti jsou pozorovány v původním stavu nástřiku (tzn. bez HIP) i v nástřiku po HIP08)





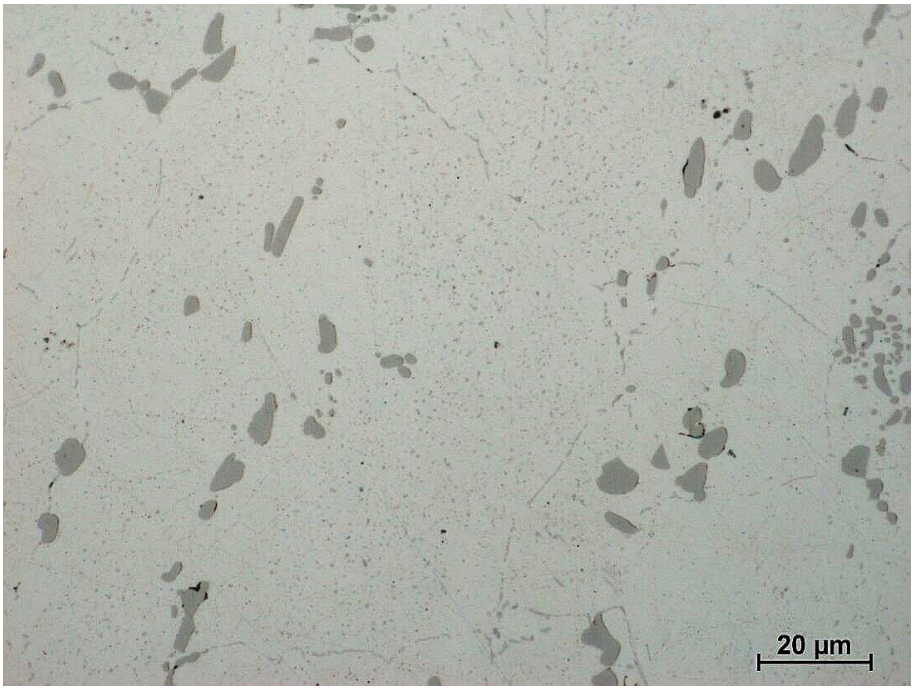
Obr. 70: Mikrostruktura CS nástřiku Ti64, BSE, vlevo: bez HIP, vpravo: HIP08, nahoře: menší zvětšení, dole: větší zvětšení

Na strukturu substrátu měl proces HIP mnohem znatelnější vliv. Ve stavu T6 (Obr. 51) jsou precipitáty velice jemné a zrna matrice většinou nejsou rozeznatelná. Přibližný tvar některých zrn lze odhalit podle rozmístění precipitátů, které hranici lemují, není to ale pravidlem a takové oblasti jsou ve struktuře spíše ojedinělé. Po procesu HIP dochází ke změně v distribuci velikosti precipitátů: je možné pozorovat růst existujících precipitátů (označeno bílou šipkou na Obr. 71) a vznik nových kolonií podél původního zrna (označeno černou šipkou na Obr. 71). Tímto „olemováním“ hranic se stává usměrněná struktura, vycházející ze zpracování dodaného materiálu, opticky výraznější. S rostoucími parametry HIP se hranice zrn stávají rozpoznatelnějšími. V mikrostruktuře jsou dokonce pozorována místa, kde podél hranic zrn vzniká síťoví, jak je vidět na Obr. 72.



Obr. 71: Mikrostruktura substrátu ve stavu T6 (vlevo) a HIP01 (vpravo), zvětšeno 500x

Dalším atributem, který je pozorovaný jen ve stavu po HIP, je výskyt velmi jemných precipitátů napříč celou matricí. Uvedené změny mají za následek nejen nevýhodné rozložení precipitátů v matrici, ale také pokles obsahu rozpuštěných prvků v tuhém roztoku, čímž dochází ke zhoršení některých mechanických vlastností.

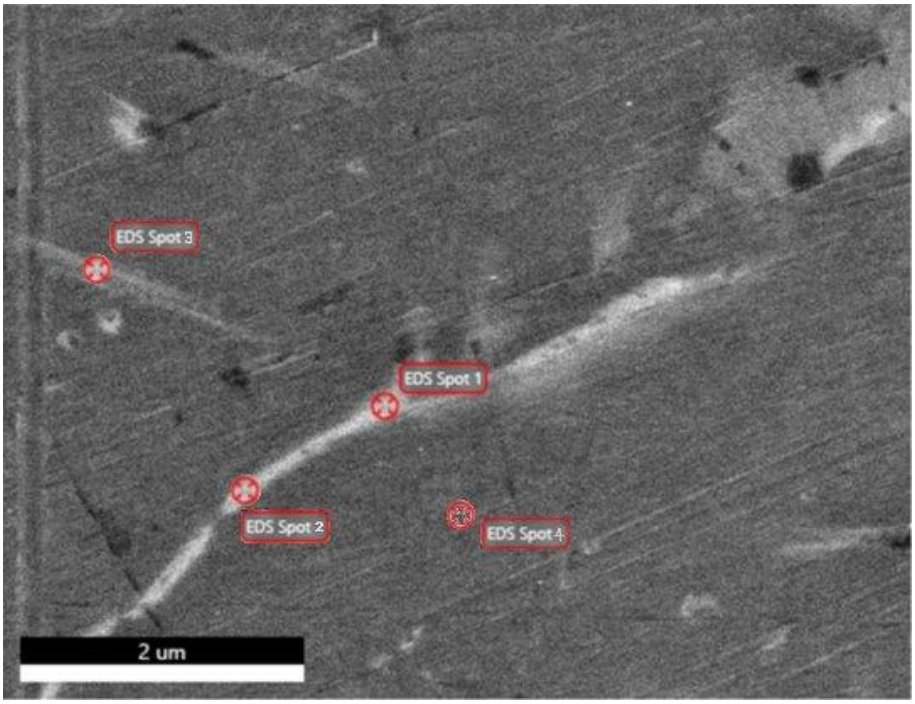


Obr. 72: Náznak síťoví v mikrostruktuře substrátu po HIP08, příčný řez

Pomocí EDS analýzy bylo zjišťováno chemické složení fáze objevující se v podobě síťoví na hranicích zrn a velmi jemných orientovaných precipitátů, viz Obr. 74. Rozlišovací schopnost zařízení, na kterém bylo měření prováděno (Verios 460L) je 1 µm, šířka zkoumaných linií byla ale menší. Výsledky měření (které udává Tabulka 12) jsou tak silně ovlivněny okolní matricí.

Tabulka 12: Obsah prvků v měřících bodech podle EDS analýzy v atm. %

	Hranice zrna		Orientovaný precipitát	Matrice
Prvek	Spot 1	Spot 2	Spot 3	Spot 4
Cu	7,81	6,71	3,28	2,75
Mg	10,21	8,97	5,74	4,31
Al	81,98	84,32	90,98	92,94



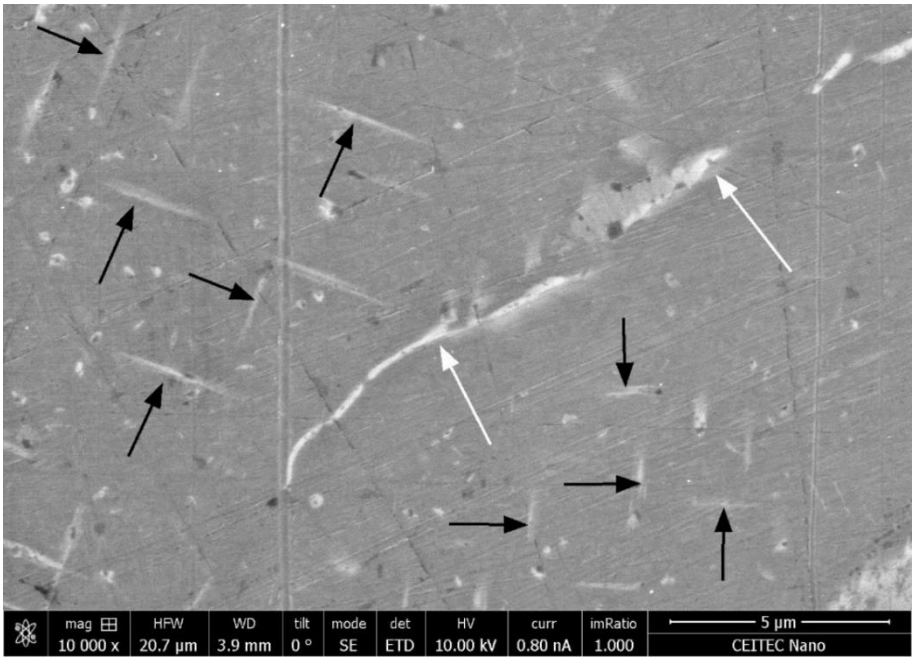
Obr. 73: Vybrané body pro EDS analýzu fází objevujících se v matrici substrátu po HIP08

Pomocí sekundárních elektronů (SE) elektronové mikroskopie bylo možno v matrici rozeznat velmi malé precipitáty, jejichž orientace není náhodná, na Obr. 74 jsou označeny černými šipkami. Chemické složení velmi jemného precipitátu odpovídá chemickému složení fáze objevující se na hranicích zrn. EDS analýza i data z odborné literatury nasvědčují tomu, že se jedná o již zmiňovanou fázi o stechiometrickém zápisu Al_2CuMg vyskytující se ve dvou možných modifikacích: termodynamicky stabilní koherentní S-fáze a metastabilní semi-koherentní S‘-fáze. Obě fáze mají ortorombickou mřížku, liší se velikostí mřížkových parametrů, jak uvádí Tabulka 13.

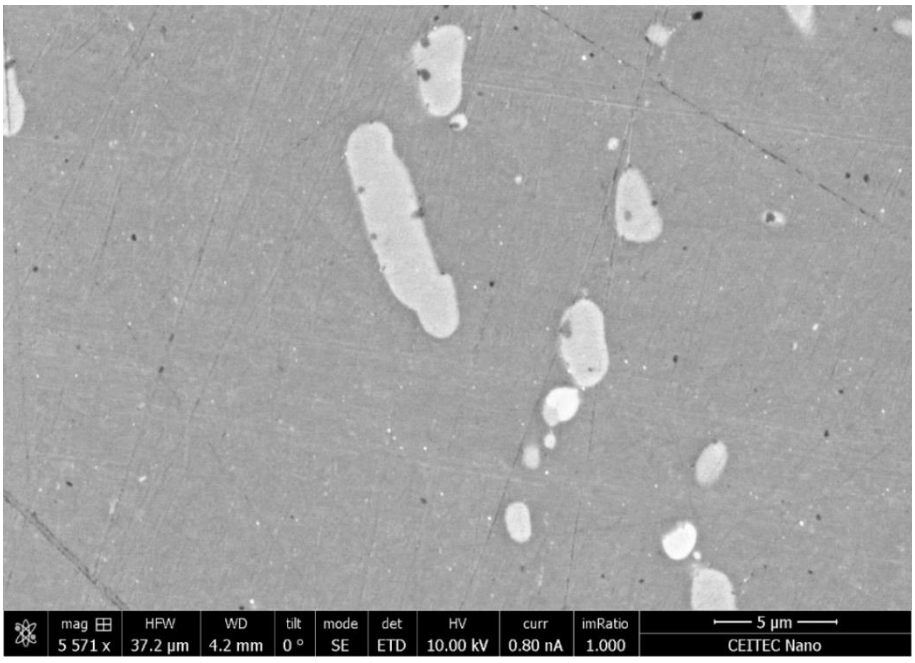
Tabulka 13: Mřížkové parametry jednotlivých modifikací fáze Al_2CuMg[54]

Fáze	Mřížkové parametry [nm]
S‘-Al_2CuMg	a = 0,404
	b = 0,924
	c = 0,720
S-Al_2CuMg	a = 0,401
	b = 0,925
	c = 0,715

Termodynamicky stabilní S-fáze se za pokojové teploty vyskytuje ve dvou morfologiích: jako jemné deskovité precipitáy nebo hrubé precipitáty lemující hranice zrn. V materiálu použitém jako substrát pro nástřiky CS v této práci byly po HIP pozorovány obě tyto varianty. Deskovité precipitáty (označeny černými šipkami na Obr. 74) se orientují podél os α-matrice s indexy [001]. Snímek na Obr. 74 představuje mikrostrukturu substrátu bez provedení HIP, tedy ve stavu T6. V tomto stavu se v materiálu deskové útvary S-fáze nevyskytují, jejich přítomnost v materiálu je tedy důsledkem procesu HIP.



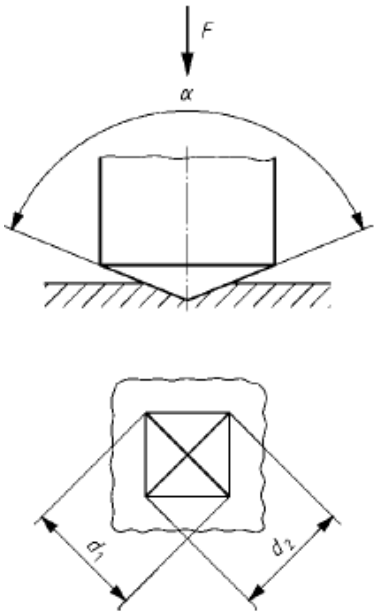
Obr. 74: Mikrostruktura substrátu po HIP08 (550 °C/120 MPa/2 h)



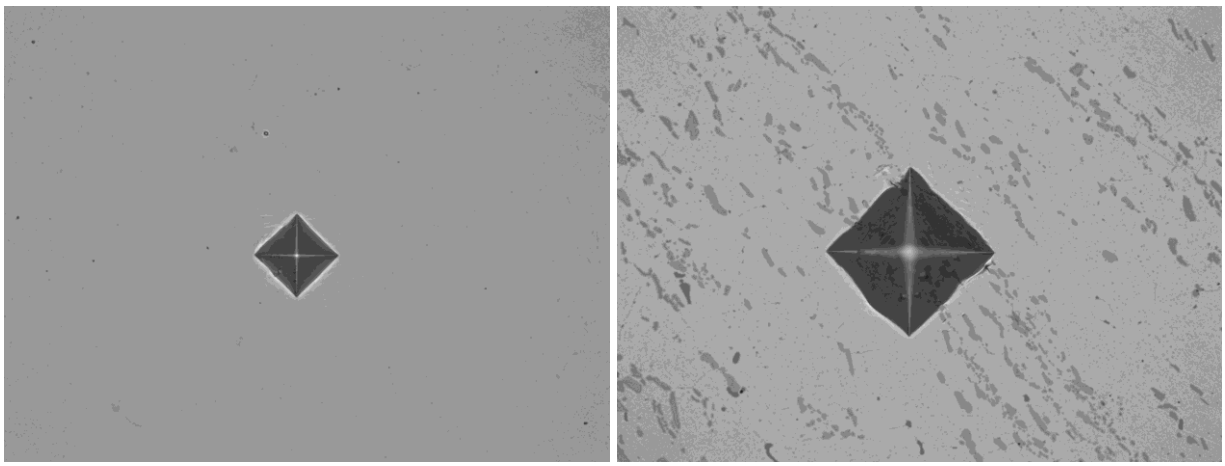
Obr. 75: Mikrostruktura substrátu ve stavu T6

8 Mikrotvrdost

Pro měření mikrotvrdosti byl využit tvrdoměr Q10A značky Qness. Mikrotvrdost nástřiku i substrátu byla měřená metodou podle Vickerse, což je metoda využívající indentor ve tvaru čtyřbokého jehlanu, jehož protilehlé strany svírají úhel 136°. Schéma principu měření je uvedeno na Obr. 76 Vtlačením indentoru do materiálu dojde na povrchu vzorku ke vzniku vtisku (indentu), z jehož rozměru, který je dán velikostí úhlopříček (d_1, d_2), je vypočtena konečná hodnota tvrdosti. Nominální hodnota zkušebního zatížení při měření mikrotvrdosti substrátu i nástřiku byla 2,942 N, v praxi se v tomto případě mluví o „zatížení 0,3 kg“. Jedná se tedy o metodu HV0,3. Měření bylo prováděno na leštěných neleptaných vzorcích. V každé oblasti (v nástřiku i v substrátu) bylo měřeno pět řad po deseti bodech. Místa měření nástřiku byla korigována s ohledem na výskyt pórů. Indenty byly vyhodnocovány pomocí softwaru propojeného s tvrdoměrem. Obr. 77 reprezentuje vtisky po indentaci nástřiku (vlevo) a substrátu (vpravo).



Obr. 76 : Schéma principu měření tvrdosti podle Vickerse [57]



Obr. 77: Indenty v nástřiku (vlevo) a v substrátu (vpravo)

V každé oblasti vzorku (nástřik/substrát) bylo provedeno pět řad měření po deseti indentech. Naměřené hodnoty mikrotvrdosti byly vztaženy k poloze indentů. Uspořádání, jaké má Tabulka 14, odpovídá mapě mikrotvrdosti nástřiku i substrátu. Barevné škály jsou izolovány pro jednotlivé oblasti, tzn. barevná škála nástřiku neodpovídá barevné škále substrátu. Tímto zobrazením je možno vizualizovat případný trend v průběhu mikrotvrdosti v závislosti na vzdálenosti od rozhraní (černá linie v tabulce). Tabulka 14 a Tabulka 15 je demonstrativní, jedná se o hodnoty tvrdosti vzorku ve stavu před HIP a ve stavu HIP01, kterému odpovídá teplota procesu 500 °C, tlak 100 MPa a doba výdrže 2 hodiny. Stejným způsobem byla data zpracována pro všechny dílčí stavy.

Tabulka 14: Mapa průběhu tvrdosti nástřiku i substrátu T-řezu vzorku ve stavu před HIP, černá linie reprezentuje rozhraní mezi substrátem a nástřikem

Nástřik (Ti64)	420	427	388	377	413	342	394	420	353	447
	334	425	420	425	427	430	403	420	308	369
	337	361	410	442	427	332	342	408	392	427
	427	403	415	377	442	381	396	435	437	383
	367	437	381	373	404	377	422	390	423	408
Substrát (Al 2618)	101	98	107	104	103	103	106	99	101	97
	102	100	99	98	103	105	99	100	100	104
	99	96	101	101	101	105	103	102	101	102
	96	101	100	107	101	102	102	102	102	105
	105	97	98	103	99	99	102	99	99	98

Tabulka 15: Mapa průběhu tvrdosti nástřiku i substrátu T-řezu vzorku ve stavu před HIP01 (500 °C/100 MPa/2 h), černá linie reprezentuje rozhraní mezi substrátem a nástřikem

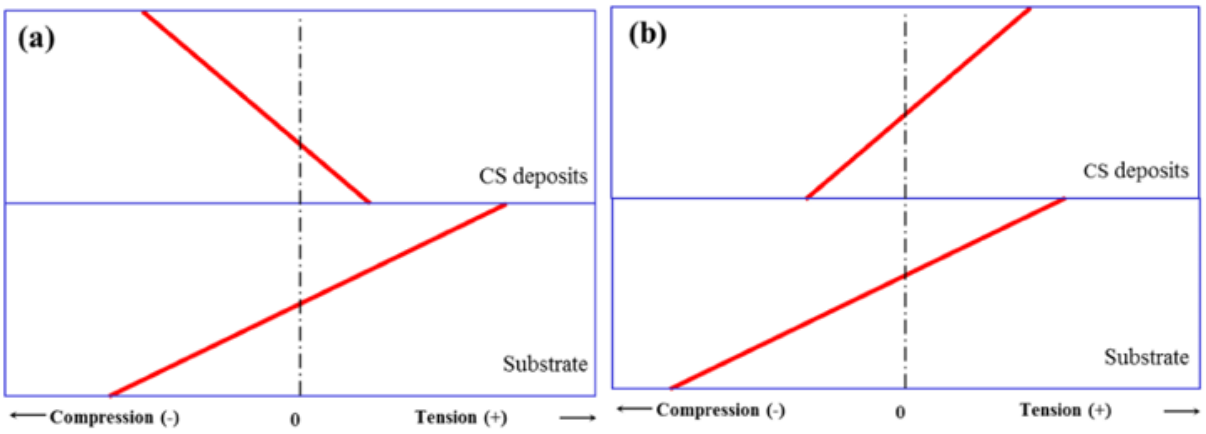
Nástřik (Ti64)	289	365	435	320	330	449	411	390	367	447
	447	454	415	447	403	437	445	427	381	418
	408	415	383	354	379	445	435	432	344	437
	348	427	325	450	401	388	440	437	430	403
	413	265	425	381	262	316	435	399	417	410
Substrát (Al 2618)	96,8	106	102	102	99,2	101	99,8	103	98,4	99,5
	96,6	98,7	102	107	101	106	98,4	103	104	103
	98,4	105	100	103	104	110	102	101	103	107
	103	105	103	99,8	108	99,2	114	103	98,1	101
	103	109	99,2	105	104	109	104	99,8	106	101

Z vizualizace průběhu mikrotvrdosti pomocí mapy tvrdosti vzorku T6 nevyplývá žádná závislost hodnot na poloze. Srovnání napříč všemi stavy (od stavu vzorku bez procesu HIP až po proces HIP s nejvyššími parametry) uvádí Tabulka 16. Jednotlivé sloupce odpovídají příslušným stavům, řádky pak reprezentují průměry řad jednotlivých měření na vzorku. Vrchní polovina opět odpovídá nástřiku, spodní polovina reprezentuje hodnoty tvrdosti substrátů. Černá linie mezi nimi představuje rozhraní, poloha jednotlivých buněk vzhledem k rozhraní odpovídá poloze jednotlivých měření fyzicky provedených na vzorcích.

Tabulka 16: Porovnání tvrdostí napříč všemi vzorky, černá linie reprezentuje rozhraní mezi substrátem a nástřikem

NO_HIP	HIP01	HIP02	HIP03	HIP04	HIP05	HIP06	HIP07	HIP08
-	500/100/2	500/120/2	500/100/3	500/120/3	550/100/2	550/120/2	550/100/3	550/120/3
398,1	380,3	408,2	426,5	438,1	417,6	406,2	416,5	400,7
396,1	427,4	399,7	387,6	428,7	392,8	413,9	416,6	399,8
387,8	403,2	424,9	418,9	432,9	419,4	378,3	416,2	417,2
409,6	404,9	419,3	412,7	410,3	419,1	406,9	419	420,1
398,2	372,3	408,1	420,6	404,6	403,4	406,4	400	399,8
101,88	100,77	104,9	101,09	101,47	100,57	98,36	99,83	102,95
101,17	101,97	107,1	102,14	104,2	103,1	100,42	99,95	104,07
101,15	103,34	108,2	103,93	105,5	106,7	101,98	99,98	102,64
101,77	103,41	109,2	104,1	104,9	106,97	102,42	101,92	100,99
99,99	104	109,4	104,3	104,08	103,1	100,59	101,95	100,57

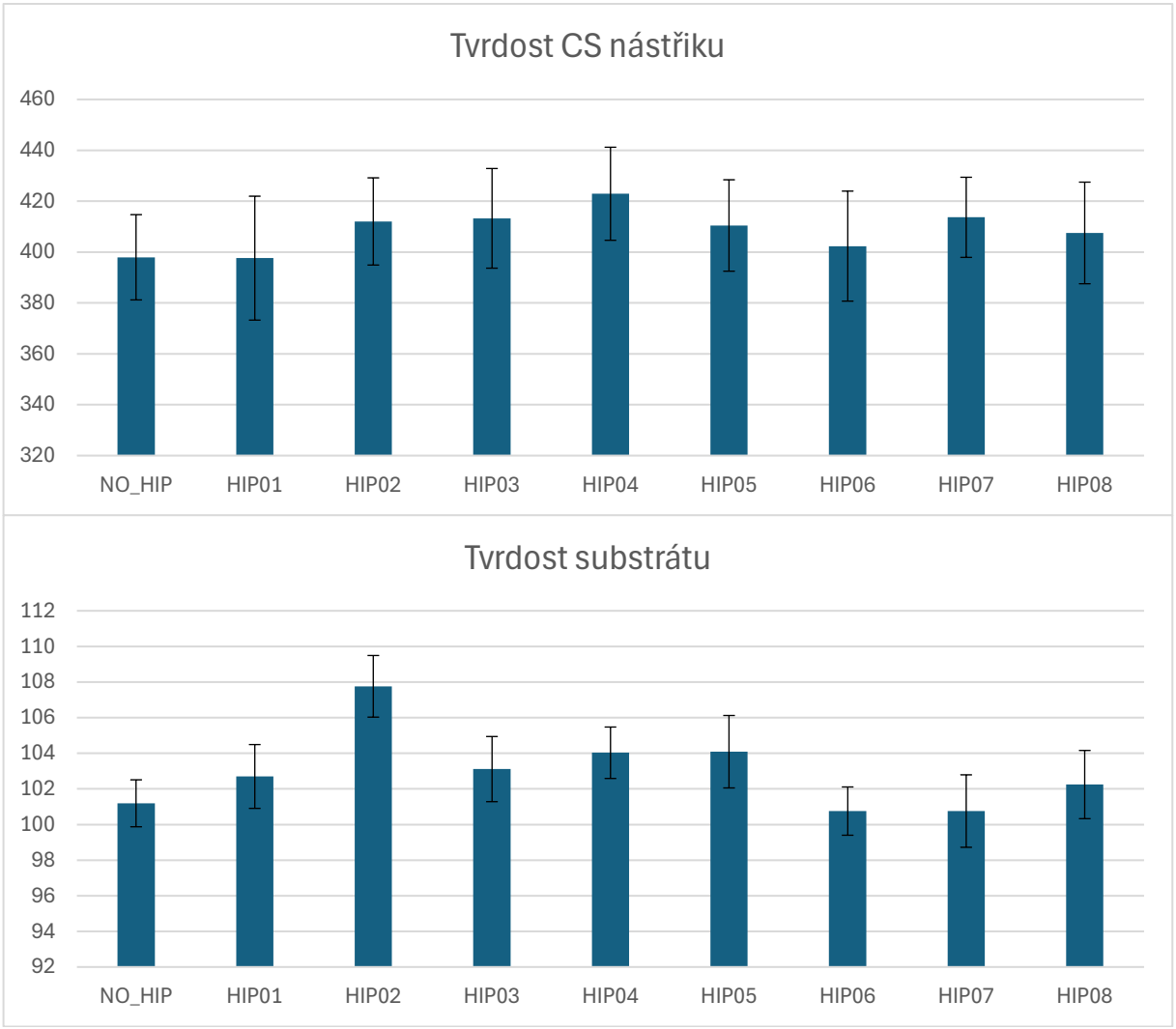
Z grafického zobrazení hodnot mikrotvrdosti cold spray nástřiku slitiny Ti64 vyplývá, že napříč všemi stavy neexistuje žádný trend průběhu tvrdosti v závislosti na vzdálenosti od rozhraní. Tato mapa neodhaluje ani žádnou souvislost mezi mikrotvrdostí a parametrech HIP. Přestože jsou rozdíly hodnot tvrdosti substrátu velmi malé, tato „redukovaná mapa“ odhaluje potenciální trend tvrdosti substrátu v závislosti na vzdálenosti od rozhraní. Hodnoty tvrdosti s nejmenší vzdáleností od rozhraní jsou nižší než hodnoty v místech vzdálenějších. Tato skutečnost může být vysvětlena působením residuálních napětí, která vznikají při cold spray procesu. Existují dva hlavní mechanismy vzniku reziduálních napětí: a) peening mechanismus a b) mechanismus tepelného nesouladu. Při dominanci prvního mechanismu dochází ke vzniku vnitřního tlakového napětí v nástřiku vlivem plastické deformace a pěchování částic při depozici. Toto tlakové napětí působí na substrát a vytváří v něm tak napětí tahová. Druhý mechanismus je založen na vzniku vnitřních napětí vlivem rozdílné tepelné roztažnosti materiálů. Míra uplatnění tohoto mechanismu silně závisí na podmínkách a parametrech procesu depozice. Oba zmíněné mechanismy mají za následek vznik tahového napětí substrátu v oblasti pod rozhraním, jak schematicky zobrazuje Obr. 78. Jedná se o průběh napětí nástřikem a substrátem v příčném řezu. [58]



Obr. 78: Průběh vnitřního napětí, které vzniká vlivem depozice procesem cold spray, pro různé mechanismy vzniku: a) peening mechanismus, b) mechanismus tepelné neshody
CS deposits – CS nástřik, Substrate – substrát, compression – tlaková napětí, tension – tahová napětí [58]

Je-li indentor při měření tvrdosti vtlačován do výše popsané oblasti vzorku, tahové napětí napomáhá „otevírat“ indent, čímž dochází ke zvětšení jeho rozměru. Při hodnocení tvrdosti pomocí takto zvětšeného indentu je tedy hodnota nižší. Tento princip vysvětluje nižší hodnoty tvrdosti substrátu v oblasti kolem rozhraní.

Následující grafy zobrazují změnu tvrdosti v závislosti na parametrech HIP. Jedná se o průměrné hodnoty z jednotlivých sad měření. Sadou měření je rozuměno pět řad po deseti indentech v jednotlivých oblastech vzorku.

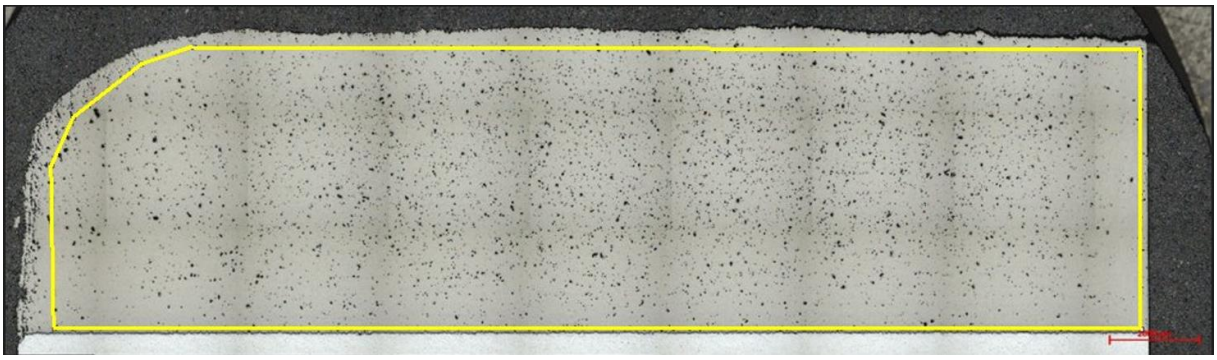


Obr. 79: Tvrdost materiálu v závislosti na HIP parametrech

Při prvním srovnání tvrdostí pro různé stavy materiálu lze pozorovat, že hodnoty nevykazují ve směru zvyšování parametrů HIP žádný významný trend. Proces HIP s danými parametry neměl na tvrdost signifikantní vliv. Předpokládal se mírný pokles tvrdosti nástřiku vlivem zotavovacích procesů. Za zotavování je považováno snížení nebo úplné odstraněné účinků deformačního zpevnění v důsledku zvýšené mobility atomů za zvýšených teplot. Tímto je snížena energie vnitřního elastického napětí vlivem pohybu dislokací i bez aplikovaného vnějšího zatížení. Dalším stupněm snižování pevnosti je rekrystalizace, při které dochází k nukleaci a růstu nových zrn. V této práci byly pro HIP navrženy teploty 500 °C a 550°C. Pro proces rekrystalizace jsou ale takové teploty příliš nízké. Rekrystalizace v mikrostruktuře cold spray nástřiků slitiny Ti-6Al-4V je pozorovaná po tepelném zpracování od minimální teploty 600 °C. [59]

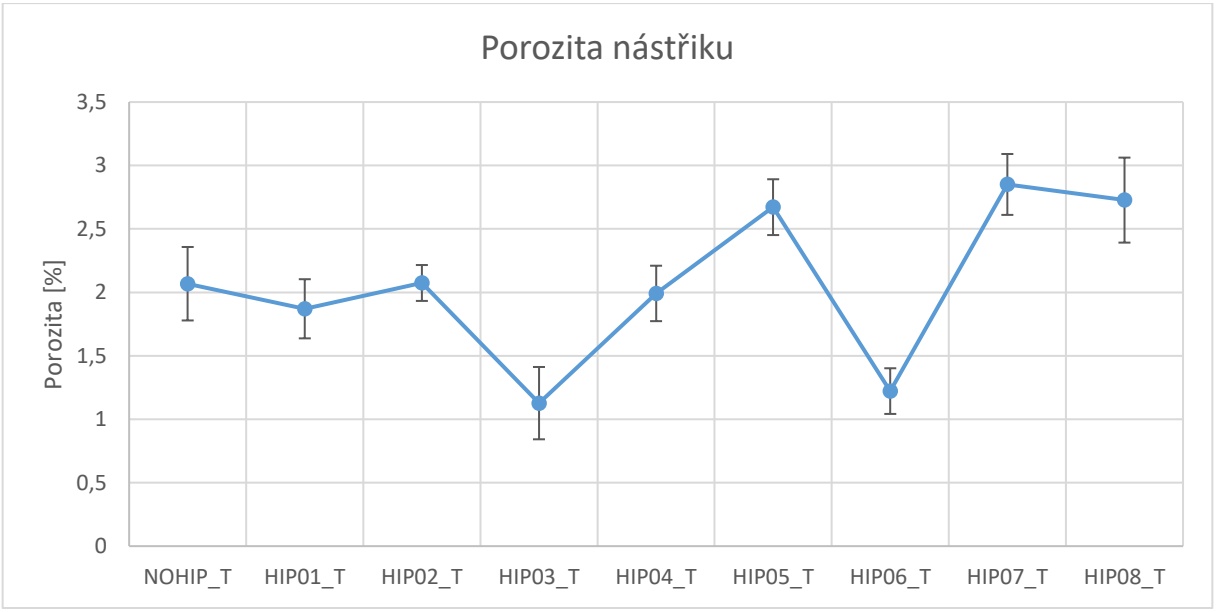
9 Porozita

Pro hodnocení porozity byly analyzovány plochy vzorků v řezu kolmém na rozhraní. Kompletní snímky ze světelné mikroskopie byly analyzovány pomocí softwaru ImageJ. Žlutá čára na Obr. 80 znázorňuje výběr oblasti pro analýzu. Průměrná velikost analyzované plochy byla 156,5 mm^2.



Obr. 80: Výběr oblasti pro analýzu porozity CS nástřiku (žlutá čára)

Cílem prvního zkoumání porozity bylo zanalyzovat nástřik v oblasti „bulku“, tedy v oblasti neovlivněné artefakty povrchu. Graf vývoje porozity nástřiku v závislosti na parametrech HIP je zobrazen na Obr. 81



Obr. 81: Porozita nástřiku v závislosti na HIP parametrech, pozn.: chybové úsečky představují rozpětí naměřených hodnot

Z grafu na Obr. 81 nevyplývá žádný trend v průběhu porozity v závislosti na parametrech HIP. Pro názornější srovnání byly hodnoty roztřízeny do skupin podle konstantních parametrů teplota/tlak. V rámci jednotlivých skupin byly porovnávány hodnoty porozity z hlediska výdrže na dané teplotě při daném tlaku s hodnotou porozity nástřiku, který nebyl podroben procesu HIP. Porovnání je vyneseno do následujících grafů.

Obr. 82: Porovnání porozity v rámci jednotlivých skupin rozdělených podle stejné teploty a tlaku při procesu HIP, sledován vliv výdrže

Izostatické lisování za tepla se zpravidla provádí pro zvýšení hustoty, tedy pro snížení porozity. První sloupec na grafech představuje hodnotu porozity nástřiku před provedením HIP procesu, druhý sloupec odpovídá vzorku po HIP s parametry příslušné skupiny na nižší výdrži, poslední sloupec pak představuje výdrž vyšší. V ideálním případě by byla porozita vzorku bez HIP v rámci skupiny nejvyšší, porozita vzorku s delší výdrží příslušné skupiny by pak byla nejnižší. Toto je splněno pouze u první skupiny, tedy u HIP při teplotě 500 °C a tlaku 100 MPa. Vzhledem k tomu, že takové výsledky u ostatních skupin pozorované nejsou, jedná se o náhodné uspořádání. Pokud by proces HIP měl pozorovatelný vliv na porozitu při nejnižších parametrech, vyšší parametry by měly vliv vyšší nebo stejný a pozitivní změna by byla pozorována hlavně u nich. Výsledky tedy vedou k závěru, že izostatické lisování za tepla s parametry, které byly navrženy, nemělo pozorovatelný vliv na porozitu cold spray nástřiku.

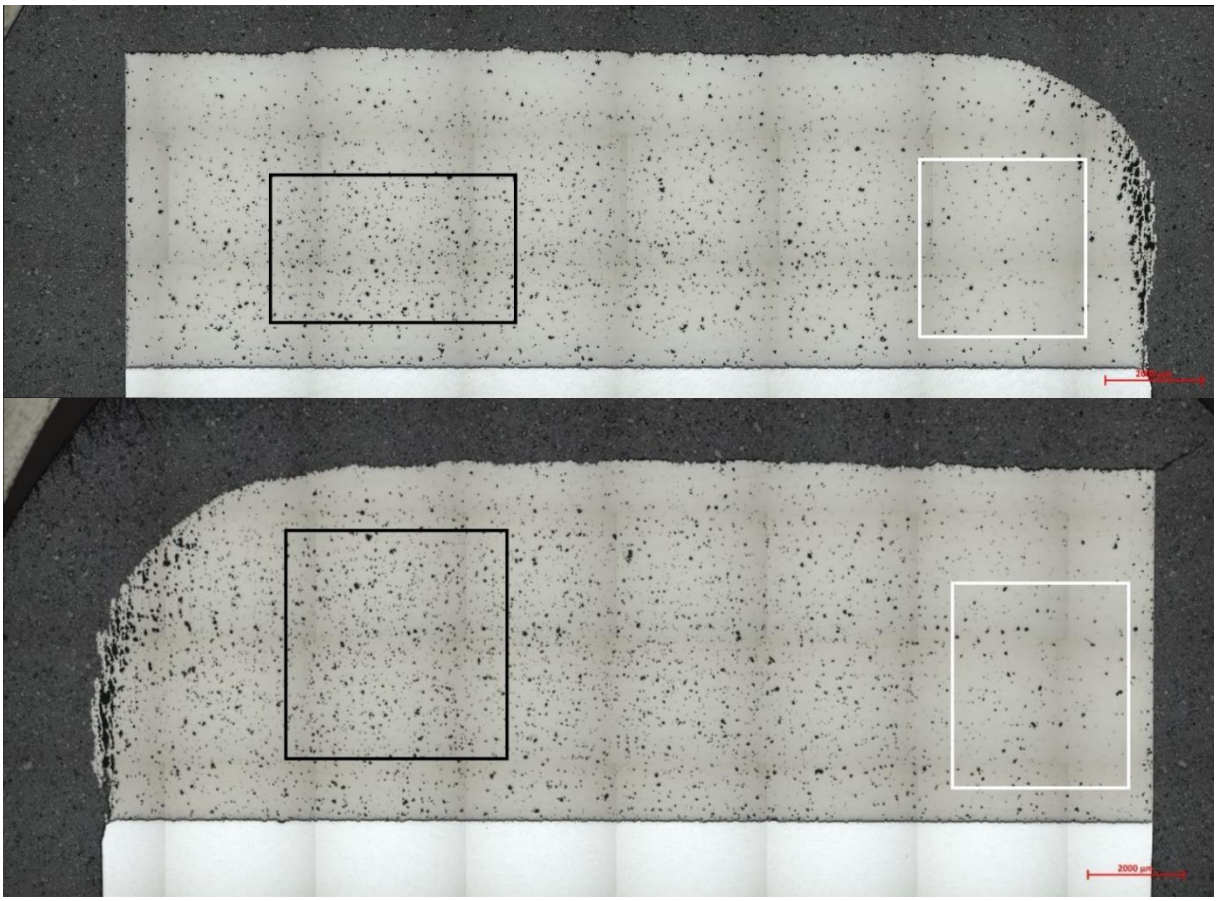
Přestože při procesu HIP dochází k přenášení tlaku rovnoměrně v celém tělese, bylo ověřeno, zda ke snížení porozity nedochází v povrchové vrstvě nástřiku, kde dochází k bezprostřednímu působení tlaku plynu na materiál. Porozita byla analyzována v bezprostřední

blízkosti od povrchu, tloušťka analyzované vrstvy byla 1 mm. Analyzované vzorky byly vybrány s ohledem na nejvyšší potenciál změny, tzn. byl porovnáván vzorek ve stavu po depozici (bez HIP) a vzorek po procesu HIP s kombinací nejvyšších parametrů, tedy nejvyšší teplota (550 °C), nejvyšší tlak (120 MPa) a nejdelší výdrž (3 h). Výsledné hodnoty udává Tabulka 17

Tabulka 17: Porozita vzorku HIP01 a HIP08 v povrchové vrstvě

Vzorek	Porozita [%]
Bez HIP	1,725
HIP08	1,996

Ani při porovnání povrchové vrstvy nebyl zaznamenán pozitivní vliv procesu HIP. Nekonzistence naměřených hodnot vychází z nerovnoměrného rozložení pórů napříč celým nástřikem. Na Obr. 83 jsou bíle vyznačeny oblasti s menším počtem pórů, černé linie pak označují oblasti s vyšším počtem pórů.



Obr. 83: Oblasti s vyšší porozitou (černě) a oblasti s nižší porozitou (zeleně) napříč CS nástřikem, nahoře: HIP01, dole: HIP04

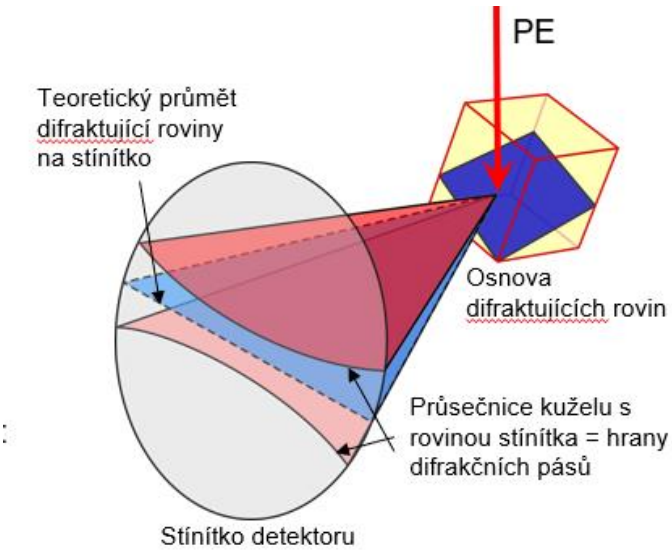
Oblasti s různou porozitou se vyskytují napříč nástřikem zcela náhodně: Na řezu vzorku HIP01 se nachází oblast s nižší porozitou na kraji vzorku, zatímco na stejném řezu vzorku HIP04 je ve stejných místech oblast s porozitou vyšší. Nekonzistentní distribuce pórů a náhodné oblasti s vyšší nebo nižší porozitou vysvětlují rozdíly v naměřených hodnotách na grafu na Obr. 81.

10 Míra deformačního zpevnění nástřiku

Vystavení deformovaného materiálu vysokým teplotám, ať už při žíhání nebo při procesu HIP, má z hlediska dislokační hustoty zotavovací účinky. Při zvýšených teplotách je zvýšena pohyblivost atomů, čímž se zvyšuje pohyblivost dislokací. Dislokace, spolu vlivem svých napěťových polí, interagují takovým způsobem, aby došlo ke snížení celkové energie systému. Při vhodných okolnostech, jako je typ dislokace a orientace skluzových systémů, dochází k anhilaci dislokací, čímž je lokálně snížena dislokační hustota. [60]

10.1 Příprava vzorků pro EBSD

Dislokace na materiál působí napěťovými poli. Tato napěťová pole lze porovnávat na základě lokální dislokační hustoty pomocí metody KAM (z *angl. Kernel average misorientation,* možno přeložit jako „průměrné vychýlení jádra“), která pracuje s EBSD daty (z *angl. electron backscatter difraction* možno přeložit jako „difrakce zpětně rozptýlených elektronů). EBSD data jsou získávána pomocí zpětně odražených elektronů v podobě tzv. Kikuchiho linií, což jsou průsečnice kuželů difraktujících rovin zobrazené na stínítku. Vznik tohoto signálu je schematicky popsán na Obr. 84.



Obr. 84: Schéma vzniku difrakčních pásů, PE – primární svazek elektronů [61]

Jeden z druhů interakce primárního svazku elektronů s pozorovaným vzorkem je vznik zpětně odražených elektronů, jejichž trajektorie pohybu leží na pomyslných zmíněných kuželech. Orientace a vrcholový úhel kuželu udává orientaci krystalografické roviny, na které jsou elektrony difraktovány.

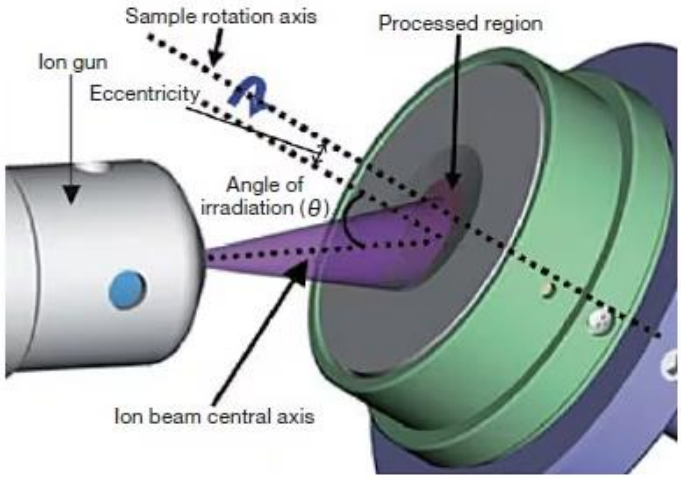
Metoda KAM vyhodnocuje hustotu dislokací z informací o lokálním odchýlení atomů z rovnovážných poloh. [62] Pro tuto analýzu byl vybrán vzorek cold spray nástřiku, který nebyl podroben procesu HIP a vzorek nástřiku po HIP s nejvyššími parametry (550 °C /120 MPa/ 2 h), protože se u něj předpokládají nejlépe pozorovatelné změny.

Mezi standartní přípravu metalografického vzorku patří mechanické broušení na brusných papírech o různé zrnitosti a mechanické leštění pomocí suspenzí s částicemi o velikosti jednotek (i desetin) mikrometrů. Takový způsob přípravy má za následek vznik silně deformované vrstvy na pozorovaném povrchu vzorku. Tento artefakt je nazývám Beilbyho vrstva. Plastická deformace ve vznikající Beilbyho vrstvě může mít za následek tak hustou síť dislokací, že dojde ke ztrátě uspořádání atomů a původně krystalický materiál se může ve velmi tenké vrstvě stát amorfním.

Aby bylo možné zobrazit dalekodosahové napěťové pole, je nutné Beilbyho vrstvu odstranit. V opačném případě dochází ke zkreslení nebo úplnému zastření výsledků. [51] Odstranění deformované vrstvy z povrchu vzorku může být provedeno dvěma způsoby:

- Elektrolytickým leštěním, kdy je vzorek ponořen do vhodného elektrolytu a zapojen do elektrického obvodu jako anoda; úběr je pak realizován rozpouštěním materiálu v podobě iontů do elektrolytu
- Iontovým odprášením, kdy je vzorek vystaven proudu iontů, které vyrážejí atomy povrchu vzorku ze svých pozic.

Pro účely této práce byl povrch pro pozorování připraven iontovým odprášením. Tento princip se mimo jiné využívá při analýze SIMS (*z angl. Secondary Ion Mass Spectrometry*), kdy jsou atomy z povrchu odprášeny (ionizovány) a následně identifikovány pomocí své vlastní kinetické energie. Argonové iontové leštění vzorku bez provedení HIP a vzorku po HIP s nejvyššími parametry (550 °C/120 MPa/2 h) bylo provedeno na přístroji Leica TIC3X. Vzorky byly leštěny v planárním režimu, jehož schéma popisuje Obr. 85.



Obr. 85: Schéma iontového leštění v planárním režimu, sample rotation axis – osa rotace vzorku, ion gun – iontová zbraň, processed region – leštěná oblast, eccentricity – excentricita, angle of irradiation – úhel ozařování/náklon, ion beam cental axis – středová osa iontového paprsku [63]

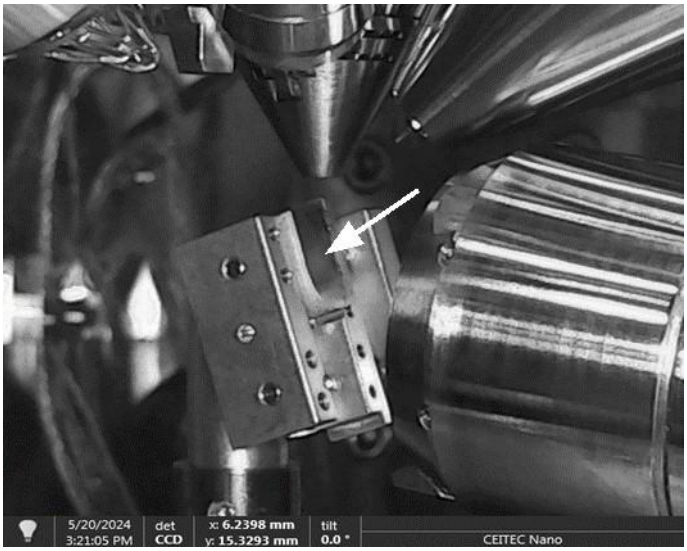
V tomto režimu je vzorek umístěn na rotačním stolku, poloha dopadajících iontů tedy není řízena pohybem paprsku ale rotací vzorku. Leštění vzorků bylo provedeno ve dvou krocích. Po prvním kroku byl povrch vzorků příliš členitý, což by komplikovalo EBSD analýzu. Při druhém kroku byl snížen náklon a urychlovací napětí, čímž došlo k částečnému vyhlazení povrchu. Všechny parametry uvádí Tabulka 18.

Tabulka 18: Parametry argonového iontového leštění

Parametr	**Krok 1**	**Krok 2**
Urychlovací napětí	6,0 kV	3,0kV
Proud iontů	2,2 mA	1,0 mA
Náklon	6 °	3 °
Rotace	360 °	360 °
Rychlost rotace	6 rpm	6 rpm
Čas	3:00 hod	3:00 hod

10.2 EBSD analýza a vyhodnocení

Takto připravené vzorky byly upnuté do mechanického držáku na zkosený úhlový adaptér 70° viz. Obr. 86, který byl vložen do skenovacího elektronového mikroskopu FEI Helios 660. Pozorovaný vzorek je označen šipkou.



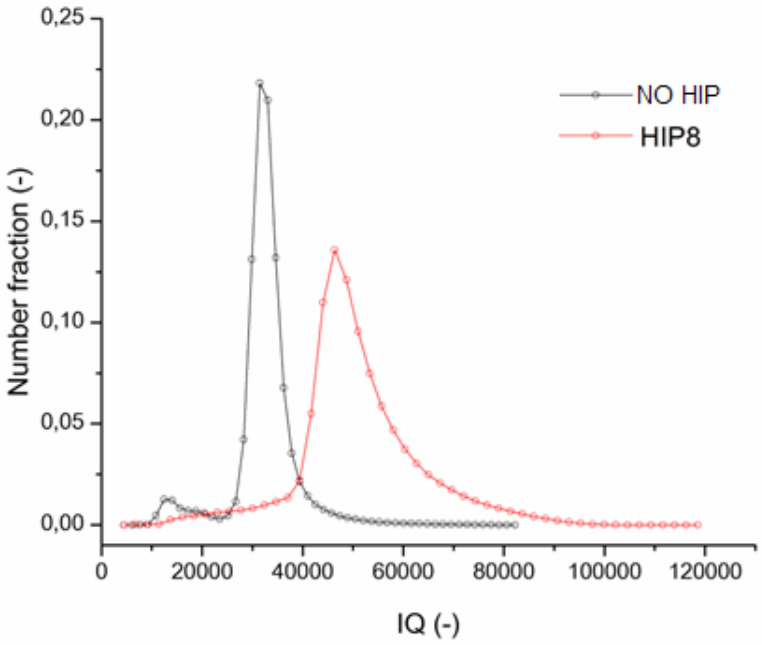
Obr. 86: Vzorek uvnitř komory skenovacího elektronového mikroskopu FEI Helios 660

Parametry analýzy byly pro jednotlivé vzorky (NO_HIP a HIP08) rozdílné, uvádí je Tabulka 19. Vyšší index spolehlivosti (CI, *z angl. confidence index*), který hodnotí přesnost a kvalitu identifikace krystalografické orientace, značí důvěryhodnější výsledky. Kvalita obrazu (IQ, *z angl. image quality*) se vztahuje ke kvalitě difrakčních obrazců získaných během analýzy. Jedná se o relativní míru kontrastu v nasnímaných difrakčních stopách. Surová data z analýzy byla zatížená velkou mírou šumu, což může dokazovat vysokou hustotu dislokací. Dislokace lokálně narušují krystalografickou orientaci, v jejich okolí jsou tak při analýze generovány nekonzistentní difrakční vzory.

Tabulka 19: Parametry EBSD analýzy

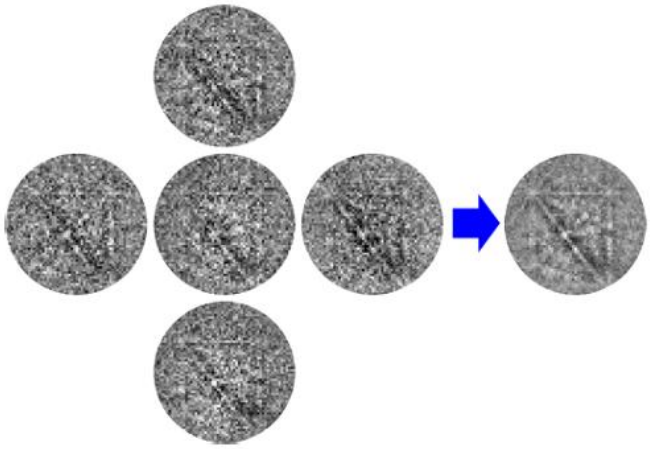
Parametr	NO_HIP	HIP08
Pracovní vzdálenost [mm]	9,5	13,5
Naklonění vzorku [°]	70	70
Rozměr oblasti – x [μm]	40	39,96
Rozměr oblasti – y [μm]	59,97	79,97
Krok [nm]	50	60
Průměrný index spolehlivosti (CI)	0,02	0,06
Průměrná kvalita obrazu (IQ)	32 446,72	51 153,78

Změna parametru IQ tedy může nepřímo indikovat lokální hustotu dislokací. Vyšší dislokační hustota má za následek horší kvalitu stop v daném místě. Obr. 87 porovnává distribuci IQ pro jednotlivé stavy nástřiku – nástřik bez provedení HIP a po HIP08. Zvýšení parametru IQ pro stav HIP08 lze interpretovat jako snížení hustoty dislokací, a tedy relaxaci v Ti-6Al-4V nástřiku vlivem procesu HIP.



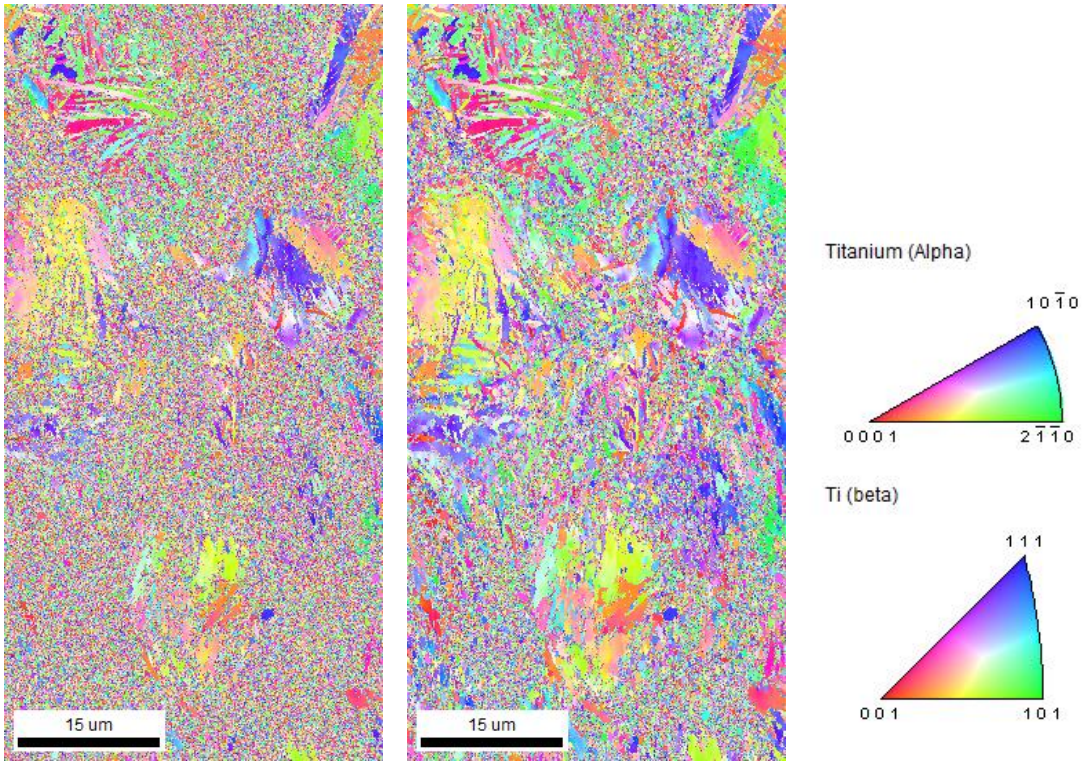
Obr. 87: Porovnání distribuce parametru IQ

Aby měla data vypovídající hodnotu a bylo možné s nimi pracovat, byla rekonstruována pomocí NPAR algoritmu. NPAR (z angl. *neighbor pattern averaging re-indexing*) přiřadí každému bodu difrakční obrazec zprůměrovaný ze čtyř nejbližších sousedních difrakčních obrazců, jak schematicky vysvětluje Obr. 88. [64]



Obr. 88: Schéma algoritmu NPAR [64]

Vliv této rekonstrukce dat na jejich výtěžnost lze pozorovat na srovnání IPF map (*z angl. inverse pole figure,* možno přeložit jako „obraz inverzních polí“) na Obr. 89. Mimo to lze pomocí IPF map mikrostruktury určovat díky barevnému kódování krystalografickou orientaci jednotlivých zrn. Z Obr. 89 nevyplývá žádná přednostní orientace, mikrostruktura nástřiku je orientována zcela náhodně. Z hlediska výpovědní hodnoty vykazují zrekonstruovaná data menší míru šumu, následující vyhodnocování se bude vztahovat k nim.

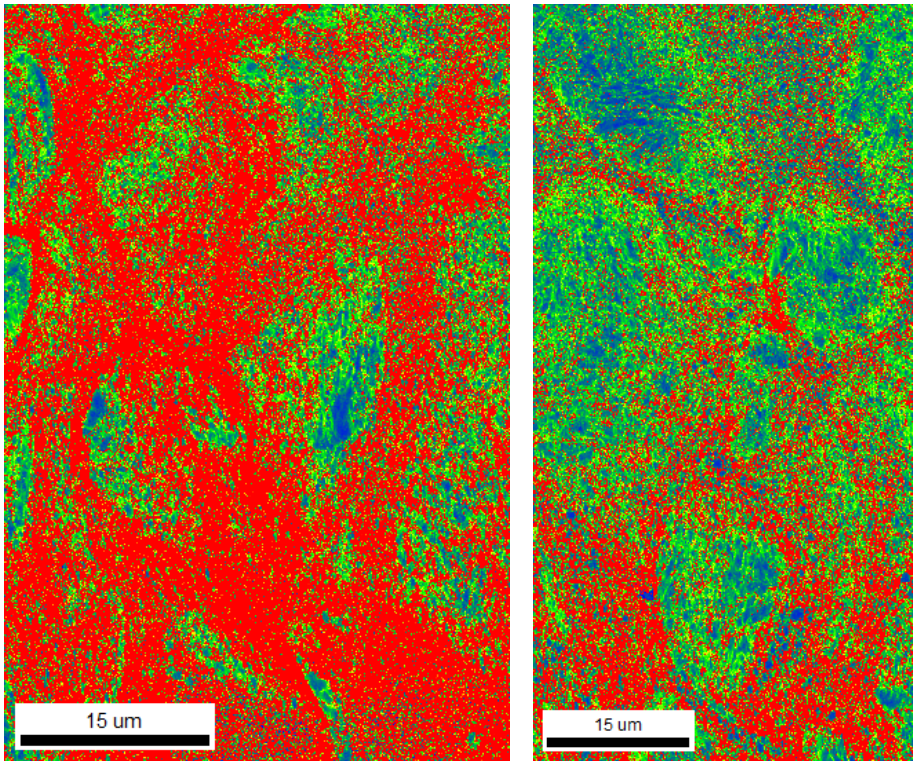


Obr. 89: IPF mapy ze surových dat (vlevo) a z dat zrekonstruovaných pomocí algoritmu NPAR (vpravo), Ti-6Al-4V nástřik bez procesu HIP

Dislokační hustota ρ spojená s dislokačním zpevněním přímo souvisí s úhlem dezorientace θ [°]. Podle následující rovnice je závislá na několika dalších parametrech:

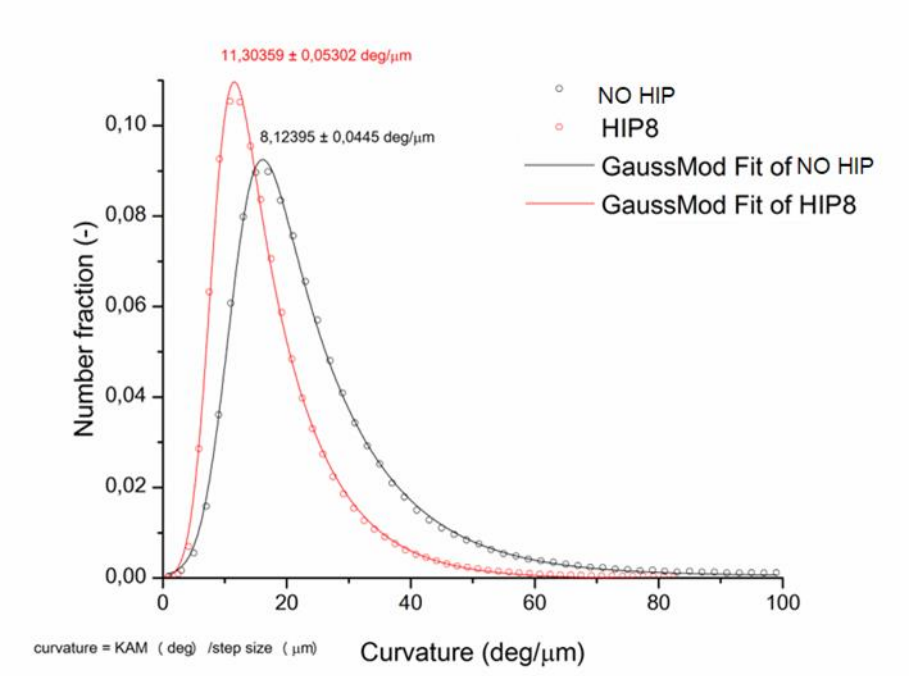
$$\rho = \frac{\alpha\theta}{Xb} \tag{3}$$

kde α je parametr závislý na typu hranice zrna, b je burgersův vektor mřížky a X je násobek vzdálenosti nejbližšího souseda a skenovacího kroku. Úhel vychýlení θ popisuje lokální vychýlení atomů z rovnovážných poloh. Graficky může být úhel dezorientace napříč zkoumané plochy vzorku zobrazován v podobě KAM map, které pro stav nástřiku bez HIP a po HIP08 porovnává Obr. 90. Modré oblasti odpovídají místům, kde nebylo odhaleno vychýlení atomů, tedy θ = 0, naopak červené oblasti jsou místa s nejvýznamnějším zakřivením krystalové mřížky, kde se v souladu s rovnicí (3) předpokládá nejvyšší dislokační hustota. [62]



Obr. 90: KAM mapa pro stav nástřiku bez HIP (vlevo) a HIP08 (vpravo)

Vzhledem k rozdílnému skenovacímu kroku (viz Tabulka 19) byl úhel vychýlení v úhlových stupních převeden na vychýlení vztažené na délku kroku mezi daty. Tímto převedením se datové soubory staly porovnatelnými a je tak možné porovnat míru zakřivení krystalové mřížky, jako je tomu na Obr. 91.

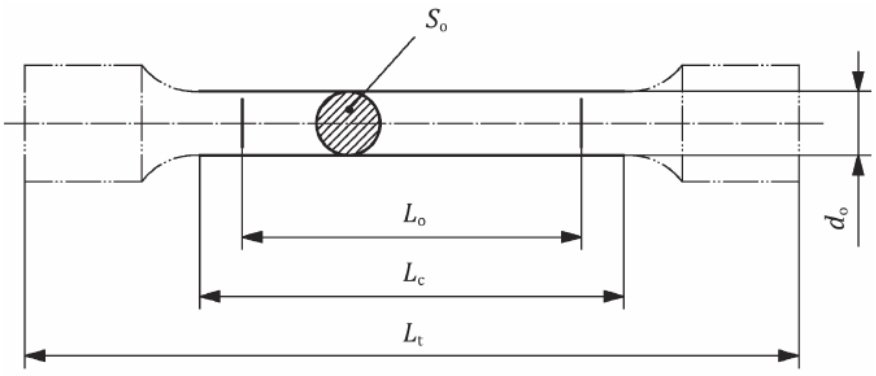


Obr. 91: Porovnání distribuce míry zakřivení krystalové mřížky prostřednictvím KAM

Změna průměrného vychýlení jasně indikuje změny v uspořádání atomů vlivem izostatického lisování za tepla. Posun módu zakřivení po HIP do nižších hodnot značí částečné „navrácení“ atomů do svých rovnovážných poloh z vychýlení způsobeném dislokací. Přítomnost velkého množství dislokací je důsledkem intenzivní plastické deformace, ke které docházelo při depozici částic. Procesem HIP při teplotě 550 °C, tlaku 120 MPa a výdrži 3 hodiny byla snížena hustota dislokací v nástřiku. Zda došlo ke snížení hustoty dislokací i při ostatních procesech HIP nebylo explicitně ověřeno, nicméně vzhledem k malým rozdílům v parametrech jednotlivých procesů HIP z hlediska teploty a tlaku se předpokládá, že podobné snížení hustoty dislokací bylo dosaženo i u nich.

11 Pevnostní vlastnosti substrátu

Aplikované teploty během procesu HIP jsou nezanedbatelně vyšší než teploty precipitačního stárnutí slitiny Al 2618, jsou srovnatelné s teplotami rozpouštěcího žíhání, proto se očekává změna mikrostruktury a s tím spojené změny mechanických vlastností substrátu. Pevnostní vlastnosti materiálu v jednotlivých stavech byly ověřeny tahovými zkouškami podle normy ČSN EN ISO 6892-1 na zkušebním stroji Zwik/Roell Z250. Tvar a hlavní rozměry zkušebního tělesa jsou vyobrazeny na Obr. 92.

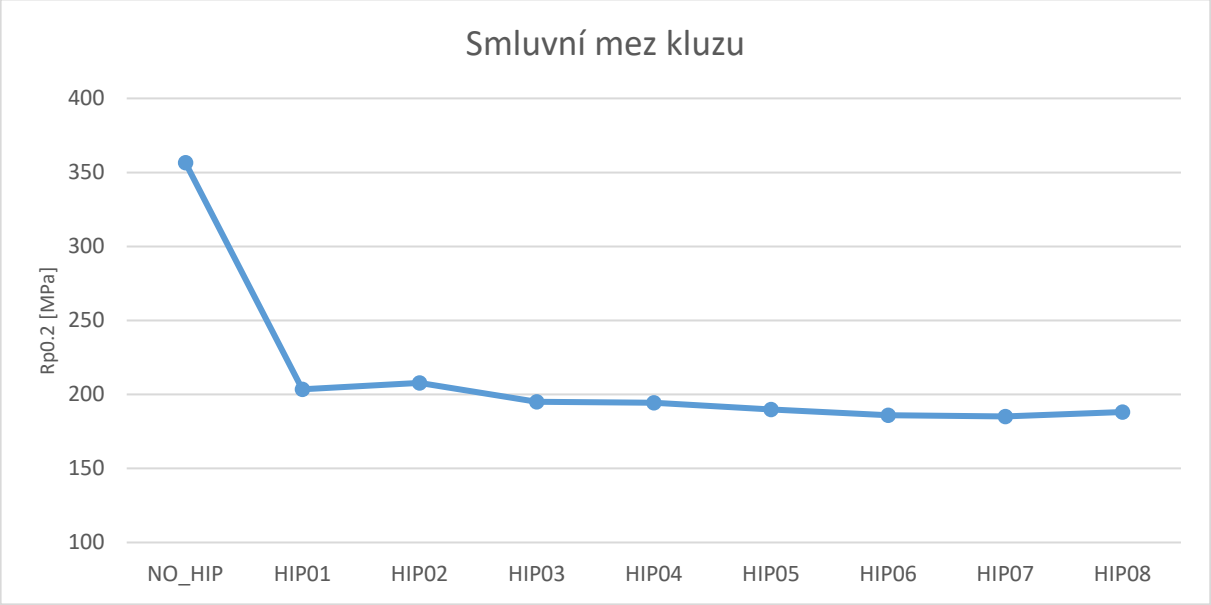


Obr. 92: Tvar tahového tělesa pro zkoušku tahem [65]

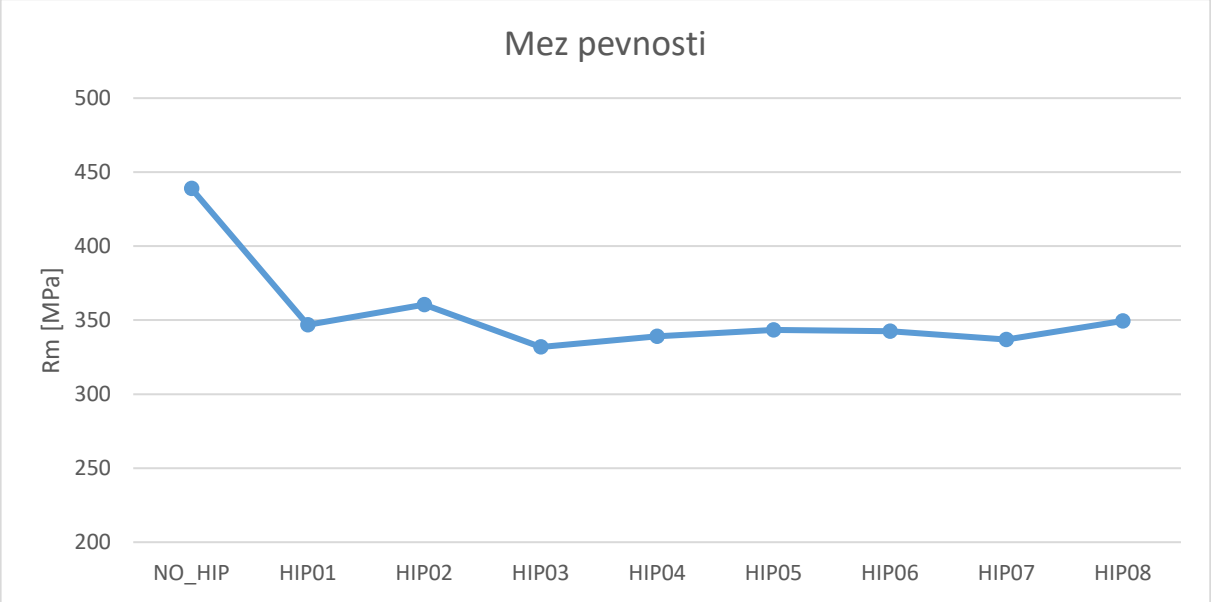
Pro každý stav byly zhotoveny 2 až 3 tahové zkoušky. Výsledné hodnoty smluvní meze kluzu a meze pevnosti, které uvádí Tabulka 20, jsou průměry jednotlivých hodnot z měření příslušných sad vzorků. Tyto hodnoty byly dále vyneseny do grafů.

Tabulka 20: Hodnoty smluvní meze kluzu a meze pevnosti substrátu v MPa pro jednotlivé stavy

	NO_HIP	HIP01	HIP02	HIP03	HIP04	HIP05	HIP06	HIP07	HIP08
	-	500/100/2	500/120/2	500/100/3	500/120/3	550/100/2	550/120/2	550/100/3	550/120/3
$Rp_{0,2}$ [MPa]	357	204	208	195	195	190	186	185	188
R_m [MPa]	439	347	360	332	339	343	343	337	350



Obr. 93: Změna smluvní meze kluzu substrátu v závislosti na HIP parametrech



Obr. 94: Změna meze pevnosti substrátu v závislosti na HIP parametrech

Grafy zřetelně ukazují značný pokles pevnostních vlastností při srovnání stavu po tepelném zpracování T6 a HIP. Mez kluzu substrátu po HIP s nejnižšími parametry (HIP01: 500 °C/100 MPa/2 h) je zhruba o 150 MPa nižší než mez kluzu substrátu ve stavu T6. Se zvyšujícími se parametry HIP hodnoty meze kluzu mírně klesají. Nejmenší mez kluzu byla naměřena na vzorku po HIP07, což odpovídá teplotě 550 °C, tlaku 100 MPa a době výdrže 3 hodiny. Oproti mezi kluzu vzorku ve stavu T6 byl pokles na tomto vzorku o 48 %. Mez pevnosti substrátu ve stavu HIP01 je o zhruba 100 MPa nižší, v dalších stavech už se její hodnoty výrazně nemění. Pevnostní vlastnosti materiálu byly porovnávány v rámci jednotlivých skupin, které rozdělují vzorky podle stejné teploty a tlaku při procesu HIP a umožňují tak srovnat účinky různé doby výdrže.

Obr. 95: Porovnání pevnostních vlastností v rámci jednotlivých skupin rozdělených podle stejné teploty a tlaku při procesu HIP, sledován vliv výdrže

Přestože jsou rozdíly v pevnostních vlastnostech z hlediska doby výdrže při HIP malé, u vzorků vystavených teplotě 500 °C je vliv výdrže výraznější než u vzorků vystavených teplotě 550 °C. Srovnání na Obr. 95 potvrzuje, že mez kluzu i mez pevnosti materiálu ve stavu T6 (v grafech jako NO_HIP) je znatelně vyšší než stejné vlastnosti materiálu podrobeného kterémukoli navrženému izostatickému lisování za tepla. Youngův modul pružnosti je napříč všemi stavy neměnný, což vede k závěru, že průběh elastického chování materiálu zůstal po všech typech zpracování stejný jako v dodaném stavu T6.

11.1 Tažnost a kontrakce substrátu

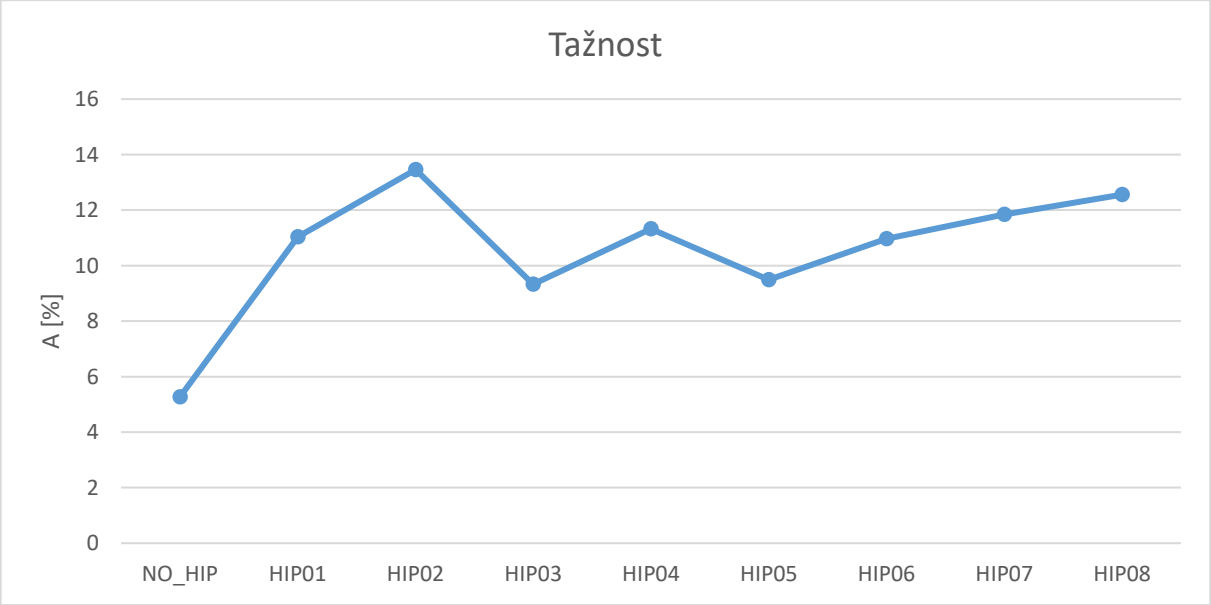
Tažnost substrátu z hliníkové slitiny reaguje na podmínky tepelného pracování opačně než pevnost. To je připisováno snížení přesycení tuhého roztoku zároveň s nukleací a růstem precipitátu, jejichž velikost a distribuce už nepřispívá k posílení materiálu. Průměrné hodnoty tažnosti a kontrakce v závislosti na tepelném zpracování substrátu uvádí Tabulka 21.

Tabulka 21: Průměrné hodnoty tažnosti a kontrakce substrátu v závislosti na tepelném zpracování

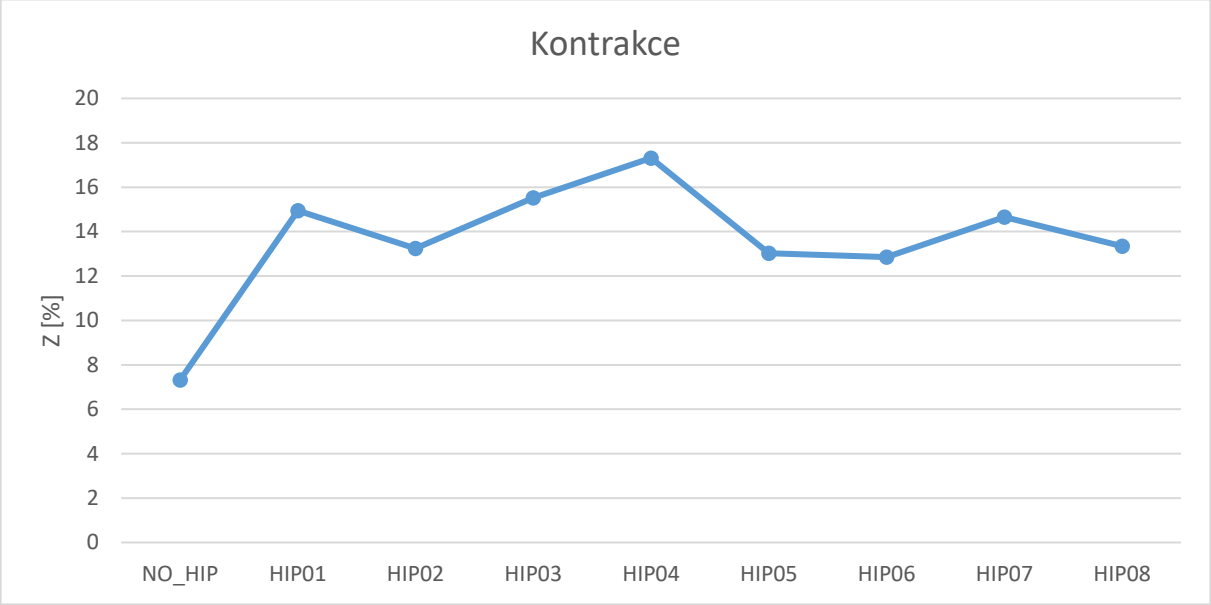
Stav	A [%]	Směrodatná odchylka [%]	Z [%]	Směrodatná odchylka [%]
NO_HIP (T6)	5,27	1,07	7,31	1,26
HIP01	11,04	3,53	14,94	1,01
HIP02	13,46	2,61	13,25	1,17
HIP03	9,33	2,61	15,52	1,17
HIP04	11,33	1,64	17,31	1,14
HIP05	9,49	0,54	13,03	3,32
HIP06	10,96	0,20	12,86	2,13
HIP07	11,84	3,53	14,66	0,89
HIP08	12,56	0,41	13,34	0,11

Nejnižší tažnost tak vykazuje materiál ve stavu T6, každé další HIP zpracování vedlo k nárustu tažnosti, nejméně pak o 4,056 % pro stav HIP01 (500 °C/100 MPa/2 h), nejvíc pro stav HIP02 (500 °C/100 MPa/2 h), kde byl pozorován nárust až o 8,2 %, jak je vidět na grafu vývoje tažnosti na Obr. 96.

Stejně jako tažnost souvisí s plastickým chováním také kontrakce materiálu. Ta vykazuje podobný trend jako tažnost, jak demonstruje Obr. 97. Kontrakce substrátu je po izostatickém lisování za tepla vyšší, než je kontrakce ve stavu T6, a to v každé variantě HIP této práce. Průměrný nárust ze všech variant je na 14,36 %, což je téměř dvojnásobek oproti původní hodnotě 7,31 % pro stav T6.

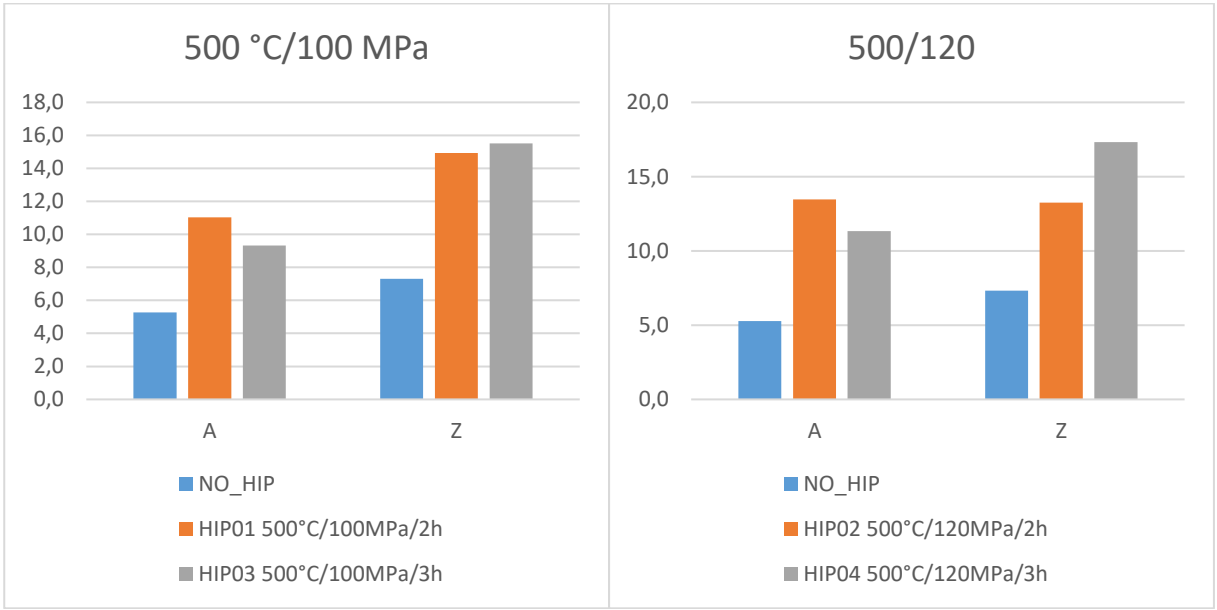


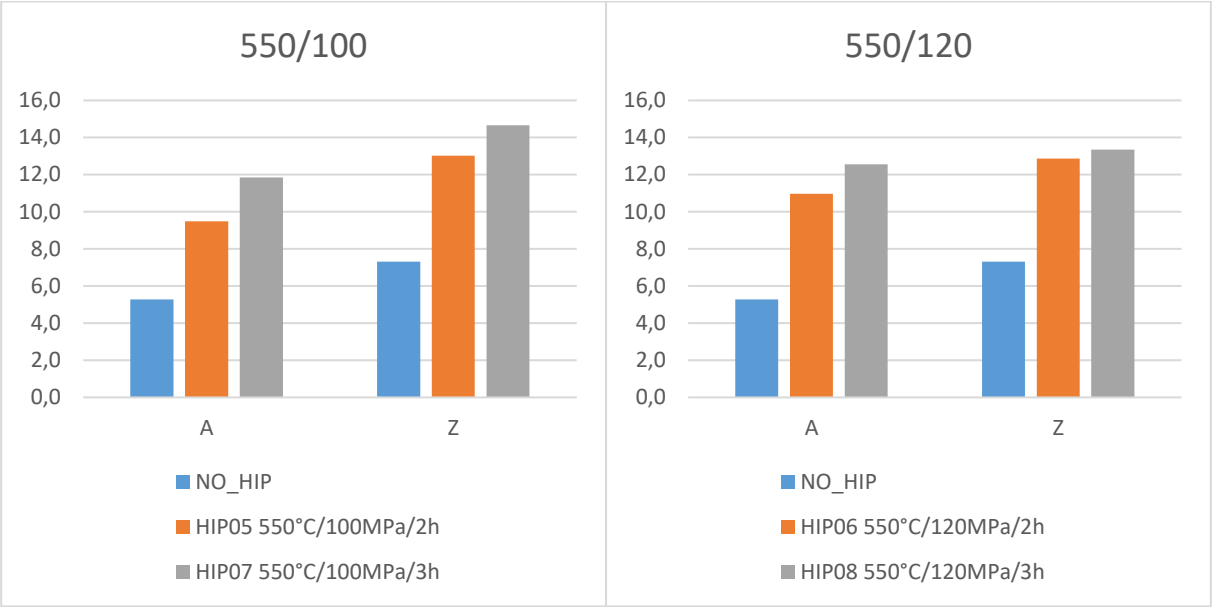
Obr. 96 Změna tažnosti substrátu v závislosti na tepelném zpracování



Obr. 97: Změna kontrakce substrátu v závislosti na HIP parametrech

Pro porovnání vlivu doby výdrže na teplotě a tlaku při HIP byly vlastnosti porovnány v rámci skupin se stejnými teplotami a tlaky, jak již bylo provedeno pro jiné vlastnosti výše.





Obr. 98: Porovnání tažnosti a kontrakce v rámci jednotlivých skupin rozdělených podle stejné teploty a tlaku při procesu HIP, sledován vliv výdrže

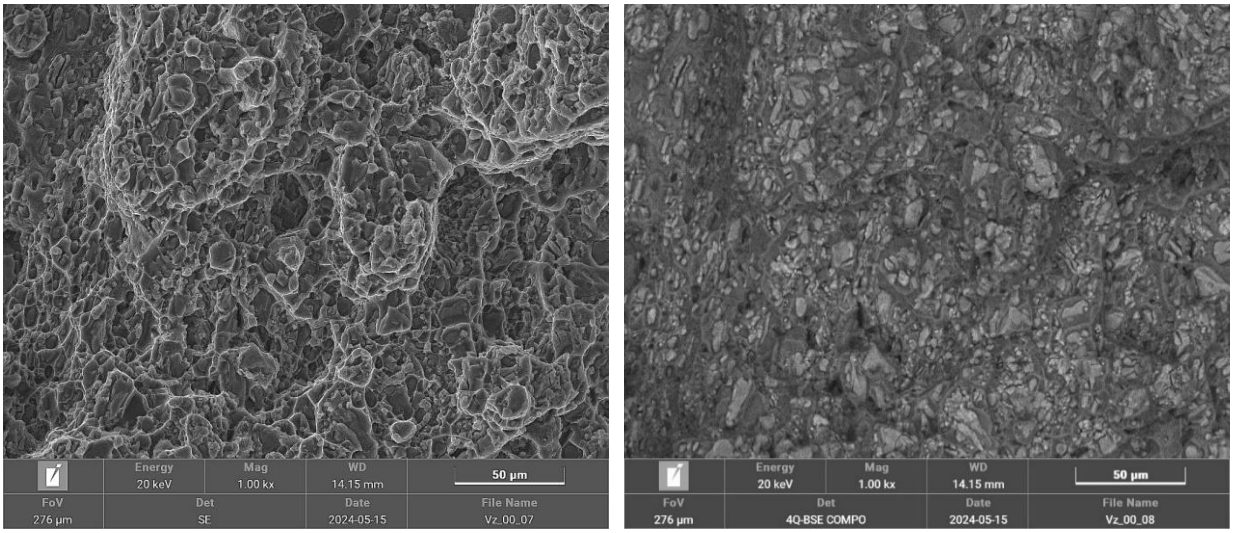
Grafy ukazují rozdílné chování tažnosti a kontrakce. Zatímco kontrakce s delší výdrží na teplotě a tlaku vždy narůstá, tažnost takto narůstá jen na materiálu zpracovaném na teplotách 550 °C. Při nižší teplotě HIP je změna tažnosti opačná: po delší výdrži materiál vykazuje tažnost nižší. Nejvyšší rozdíl mezi tažností po tepelném zpracování na výdrži 2 a 3 hodin vykazují vzorky po HIP na teplotě 550 °C a tlaku 100 MPa. Tento v tažnosti činí 2,4 %, jedná se o porovnání vzorků po HIP05 a HIP07. Sada pro tahovou zkoušku pro HIP05 a HIP07 měla v obou případech 3 tělesa. Směrodatné odchylky tažnosti pro jednotlivé sady měření jsou 0,54 % pro HIP05 a 3,53 % pro HIP07 což jsou hodnoty srovnatelné s rozdílem průměrných hodnot. Podobný vztah vykazují také hodnoty kontrakce.

Největší rozdíl mezi hodnotami kontrakce pro různé doby výdrže při HIP činí 4,1 % (pro vzorky po zpracování na teplotě 500 °C a tlaku 120 MPa), největší směrodatná odchylka je 3,32 %. Pro jednoznačné potvrzení, zda se opravdu jedná o trend v rozdílech tažnosti a kontrakce v závislosti na době výdrže by bylo potřeba provést analýzu na obsáhlejším statistickém souboru, tedy provést větší počet měření. S jistotou se ale dá tvrdit, že každá navržená kombinace parametrů HIP vedla ke zvýšení tažnosti i kontrakce, a to nejvíce o 2,5násobek (HIP02) respektive 2,4násobek (HIP04) hodnot původního stavu T6.

12 Fraktografie

Hodnocení lomových ploch materiálu přináší informace o mechanismech porušování během namáhání. Hodnocené lomové plochy přísluší vybraným tělesům podrobených tahové zkoušce. Během zkoumání lomových ploch byly hledány rozdíly v porušování jednotlivých vzorků po různých HIP procesech vzhledem k způsobu porušování vzorku ve stavu T6.

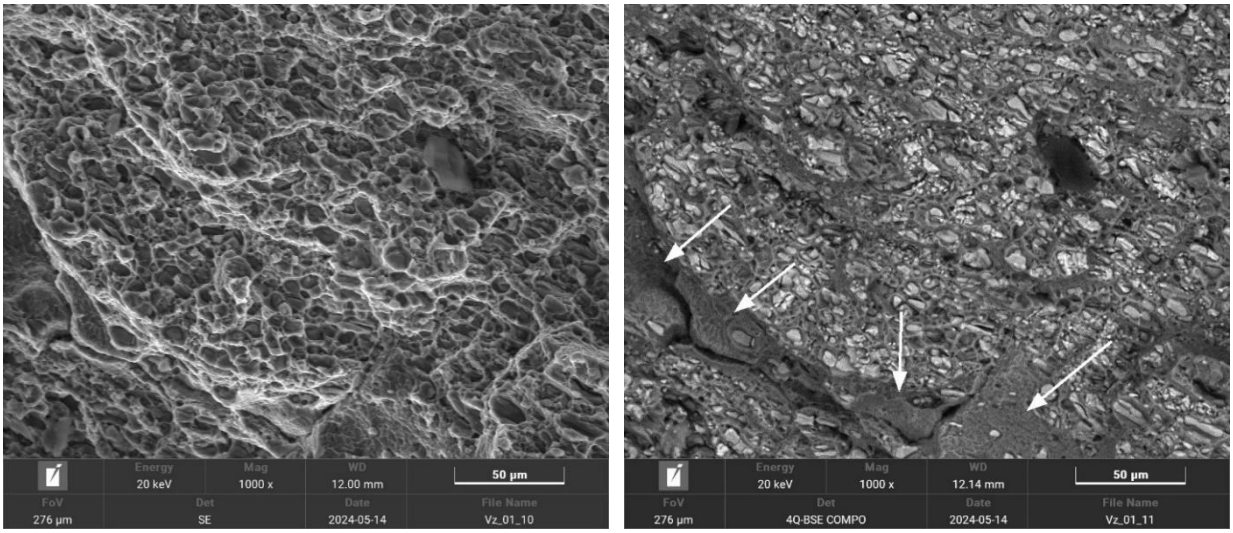
Obr. 99 představuje snímek lomové plochy vzorku ve stavu T6. Obě části obrázku zobrazují identickou oblast, pravá část obrázku představuje zobrazení v signálu sekundárních elektronů, levá část byla nasnímána pomocí elektronů zpětně odražených.



Obr. 99: Lomová plocha vzorku ve stavu T6, vlevo: snímek ze sekundárních elektronů, vpravo: snímek ze zpětně odražených elektronů

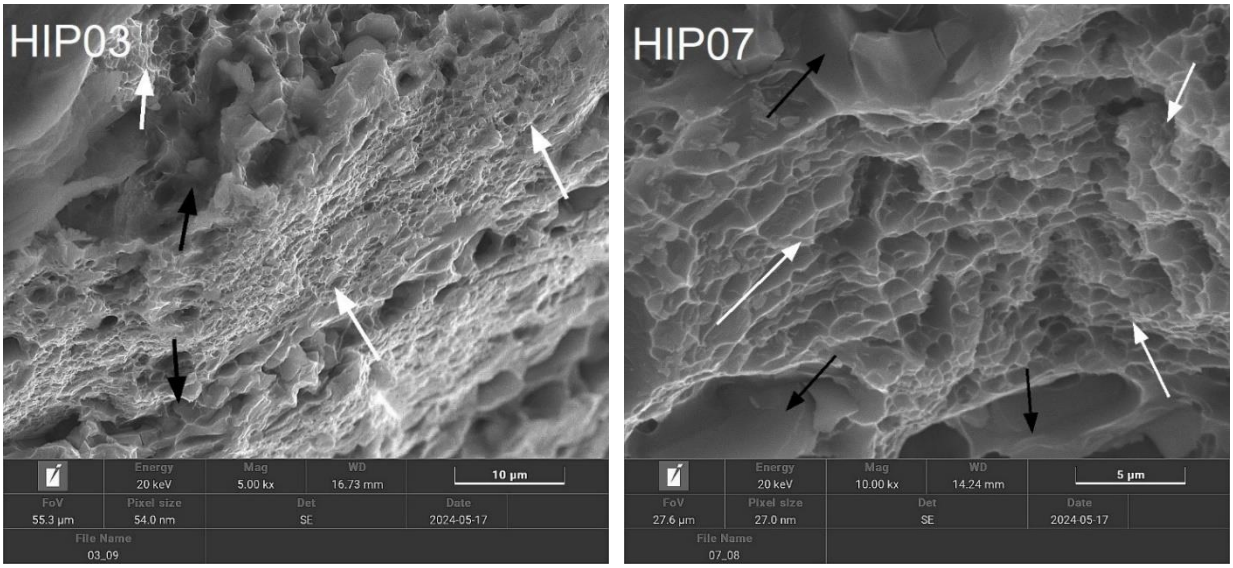
Lomová plocha vzorku je pokryta množstvím jamek, které jsou pozorovatelné na Obr. 99 vlevo. Jejich přítomnost svědčí o tom, že vzorek ve stavu T6 byl porušován transkrytalickým tvárným lomem, který probíhá mechanismem koalescence mikrodutin. Prvním stádiem je právě vznik mikrodutin, které nukleují na diskontinuitách materiálu, kde jsou kohezní síly oslabeny. V případě hliníkové slitiny AL 2618 ve stavu T6 jsou těmito nukleačními místy zpevňující precipitáty, především precipitáty fáze Al9FeNi, které jsou v materiálu zastoupeny nejvíc. Zmíněné precipitáty jsou pozorovatelné na snímku ze zpětně odražených elektronů na Obr. 99 vpravo jako světlá místa na dně jamek.

Většinový podíl lomové plochy vzorku HIP01 (500 °C/100 MPa/2 h) vykazoval stejnou morfologii, tedy jamky orientované ve směru napětí, na jejichž dnech se nacházejí precipitáty, které způsobily nukleaci jamek. Změnou oproti stavu T6 je výskyt oblastí s menšími jamkami z hlediska průměru i hloubky. Na dně těchto jamek navíc nejsou pozorovány téměř žádné precipitáty, oblast bez precipitátů je označena na Obr. 100 vpravo bílými šipkami. Jamky v těchto oblastech jsou velmi mělké, což znamená že se zde materiál odděloval dříve než v oblastech s jamkami hlubokými. Jedná se tedy o nízkoenergetické tvárné porušení. [66]



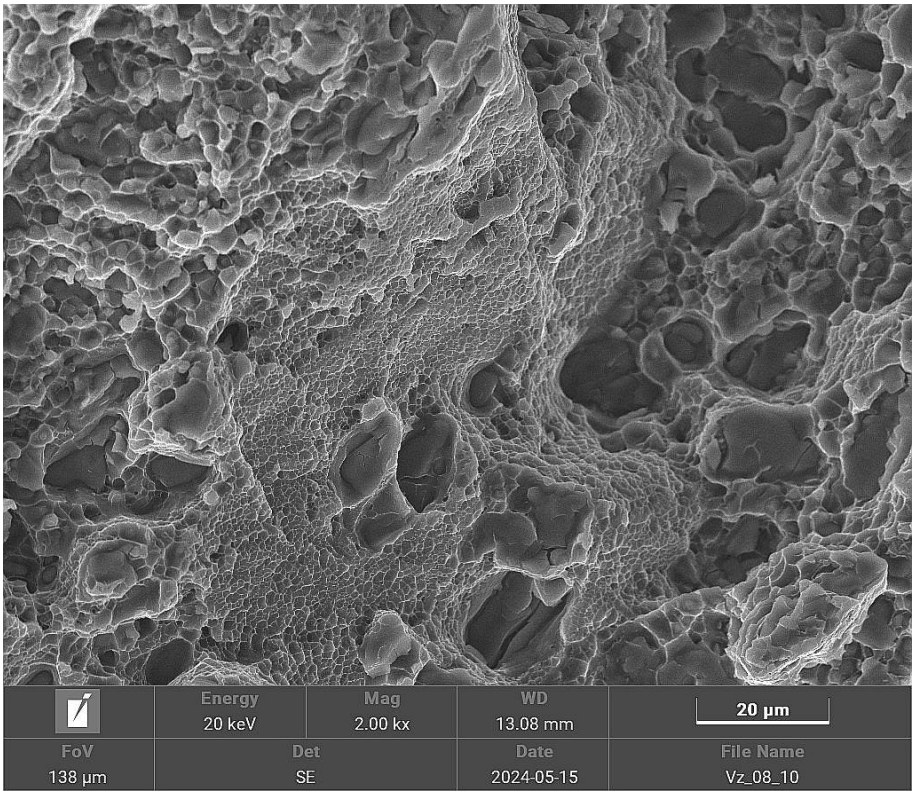
Obr. 100: Lomová plocha vzorku ve stavu po HIP01 (500 °C/100 MPa/2 h), vlevo: snímek ze sekundárních elektronů, vpravo: snímek ze zpětně odražených elektronů

Oblasti s jemnými jamkami jsou pozorovány na všech ostatních lomových plochách vzorků, které byly vystaveny vysokým teplotám při procesu HIP. Vybrané snímky jsou uvedeny na Obr. 101. Snímky srovnávají jemné a mělké jamky nízkoenergetického lomu (bílé šipky) s jamkami většími (černé šipky) při různých zvětšeních.



Obr. 101: Jemné jamky na lomové ploše tahových těles v různých stavech při různých zvětšeních

Nejlépe pozorované byly na lomové ploše vzorku ve stavu po HIP08 (550 °C/120 MPa/2 h). Přítomnost oblastí s jemnými jamkami bez precipitátů a míra jejich výskytu napříč všemi vzorky po procesu HIP koresponduje se síťovím fáze Al_2CuMg po hranicích zrn pozorovaným na Obr. 72. Zejména nevýhodná distribuce této fáze, tedy po hranicích zrn, má vliv na snížení pevnostních vlastností materiálu. Předčasná dekoheze materiálu v této oblasti snižuje aktivní průřez pro přenost napětí a napomáhá k nukleaci mikrodutin, čímž podporuje selhání materiálu při tahové zkoušce.



Obr. 102: Lomová plocha vzorku ve stavu HIP08 (550 °C/120 MPa/2 h), sekundární elektrony

ZÁVĚR

V úvodu této práce byla popsána metoda cold spray z technologického hlediska i z hlediska fyzikálního principu. Byla popsána její úskalí při tvorbě nástřiků odolných materiálů, především slitiny Ti-6Al-4V. Hlavním problémem slitiny v kontextu metody cold spray je tvorba porézní struktury. Vysoká porozita je nežádoucí jev, protože snižuje klíčové vlastnosti materiálu, z toho důvodu je téměř vždy nutné po depozici provést vhodný post-processing. Literární rešerše odhalila, že vystavení povlaku pouze vysokým teplotám není pro snížení porozity účinné, proto se za tímto účelem využívá metoda izostatického lisování za tepla (HIP). Metoda spočívá v přivedení materiálu na definované teploty za definovaného tlaku. Důležitou informací získanou literární rešerší je informace o běžně používaných teplotách. Při vypracování práce byla porovnána data o parametrech HIP při zpracovávání cold spray nástřiků slitiny Ti6-Al-4V a bylo zjištěno, že ideální teploty pro zmíněný proces se pohybují v rozmezí od 900 do 930 °C.

Při návrhu parametrů procesu HIP pro nástřiky studované v této práci bylo nutné brát zřetel na substrát a jeho odolnost proti vysokým teplotám. Podkladový materiál pro nástřiky slitiny Ti-6Al-4V byla hliníková slitina Al 2618. Kombinace tvrdého a pevného materiálu nástřiku s „měkkým“ materiálem substrátu vedla k vytvoření povlaků s dobrou adhezí na rozhraní. Vzhledem k nižší teplotní stabilitě substrátu byly navrhované teploty procesu HIP téměř poloviční oproti teplotám běžně používaných při zpracování Ti-6Al-4V nástřiků, tedy 500 a 550 °C. Přesto se ale jedná o teploty srovnatelné s teplotami rozpouštěcího žíhání slitiny Al 2618 při tepelném zpracování T6, který bývá označován jako „peak stav“, jelikož dosahuje nejlepších mechanických vlastností slitiny. Po tomto rozpouštěcím žíhání následuje rychlé ochlazení do vody, což zajistí výhodné rozložení a velikost precipitátů. Materiál v této práci byl po HIP ochlazován na vzduchu, rychlost ochlazování tedy byla mnohem nižší, a to mělo negativní vliv na mikrostrukturu materiálu.

Největší změny oproti původnímu stavu nástřiku byly očekávány po procesu HIP s nejvyššími navrhovanými parametry: teplota 550 °C, tlak 120 MPa a doba výdrže 3 hodiny. Ani po tomto zpracování nedošlo k pozorovatelnému snížení porozity. Pro podrobnější srovnání byly hodnoty porozity jednotlivých vzorků roztřízeny do skupin podle tlaku a teploty, aby mohly být srovnány z hlediska doby výdrže. Toto rozdělení neodhalilo žádný trend v porozitě v souvislosti s parametry HIP. Změna ale byla pozorována v kontextu dislokačního zpevnění CS nástřiku. Vystavení nástřiku vysokým teplotám během HIP vedlo k ke snížení hustoty dislokací po depozici a k částečné relaxaci mřížky. Přestože byl tento jev pozorován u vzorku po nejintenzivnějším procesu HIP, podobné snížení hustoty dislokací je předpokládáno také u ostatních HIP s jinými parametry.

Z hlediska mikrotvrdosti nástřiku nebyl pozorován žádný vliv procesu HIP. Byla studována souvislost mikrotvrdosti s jednotlivými sadami HIP parametrů i závislost mikrotvrdosti na vzdálenosti od rozhraní nástřiku a substrátu. Ani v jednom případě nebyl nalezen žádný jednoznačný trend. Jistá závislost mikrotvrdosti na vzdálenosti od rozhraní byla nalezena při hodnocení substrátu. Tato závislost byla ale spojena s účinky vnitřních tlakových napětí nástřiku přenesených do substrátu. Tato obecně výhodná tlaková napětí v nástřiku způsobují nerovnoměrné vnitřní napětí v substrátu, přičemž na rozhraní (a v určité vzdálenosti od něj) má tahový charakter. Přítomnost napětí v materiálu ovlivnila měření mikrotvrdosti, která nakonec vykazovala rostoucí hodnoty s rostoucí vzdáleností od rozhraní.

Substrát byl ovlivněn nejen nástřikem, ale především procesem HIP. Za nejzávažnější ovlivnění je považován pokles pevnostních vlastností. Mez kluzu hliníkové slitiny razantně klesla

už po procesu HIP s nejnižšími parametry, tedy o teplotě 500 °C, tlaku 100 MPa a výdrži 2 hodiny. Tento propad činil snížení o více než 40 % z původní hodnoty ve stavu T6, hodnoty meze pevnosti se zvyšujícími se parametry HIP i nadále mírně klesaly. Příčinou tak závažného zhoršení pevnosti byla nevýhodná distribuce precipitátů v matrici jako důsledek vystavení vysokým teplotám a následného pomalého ochlazování během a po procesu HIP.

Izostatické lisování za tepla tedy mělo negativní vliv na substrát slitiny Al 2618 bez požadovaného zlepšení vlastností cold spray nástřiku titanové slitiny Ti-6Al-4V. Přestože podmínky HIP zahájily určité zotavovací procesy v nástřiku, míra tohoto zotavení nebyla dostatečně vysoká, aby se významně projevila na vlastnostech materiálu. Informace získané v této práci mohou být cenné pro další vývoj v této problematice. Výzkum by se mohl ubírat různými směry: mohly by být optimalizovány parametry nástřiku slitiny Ti-6Al-4V tak, aby nedocházelo k tvorbě porézních povlaků a následné zpracování za vysokých teplot by nebylo nutné; nebo by mohla být věnována pozornost stabilizaci hliníkových slitin pro vyšší teploty.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

[1] LUND TYLER a SAFOUHI HASSAN. *Exponential Life - An analysis of exponential technologies* [online]. 2019. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.7939/R36H4D67F

[2] VAZ, Rodolpho Fernando, Andrea GARFIAS, Vicente ALBALADEJO, Javier SANCHEZ a Irene Garcia CANO. *A Review of Advances in Cold Spray Additive Manufacturing* [online]. B.m.: MDPI. 1. únor 2023. ISSN 20796412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings13020267

[3] SUN, Wen, Xin CHU, Haiming LAN, Renzhong HUANG, Jibo HUANG, Yingchun XIE, Jian HUANG a Guosheng HUANG. *Current Implementation Status of Cold Spray Technology: A Short Review* [online]. B.m.: Springer. 1. duben 2022. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-022-01382-4

[4] VILLAFUERTE, Julio. *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications* [online]. B.m.: Springer International Publishing, 2015. ISBN 9783319167725. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-16772-5

[5] SUO, Xinkun, Shuo YIN, Marie Pierre PLANCHE, Taikai LIU a Hanlin LIAO. Strong effect of carrier gas species on particle velocity during cold spray processes. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2015, **268**, 90–93 [vid. 2023-10-18]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2014.04.039

[6] DAVID HALLIDAY, ROBERT RESNICK a JEARL WALKER. *Fyzika 1*. Brno: VUTIUM, 2013. ISBN 978-80-214-4123-1.

[7] SINGHAL, Chirag, Qasim MURTAZA a P. PARVEJ. Simulation of Critical Velocity of Cold Spray Process with Different Turbulence Models. *Materials Today: Proceedings* [online]. 2018, **5**(9), 17371–17379 [vid. 2023-10-18]. ISSN 2214-7853. Dostupné z: doi:10.1016/J.MATPR.2018.04.150

[8] 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 [vid. 2024-01-09]. ISSN 1359-6454. Dostupné z: doi:10.1016/J.ACTAMAT.2005.10.005

[9] VIDALLER, Maria Villa, Alexander LIST, Frank GAERTNER, Thomas KLASSEN, Sergi DOSTA a Jose Maria GUILEMANY. 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. 2024-01-09]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-014-0200-4

[10] DEVI, G. Neelima, S. KUMAR, Tarun Babu MANGALARAPU, Gidla VINAY, Naveen M. CHAVAN a A. Venu GOPAL. Assessing critical process condition for bonding in cold spraying. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2023, **470**, 129839 [vid. 2023-10-18]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2023.129839

[11] LEE, Jongho, Sumin SHIN, Hyung Jun KIM a Changhee LEE. Effect of gas temperature on critical velocity and deposition characteristics in kinetic spraying. *Applied Surface Science* [online]. 2007, **253**(7), 3512–3520 [vid. 2023-10-18]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi:10.1016/J.APSUSC.2006.07.061

[12] KARTHIKEYAN, J. *Development of oxidation resistant coatings on GRCop-84 substrates by cold spray process*. 2007

[13] 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**. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2015.03.006

[14] JIŘÍ ŠKORPÍK. Proudění plynů a par tryskami. *Transformační technologie* [online]. 2006 [vid. 2024-01-17]. Dostupné z: https://fluid-dynamics.education/proudeni-plynu-a-par-tryskami.pdf
[15] MANAP, Abreeza, N F AFANDI, Savisha MAHALINGAM, Siti NURUL, Akmal YUSOF, Zulkifli Mohd ROSLI, Universiti Teknologi MALAYSIA, Jalan SULTAN, Yahya PETRA, Kuala LUMPUR, Fakulti TEKNOLOGI, Kejuruteraan MEKANIKAL a Dan PEMBUATAN. Mechanical and Tribological Study on Aluminum Coatings with High-Pressure and Low-Pressure Cold-Spray Processes. *Coatings 2022, Vol. 12, Page 1792* [online]. 2022, **12**(11), 1792 [vid. 2023-10-21]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/COATINGS12111792
[16] 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. *Journal of Thermal Spray Technology 2017 26:6* [online]. 2017, **26**(6), 1308–1355 [vid. 2023-10-21]. ISSN 1544-1016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-017-0575-0
[17] KING, Peter C., Christian BUSCH, Teresa KITTEL-SHERRI, Mahnaz JAHEDI a Stefan GULIZIA. Interface melding in cold spray titanium particle impact. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2014, **239**, 191–199. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2013.11.039
[18] 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
[19] 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. 2023-10-24]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/MET11122016
[20] LEK, Jun Yan, Ayan BHOWMIK, Adrian Wei Yee TAN, Wen SUN, Xu SONG, Wei ZHAI, Pio J. BUENCONSEJO, Feng LI, Erjia LIU, Yeng Ming LAM a Chris B. BOOTHROYD. Understanding the microstructural evolution of cold sprayed Ti-6Al-4V coatings on Ti-6Al-4V substrates. *Applied Surface Science* [online]. 2018, **459**, 492–504 [vid. 2023-11-15]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi:10.1016/J.APSUSC.2018.07.175
[21] VINOGRADOV, Alexei a Yuri ESTRIN. Analytical and numerical approaches to modelling severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* [online]. 2018, **95**, 172–242 [vid. 2023-11-15]. ISSN 0079-6425. Dostupné z: doi:10.1016/J.PMATSCI.2018.02.001
[22] YANG, Lijing, Shaopeng WANG, Xiaotao LUO, Pei WANG, Haiyu YANG, Huan LI, Jiayi XIANG a Xue BAI. Microstructural Nano-Scale Evolution at Inter-Particles Bonding Interface of Cold-Sprayed Ti6Al4V Deposits During Heat Treatment. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2023, **32**(8), 2713–2728 [vid. 2024-01-21]. ISSN 15441016. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-023-01671-6/FIGURES/11
[23] BHATTIPROLU, Venkata Satish, Kyle W. JOHNSON, Ozan C. OZDEMIR a Grant A. CRAWFORD. Influence of feedstock powder and cold spray processing parameters on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V cold spray depositions. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, **335**, 1–12. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2017.12.014
[24] LUDĚK PTÁČEK a KOLEKTIV. *Nauka o materiálu II*. Brno: CERM, 1999. ISBN 80-7204-130-4.
[25] GAO, Feng, Zuoren NIE, Danpin YANG, Boxue SUN, Yu LIU, Xianzheng GONG a Zhihong WANG. Environmental impacts analysis of titanium sponge production using

Kroll process in China. *Journal of Cleaner Production* [online]. 2018, **174**, 771–779 [vid. 2023-10-22]. ISSN 0959-6526. Dostupné z: doi:10.1016/J.JCLEPRO.2017.09.240
[26] WONG, W., P. VO, E. IRISSOU, A. N. RYABININ, J.-G. LEGOUX a S. YUE. Effect of Particle Morphology and Size Distribution on Cold-Sprayed Pure Titanium Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2013, **22**(7), 1140–1153. ISSN 1059-9630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-013-9951-6
[27] RECYCLING, Resources. Production Technology of Titanium by Kroll Process. *Resources Recycling 2020 29:4* [online]. 2020, **29**(4), 3–14 [vid. 2023-10-22]. ISSN 2765-3439. Dostupné z: doi:10.7844/KIRR.2020.29.4.3
[28] ZANNER, F.J. Vacuum Melting. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* [online]. 2004, 1–6 [vid. 2024-01-25]. Dostupné z: doi:10.1016/B0-08-043152-6/01922-7
[29] ARRAZOLA, P. J., A. GARAY, L. M. IRIARTE, M. ARMENDIA, S. MARYA a F. LE MAÎTRE. Machinability of titanium alloys (Ti6Al4V and Ti555.3). *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2009, **209**(5), 2223–2230 [vid. 2023-10-22]. ISSN 0924-0136. Dostupné z: doi:10.1016/J.JMATPROTEC.2008.06.020
[30] YADAV, Puja a Kuldeep K. SAXENA. Effect of heat-treatment on microstructure and mechanical properties of Ti alloys: An overview. *Materials Today: Proceedings* [online]. 2020, **26**, 2546–2557 [vid. 2023-10-23]. ISSN 2214-7853. Dostupné z: doi:10.1016/J.MATPR.2020.02.541
[31] KAHLIN, Magnus. 3D-printing for Aerospace : Fatigue Behaviour of Additively Manufactured Titanium [online]. 2021, **2143**, Linköping Studies in Science and Technology. Dissertations [vid. 2023-10-23]. Dostupné z: doi:10.3384/DISS.DIVA-178726
[32] LIU, Shunyu a Yung C. SHIN. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review. *Materials and Design* [online]. 2019, **164**. ISSN 18734197. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2018.107552
[33] *Impact Inovations GmbH* [online]. 2024 [vid. 2024-01-22]. Dostupné z: https://impact-innovations.com/en/applications/cold-spray-additive-manufacturing-ti-6al-4v/
[34] WEN, Sun, Iulian MARINESCU, Nay Win KHUN, Zhili DONG, Erjia LIU a Adrian Wei-Yee TAN. Potential of cold spray as additive manufacturing for Ti6Al4V [online]. 2016, 403 [vid. 2024-01-20]. Dostupné z: doi:10.3850/2424-8967
[35] MUNAGALA, Venkata Naga Vamsi a Richard R. CHROMIK. The role of metal powder properties on the tribology of cold sprayed Ti6Al4V-TiC metal matrix composites. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, **411**, 126974 [vid. 2024-01-20]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2021.126974
[36] NORRELL, Travis, Gehn FERGUSON, Troy ANSELL, Tara SALADIN, Aaron NARDI a Andy NIETO. Synthesis and corrosion behavior of cold sprayed dual nanoparticle reinforced Al coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2020, **401**, 126280. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2020.126280
[37] CHEN, Chaoyue, Yingchun XIE, Xingchen YAN, Shuo YIN, Hirotaka FUKANUMA, Renzhong HUANG, Ruixin ZHAO, Jiang WANG, Zhongming REN, Min LIU a Hanlin LIAO. Effect of hot isostatic pressing (HIP) on microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy fabricated by cold spray additive manufacturing. *Additive Manufacturing* [online]. 2019, **27**, 595–605 [vid. 2024-01-19]. ISSN 2214-8604. Dostupné z: doi:10.1016/J.ADDMA.2019.03.028
[38] BEDDOES, Jonathan. a M. J. BIBBY. Principles of metal manufacturing processes. 2003, 176–177.
[39] BHATTIPROLU, Venkata Satish, Kyle W. JOHNSON a Grant A. CRAWFORD. Influence of Powder Microstructure on the Microstructural Evolution of As-Sprayed and Heat Treated Cold-Sprayed Ti-6Al-4V Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2019, **28**(1–2), 174–188. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-018-0812-1

[40] KALAYDA, T A, A A KIRSANKIN, A Yu IVANNIKOV, S V KONUSHKIN, M A KAPLAN a M A SEVOSTYANOV. The plasma atomization process for the Ti-Al-V powder production. *Journal of Physics: Conference Series* [online]. 2021, **1942**(1), 012046. ISSN 1742-6588. Dostupné z: doi:10.1088/1742-6596/1942/1/012046

[41] WU, Ziheng, Mohammadreza ASHERLOO, Runbo JIANG, Melody H. DELPAZIR, Nihal SIVAKUMAR, Muktesh PALIWAL, Joe CAPONE, Benjamin GOULD, Anthony ROLLETT a Amir MOSTAFAEI. Study of printability and porosity formation in laser powder bed fusion built hydride-dehydride (HDH) Ti-6Al-4V. *Additive Manufacturing* [online]. 2021, **47**, 102323. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2021.102323

[42] BIRT, A. M., V. K. CHAMPAGNE, R. D. SISSON a D. APELIAN. Microstructural Analysis of Cold-Sprayed Ti-6Al-4V at the Micro- and Nano-Scale. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2015, **24**(7), 1277–1288 [vid. 2023-11-15]. ISSN 10599630. Dostupné z: doi:10.1007/S11666-015-0288-1/FIGURES/14

[43] GARRIDO, M. A., P. SIRVENT a P. POZA. Evaluation of mechanical properties of Ti6Al4V cold sprayed coatings*. *Surface Engineering* [online]. 2018, **34**(5), 399–406. ISSN 17432944. Dostupné z: doi:10.1080/02670844.2017.1398442

[44] VO, P., E. IRISSOU, J.-G. LEGOUX a S. YUE. Mechanical and Microstructural Characterization of Cold-Sprayed Ti-6Al-4V After Heat Treatment. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2013, **22**(6), 954–964. ISSN 1059-9630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-013-9945-4

[45] ATKINSON, H. V. a S. DAVIES. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: An overview. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2000, **31**(12), 2981–3000. ISSN 1073-5623. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-000-0078-2

[46] PETROVSKIY, P., A. TRAVYANOV, V. V. CHEVERIKIN, A. A. CHERESHNEVA, A. SOVA a I. SMUROV. Effect of encapsulated hot isostatic pressing on properties of Ti6Al4V deposits produced by cold spray. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2020, **107**(1–2), 437–449. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-020-05080-9

[47] DAVIS, R.F. Hot Isostatic Pressing. In: *Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials* [online]. B.m.: Elsevier, 1991, s. 210–215. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-034720-2.50061-7

[48] PETROVSKIY, P., M. KHOMUTOV, V. CHEVERIKIN, A. TRAVYANOV, A. SOVA a I. SMUROV. Influence of hot isostatic pressing on the properties of 316L stainless steel, Al-Mg-Sc-Zr alloy, titanium and Ti6Al4V cold spray deposits. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, **405**, 126736 [vid. 2024-01-24]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: doi:10.1016/J.SURFCOAT.2020.126736

[49] BORUAH, Dibakor, Xiang ZHANG, Philip MCNUTT, Raja KHAN a Henry BEGG. Effect of Post-Deposition Thermal Treatments on Tensile Properties of Cold Sprayed Ti6Al4V. *Metals 2022, Vol. 12, Page 1908* [online]. 2022, **12**(11), 1908 [vid. 2024-01-24]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/MET12111908

[50] BORUAH DIBAKOR. *Structural integrity assessment of cold spray additive manufactured titanium alloy Ti-6-Al-4V — Coventry University* [online]. B.m., 2020 [vid. 2024-01-24]. Coventry University. Dostupné z: https://pureportal.coventry.ac.uk/en/studentTheses/structural-integrity-assessment-of-cold-spray-additive-manufactur

[51] WONG, Wilson, Eric IRISSOU, Jean Gabriel LEGOUX, Phuong VO a Stephen YUE. Powder Processing and Coating Heat Treatment on Cold Sprayed Ti-6Al-4V Alloy. *Materials Science Forum* [online]. 2012, **706–709**, 258–263. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.258

[52] ÖZBEK, Ibrahim. A study on the re-solution heat treatment of AA 2618 aluminum alloy. *Materials Characterization* [online]. 2007, **58**(3), 312–317 [vid. 2024-01-30]. ISSN 1044-5803. Dostupné z: doi:10.1016/J.MATCHAR.2006.07.002
[53] *Matweb - Material property data* [online]. [vid. 2024-01-17]. Dostupné z: https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=4ecbd007d2d24d8a8dd1cd224d067f29&ckck=1
[54] NOVÝ, F., M. JANEČEK a R. KRÁL. Microstructure changes in a 2618 aluminium alloy during ageing and creep. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2009, **487**(1–2), 146–151. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2009.08.014
[55] Metal Powder by Sandvik. *Sandvik AB* [online]. únor 2024 [vid. 2024-02-02]. Dostupné z: https://www.metalpowder.sandvik/en/webshop/metal-powders/titanium-alloys/osprey-ti-6al-4v-grade-23/
[56] GVIZD, Michal. *Elektrojiskrové drátové řezání*. Brno, 2013. Bakalářská práce. VUT.
[57] ČSN EN ISO 6507-1. Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Visckerse – Část 1: Zkušební metoda. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2024, 36 s. Třídící znak 42 0374
[58] BORUAH, Dibakor, Bilal AHMAD, Tung Lik LEE, Saurabh KABRA, Abdul Khadar SYED, Philip MCNUTT, Matthew DORÉ a Xiang ZHANG. Evaluation of residual stresses induced by cold spraying of Ti-6Al-4V on Ti-6Al-4V substrates. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2019, **374**, 591–602. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2019.06.028
[59] WONG, Wilson, Eric IRISSOU, Jean Gabriel LEGOUX, Phuong VO a Stephen YUE. Powder Processing and Coating Heat Treatment on Cold Sprayed Ti-6Al-4V Alloy. *Materials Science Forum* [online]. 2012, **706–709**, 258–263. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.258
[60] KRUML, Tomáš a Jean-Pierre MICHEL. *Mechanismy plastické dislokace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2019.
[61] MAN, Ondřej. *Difrakce zpětně rozptýlených elektronů - EBSD*. 2023
[62] ATEBA BETANDA, Yanick, Anne-Laure HELBERT, François BRISSET, Marie-Hélène MATHON, Thierry WAECKERLÉ a Thierry BAUDIN. Measurement of stored energy in Fe–48%Ni alloys strongly cold-rolled using three approaches: Neutron diffraction, Dillamore and KAM approaches. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2014, **614**, 193–198. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2014.07.037
[63] ITO, Hiroyuki a Yuki INAGI. Hitachi's State-of-the-Art Ion Milling Systems. *Engineering Materials*. 2018, **10**.
[64] WRIGHT, Stuart I., Matthew M. NOWELL, Scott P. LINDEMAN, Patrick P. CAMUS, Marc DE GRAEF a Michael A. JACKSON. Introduction and comparison of new EBSD post-processing methodologies. *Ultramicroscopy* [online]. 2015, **159**, 81–94. ISSN 03043991. Dostupné z: doi:10.1016/j.ultramic.2015.08.001
[65] ČSN EN ISO 6892-1. Kovové materiály – Zkoušení tahem – Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2021, 76 s. Třídící znak 420310
[66] HRIVŇÁK IVAN. *Fraktografia*. Bratislava: Slovenská technická univerzita, Materiálovotechnologická fakulta, 2009.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

(g) – Látka v plynném stavu

(l) – Látka v kapalném stavu

A – Tažnost [%]

b – Burgersův vektor

BCC – Krystalová mřížka kubická prostorově středěná (*z angl. body centred cubic*)

CI – Index spolehlivosti (*z angl. confidence index*)

CS – Cold spray

CSAM – cold spray jako aditivní technologie (*z angl. cold spray additive manufacturing*)

d_0 – Průměr deponované částice

DED – Řízená energetická depozice (*z angl. directed energy deposition*)

DMD – Přímé nanášení kovů (*z angl. direct metal deposition*)

DMLM – Přímé laserové tavení kovů (*z angl. direct metal laser melting*)

E – Youngův modul pružnosti [GPa]

EBM – Tavení elektronovým paprskem (*z angl. electron beam melting*)

EBSD – Difrakce zpětně odražených elektronů (*z angl. electron backscatter diffraction*)

EDM – Elektrojiskrové drátové řezání (*z angl. Electrical Discharge Machining*)

EDS – Energiově disperzní spektrometrie (*z angl. energy dispersive spectroscopy*)

FCC – Krystalová mřížka kubická plošně středěná (*z angl. face centred cubic*)

FSAM – Aditivní výroba pomocí třecího míchání (*z angl. friction stir additive manufacturing*)

GA – Atomizace plynem (*z angl. gas atomized*)

HCP – Krystalová mřížka hexagonální těsně uspořádaná (*z angl. hexagonal close packed*)

HDH – Hydridace-dehydridace (metoda výroby prášku)

HDPE – Polyethylen o vysoké hustotě (*z angl. high-density polyethylene*)

HPCS – Vysotlaký cold spray (*z angl. high-pressure cold spray*)

IPF – Obraz inverzních polí (*z angl. inverse pole figure*)

KAM – Průměrné vychýlení jádra (*z angl. Kernel average misorientation*)

L – Podélný řez vzorku

LPCS – Nízkotlaký cold spray (*z angl. low-pressure cold spray*)

M – Machovo číslo

M – Molární hmotnost [g/mol]

NPAR – Algoritmus pro rekonstrukci EBSD dat (z angl. *neighbor pattern averaging re-indexing*)

p – Tlak [MPa]

PA – Atomizace plasmou (*z angl. plasma atomization*)

PAW – Plasmové obloukové svařování (*z angl. plasma arc welding*)

PE – Svazek primárních elektronů

PEEK – poly-ether-ether-keton

r – Poloměr zakřivení

R – Molární plynová konstanta (R=8,314 $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$)

R_m – Mez pevnosti [MPa]

$R_{p0,2}$ – Smluvní mez kluzu [MPa]

S – Hladká oblast mikrostruktury (*z angl. soft*)

SEM – Skenovací elektronová mikroskopie

SIMS – Hmotností spektrometrie sekundárních iontů (*z angl. secondary ion mass spectrometry*)

SLM – Selektivní laserové tavení (*z angl. selective laser melting*)

SLS – Selektivní laserové spékání (z angl. *selective laser sintering)*

SPD – intenzivní plastická deformace (*z angl. severe plastic deformation*)

T – Příčný řez vzorku

T – Texturovaná oblast mikrostruktury (*z angl. textured*)

UAM – Ultrazvuková aditivní výroba (*z angl. utrasonic additive manufacturing*)

UMVI – Ústav materiálových věd a inženýrství

$\bar{v}$ – Velikost střední rychlosti molekuly

WAAM – Aditivní výroba pomocí obloukového svařování (*z angl. wire arc additive manufacturing*)

X – Parametr používaný při vyhodnocování hustoty dislokací metodou KAM, násobek vzdálenosti nejbližšího souseda a skenovacího kroku

Z – Kontrakce [%]

α – Tuhý roztok hliníku a legujících prvků slitiny, krystalová mřížka kubická plošně středěná

α – Nízkoteplotní fáze titanu a jeho slitin s hexagonální krystalovou mřížkou

α – Parametr používaný při vyhodnocování hustoty dislokací metodou KAM, určen typem hranice zrna

α‘ – Metastabilní martenzitická fáze slitin titanu

β – Sekundární fáze titanu a jeho slitin s kubickou prostorově středěnou krystalovou mřížkou

γ – Měrná energie povrchu vnitřního póru

θ – Úhel ozařování při iontovém leštění

θ – Úhel vychýlení atomů

ρ – Hustota dislokací