



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

MECHANICKÉ VLASTNOSTI VRSTVENÝCH LAMINÁTŮ Z CU A FE VYTVOŘENÝCH METODOU COLD SPRAY

MECHANICAL PROPERTIES OF CU AND FE LAMINATES FORMED BY COLD SPRAY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Magdaléna Dlábiková

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Lukáš Řehořek, Ph.D.

BRNO 2025

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Studentka: **Bc. Magdaléna Dlábiková**
Studijní program: Materiálové inženýrství
Studijní obor: bez specializace
Vedoucí práce: **Ing. Lukáš Řehořek, Ph.D.**
Akademický rok: 2024/25

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:

Mechanické vlastnosti vrstvených laminátů z Cu a Fe vytvořených metodou Cold Spray

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Cold Spray (studená kinetická depozice) je pokročilá technologie depozice materiálů, která umožňuje nanášet vrstvy kovových částic bez výrazného ohřevu materiálu, což minimalizuje riziko oxidace a dalších nežádoucích změn mikrostruktury. Tato metoda má široké uplatnění při vytváření vrstev s vysokou pevností a dobrou soudržností, což je důležité pro různá průmyslová odvětví.

V poslední době se pozornost zaměřuje na tvorbu laminátových struktur, které kombinují různé materiály s cílem dosáhnout lepší kombinace mechanických vlastností, jako jsou pevnost, houževnatost, a tvrdost. Mechanické vlastnosti těchto laminátů jsou rozhodující pro jejich aplikovatelnost v náročných podmínkách, kde je nutná vysoká mechanická odolnost.

Studium mechanických vlastností laminátů Cu-Fe je zajímavé nejen z hlediska teoretického výzkumu, ale také s ohledem na aplikace v elektrotechnickém průmyslu, kde jsou požadovány materiály s vysokou vodivostí (Cu) a odolností (Fe). Tato diplomová práce se bude zaměřovat na detailní charakterizaci mechanických vlastností nástřiků vytvořených metodou Cold Spray s využitím mechanických testů a mikrostrukturní analýzy.

Cíle diplomové práce:

- 1) Příprava a optimalizace laminátových vzorků z mědi (Cu) a železa (Fe) metodou Cold Spray
- 2) Charakterizace mechanických vlastností laminátů pomocí třibodového ohybu
- 3) Měření mikrotvrdosti jednotlivých vrstev laminátu
- 4) Mikrostrukturní analýza laminátů

Seznam doporučené literatury:

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

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

[3] 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. Dostupné také z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1743294414Y.0000000270>

[4] 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 2024/25

V Brně, dne

L. S.

doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práca sa zaoberá detailnou charakterizáciou mechanických a mikroštruktúrnych vlastností viacvrstvených laminátových nástrekov z medi a železa vytvorených metódou Cold Spray. Teoretická časť diplomovej práce je venovaná charakterizácii metódy Cold Spray, popisu kompozitných materiálov a ich rozdeleniu s následným popisom mikroštruktúry spoločne s mechanickými a fyzikálnymi vlastnosťami vrstiev medi a železa. V rámci tejto práce boli skúmané vzorky v stave po depozícii a po tepelnom spracovaní pri 700 °C počas 1 hodiny. Mechanické vlastnosti boli vyhodnocované pomocou skúšky trojbodovým ohybom v kombinácii s metódou digitálnej obrazovej korelácie. Mikroštruktúra bola analyzovaná pomocou svetelnej, elektrónovej mikroskopie a difrakcie spätne rozptýlených elektrónov. Výsledky preukázali zníženie mikrotvrdości vrstiev Fe a Cu v dôsledku rekryštalizačného žihania. Zároveň bolo pozorované výrazné zlepšenie integrity rozhrania medzi splotmi vďaka difúznemu spojeniu a rastu zrn cez toto rozhranie, čo sa prejavilo nárastom ohybovej pevnosti.

Kľúčové slová: Cold Spray, mikroštruktúra, mechanické vlastnosti, rekryštalizačné žihanie, viacvrstvené lamináty

ABSTRACT

The thesis deals with the detailed characterization of mechanical and microstructural properties of multi-layered copper-iron laminates formed by the Cold Spray method. The theoretical part of the thesis is devoted to the characterization of the Cold Spray method, the description of the composite materials and their division followed by a description of the microstructure together with mechanical and physical properties of the copper and iron layers. This work investigated samples in the post-deposition state and after heat treatment at 700 °C for 1 hour. Mechanical properties were evaluated using a three-point bending test in combination with the digital image correlation method. The microstructure was analysed by light, electron microscopy and backscattered electron diffraction. The results showed a decrease in the microhardness of the Fe and Cu layers due to recrystallization annealing. At the same time, a significant improvement in the integrity of the interface between the particles was observed due to diffusion bonding and grain growth across this interface, which resulted in an increase in flexural strength.

Key words: Cold Spray, microstructure, mechanical properties, recrystallization annealing, multilayered laminates

BIBLIOGRAFICKÁ CITÁCIA

DLÁBIKOVÁ, Magdaléna. *Mechanické vlastnosti vrstvených laminátů z Cu a Fe vytvořených metodou Cold Spray*. Online, diplomová práce. Lukáš ŘEHOŘEK (vedoucí práce). Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2025. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/165996>. [cit. 2025-03-22].

PREHLÁSENIE

Prehlasujem, že som diplomovú prácu na tému **Mechanické vlastnosti vrstvených laminátů z Cu a Fe vytvorených metódou Cold Spray Ústavu materiálových vied a inžénýrství** vypracovala samostatne, na základe poznatkov, ktoré som získala počas svojho štúdia s použitím uvedenej literatúry a na základe konzultácií s vedúcim diplomovej práce.

.....
Dátum

Meno a priezvisko

POĎAKOVANIE

Ďakujem vedúcemu diplomovej práce, Ing. Lukášovi Řehořkovi, Ph.D., za poskytnuté rady, cenné pripomienky, ústretovosť a trpezlivosť pri vypracovávaní diplomovej práce. Moja vďaka rovnako patrí kolektívu na Ústavu materiálových vied a inžénýrství Fakulty strojního inžénýrství Vysokého učení technického a Ústavu fyziky materiálov České akademie věd.

OBSAH

ÚVOD.....	11
TEORETICKÁ ČASŤ	12
1 Cold Spray	12
1.1 História	12
1.2 Rozdelenie CS systému	13
1.3 Konštrukcia CS zariadení a pracoviškov.....	15
1.4 CS prášky.....	16
1.5 Substrát	18
1.6 Vznik splatov a mechanizmy vytvárania väzby	18
1.7 Účinnosť depozície (DE).....	21
1.8 Optimalizácia parametrov CS nástreku	25
1.9 Hnacie plyny	25
1.10 Charakteristika a vlastnosti CS povlakov	26
1.10.1 Mikroštruktúra a morfológia	26
1.10.2 Mechanické a fyzikálne vlastnosti.....	28
1.11 Výhody a nevýhody CS technológie	31
2 Kompozitné materiály	33
2.1 Kompozitné materiály vystužené časticami	34
2.2 Kompozitné materiály vystužené vláknami	34
2.2.1 Dispergovaná fáza	35
2.2.2 Matrica.....	35
2.3 Štruktúrne kompozitné materiály	36
2.3.1 Sendvičové kompozitné materiály	36
2.3.2 Laminátové kompozitné materiály	37
2.4 Vrstvené lamináty Cu a Fe	37
2.4.1 CS povlak na báze Cu.....	42
2.4.2 CS povlak na báze Fe	45
2.5 Skúška trojbodovým ohybom kompozitných materiálov	49
2.6 Delaminácia	50
2.7 Teórie vrstvených laminátov	51
2.7.1 Klasická teória vrstvených laminátov.....	52
2.7.2 Ďalšie teórie vrstvených laminátov	53
EXPERIMENTÁLNA ČASŤ	55
3 Návrh a realizácia experimentov	55
3.1 Experimentálny materiál.....	55
3.1.1 Substrát	55
3.1.2 Práškový materiál	55
3.2 Parametre CS nástreku.....	58
3.3 Vzorky po CS nástreku.....	59

3.4	Označovanie vzoriek.....	60
3.5	Skúška trojbodovým ohybom	61
3.6	Digitálna obrazová korelácia (DIC).....	62
3.7	Tepelné spracovanie.....	65
3.8	Metalografická príprava vzoriek	65
3.9	Svetelná mikroskopia.....	66
3.10	Skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM)	66
3.11	Pórovitosť.....	66
3.12	Tvrdosť.....	66
3.13	Diferenciálna skenovacia kalorimetria (DSC)	66
4	Zhodnotenie dosiahnutých experimentálnych výsledkov	68
4.1	Svetelná mikroskopia.....	68
4.2	Pórovitosť.....	76
4.3	Skúška trojbodovým ohybom	77
4.4	Digitálna obrazová korelácia (DIC).....	80
4.5	Skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM)	82
4.6	Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD).....	85
4.7	Tvrdosť.....	88
4.8	Diferenciálna skenovacia kalorimetria (DSC)	90
	DISKUSIA.....	92
	ZÁVER	95
	ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV	96
	PRÍLOHY	106

ÚVOD

Cold Spray (CS) (studená kinetická depozícia) je proces, pri ktorom je substrát vystavený prúdu plynu s vysokou rýchlosťou (300 – 1200 m/s), pričom jemné častice s veľkosťou 5 – 40 μm sú týmto prúdom urýchľované a nanášané na jeho povrch [1]. Jedná sa o relatívne novodobú metódu vytvárania tenkých vrstiev, ktorej využitie je značne zamerané na ochranu a opravy súčiastok z rôznych priemyselných odvetví [2]. Technológia CS sa aplikuje v rámci letectva, automobilového priemyslu, energetiky, ale aj v námorníctve a pri výrobe skla a keramiky [2] [3] [4]. CS povlak bol prvýkrát úspešne nanosený v roku 1980 vedcami z Inštitútu teoretickej a aplikovanej mechaniky Ruskej akadémie vied v Novosibirsku. Experiment spočíval v nadeponovaní kovového prášku na substrát urýchlením častíc prášku na supersonickú rýchlosť vo veternom tuneli [1]. Prvé patenty na funkčné modely CS technológie (a zariadení) boli vydané v 90. rokoch minulého storočia [5]. Odvtedy prešiel CS niekoľkými vývojovými štádiami, počnúc základnou koncepciou až k optimalizácii procesu z hľadiska efektívnosti, spoľahlivosti a nákladov [2].

CS je technológia zaradovaná do skupiny termálnych nástrekov [2]. Príkladom tradičných termálnych nástrekov je HVOF (z angl. „vysokorýchlostný kyslíkový nástrek“) [6]. Na rozdiel od tradičných termálnych nástrekov je CS technológia význačná tým, že nedochádza k čiastočnému nataveniu, prípadne roztaveniu vstupného materiálu, najčastejšie vo forme prášku. Nanosené častice prášku v tuhom stave sú po náraze na substrát plasticky zdeformované a dochádza k vytváraniu kombinácie metalurgickej a mechanickej väzby s okolitým materiálom. Následkom tohto javu je vznik povlaku, prípadne samostatného 3D objektu (aditívna výroba). Podmienkou pre depozíciu prášku na substrát je dosiahnutie kritickej rýchlosti častíc [7].

Rovnako ako všetky technológie a technické procesy, tak aj CS metóda ponúka mnohé výhody, ale aj nevýhody. V porovnaní s termálnymi nástrekmi nedochádza v prípade CS nástreku k rastu zŕn, chemickým reakciám, tvorbe prasklín, vyparovaniu, tvorbe tepelných zvyškových napätí, tepelnému zmršťovaniu, fázovým premenám a tvorbe oxidov [1]. Vďaka použitiu relatívne nízkych teplôt hnacieho plynu je technológia CS z hľadiska prevádzky bezpečnejšia, najmä pokiaľ sa jedná o tepelné žiarenie a vznik kovových výparov. Ďalšou výhodou je možnosť striekania CS vrstiev na substráty s hrúbkou menej ako 1 mm a vytváranie multi-vrstevných nástrekov [8].

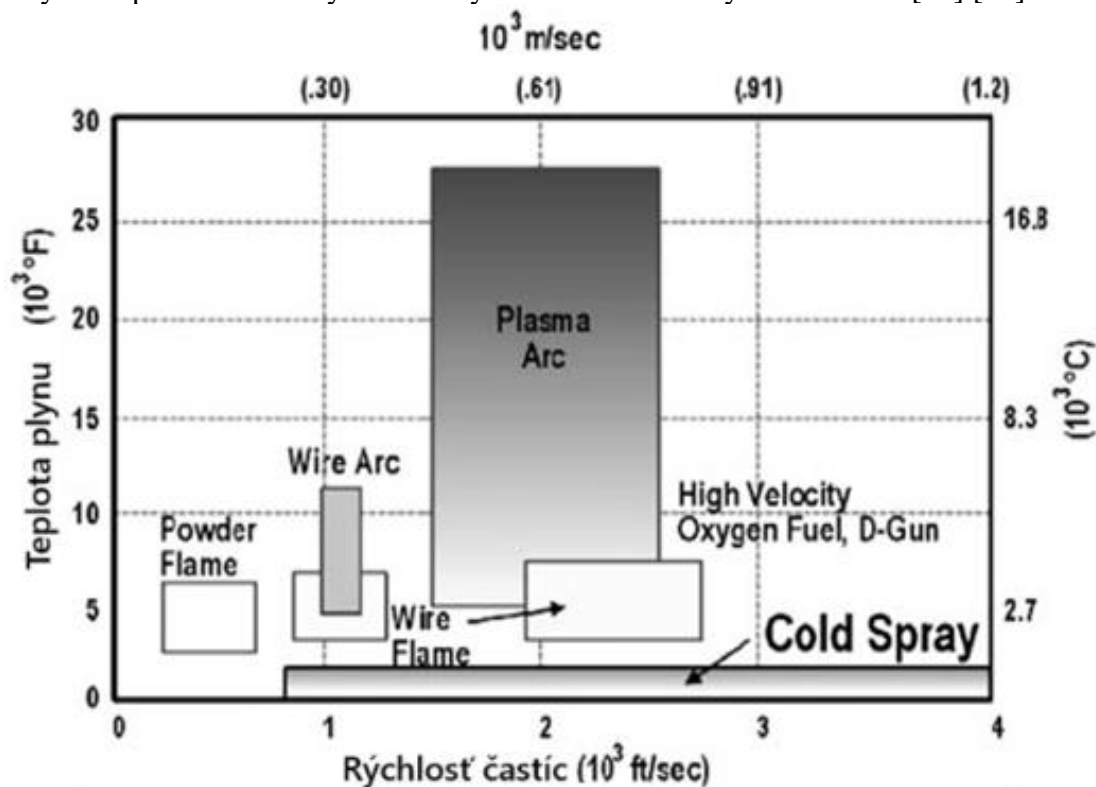
Široké spektrum použitia Cu–Fe kompozitov súvisí s komplexnou kombináciou vynikajúcich fyzikálnych a mechanických vlastností, napr. veľmi dobrá tepelná a elektrická vodivosť či vysoká odolnosť proti opotrebovaniu a korózii. Mechanické vlastnosti je možné regulovať tepelným spracovaním. V súčasnosti je preskúvaných niekoľko možností, akým spôsobom laminátové kompozity na báze Cu-Fe vyrobiť. Veľa štúdií je orientovaných na technologické procesy ako sú vysokotlakové krútenie (z angl. „high-pressure torsion“), prášková metalurgia (z angl. „powder metallurgy“) či akumulatívne spájanie valcovaním (z angl. „accumulative roll bonding“). Iba niekoľko štúdií sa zaoberá tvorbou laminátových kompozitov Fe-Cu pomocou technológie CS [9].

Cieľom diplomovej práce je príprava a optimalizácia laminátových vzoriek z medi (Cu) a železa (Fe) metódou CS, charakterizácia mechanických vlastností laminátov pomocou trojbodového ohybu, meranie mikrotvrdoosti jednotlivých vrstiev laminátov a ich mikroštruktúrna analýza.

TEORETICKÁ ČASŤ

1 Cold Spray

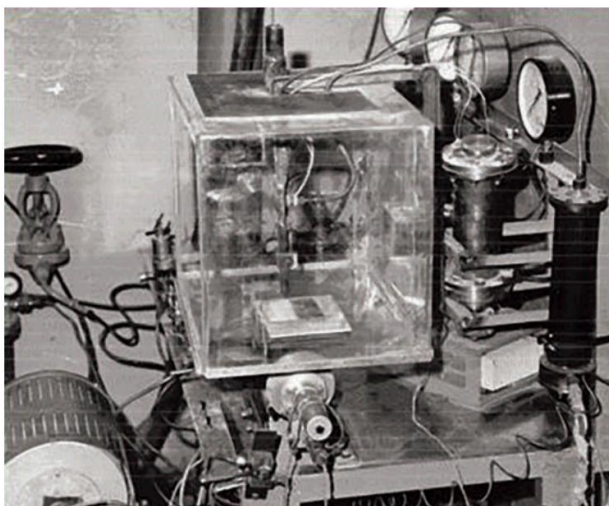
Cold Spray (CS) je metóda nanášania povlakov a povrchových vrstiev. CS je zaradovaný do skupiny termálnych nástrekov (obr. 1) [10]. Častice tuhého prášku sú urýchľované zvukovou rýchlosťou cez konvergentno-divergentnú trysku. K dopadu častíc tuhého prášku na základný materiál dochádza pri rýchlosti 300 až 1200 m/s. Geometria trysky a charakteristika práškov sú základom pre určenie konečnej rýchlosti a teploty rozprašovaných častíc. V priebehu procesu je teplota prúdiaceho plynu nižšia ako teplota tavenia častíc materiálu vo forme prášku. CS je teda definovaný ako metóda depozície častíc materiálu v tuhom stave a práve vďaka tomuto faktu vyniká spomedzi ostatných tradičných techník termálnych nástrekov [11] [12].



Obrázok 1 Schéma zobrazujúca porovnanie rozsahu teplôt hnacieho plynu a rýchlostí častíc používaných pri rôznych procesoch termálnych nástrekov, upravené a prevzaté z [11]

1.1 História

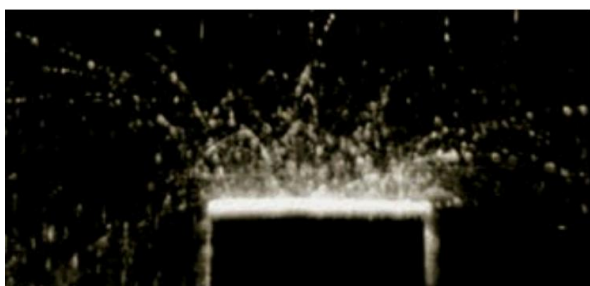
CS technológia bola prvýkrát vyvinutá na Ústave teoretickej a aplikovanej mechaniky Akadémie vied vtedajšieho Sovietskeho zväzu v Novosibirsku a v 80. rokoch 20. storočia bola zaradená do skupiny termálnych nástrekov. Táto technológia bola objavená náhodou, keď sa Alchimov a kol. pokúšali študovať dvojfázové nadzvukové prúdenie plynu okolo pevných modelov rôznych tvarov. Na vizualizáciu prúdenia plynu okolo rozličných predmetov boli do tunela umiestnené častice Cu, pričom ich pohyb a rýchlosť boli sledované na základe laserovej diagnostiky.



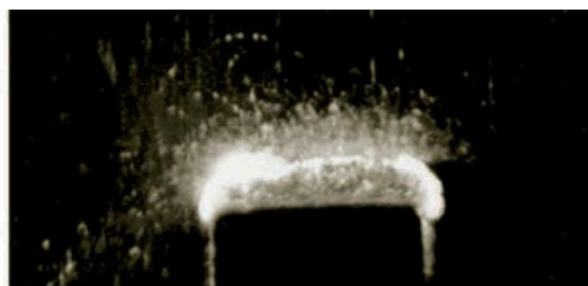
Obrázok 2 Ruský prototyp dynamického CS systému, prevzaté z [13]

Výskumníci spozorovali, že so zvýšenou rýchlosťou prúdenia hnacieho plynu došlo k dramatickej zmene v interakcii častíc s pevnými modelmi. Pri nižšej nárazovej rýchlosti častice obrusovali povrch modelov, odrážali sa a vytvárali na povrchu jamky a v niektorých prípadoch sa usadili priamo na povrchu (obr. 3a). Keď sa rýchlosť prúdenia častíc zvýšila za určitým bodom, ktorý sa nazýva kritická rýchlosť, častice sa začali prichytávať k povrchu modelu a nastala rýchla tvorba povlaku (obr. 3b). Na základe výsledkov experimentu si Alkhimov a kol. uvedomili, že táto technika by mohla nájsť svoje využitie pri príprave rôznych typov povlakov. Americký patent na CS proces bol vydaný v roku 1994 skupine vedcov na čele

s Anatolijom Alkhimovom, po ktorom nasledoval európsky patent v roku 1995 [13] [14] [15]. Ruský prototyp dynamického CS systému je zobrazený na obr. 2.



(a)

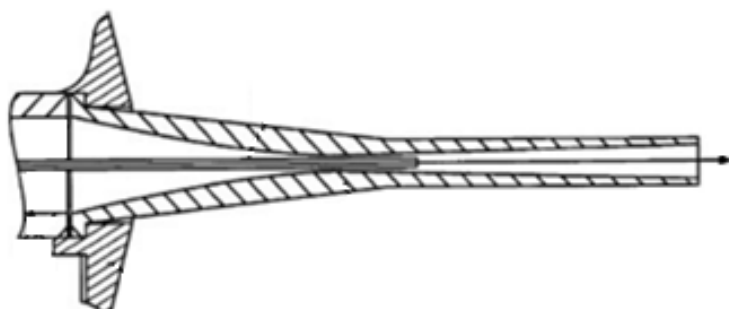


(b)

Obrázok 3 Na základe prvých ruských experimentov s využitím aerodynamického tunela bolo poukázané, že (a) pri rýchlosti dopadu 250 m/s unášané častice Cu sa odrazia a neprilnú na stenu tunela, ale (b) pri rýchlosti 900 m/s nastáva rýchla tvorba povlaku, prevzaté z [13]

1.2 Rozdelenie CS systému

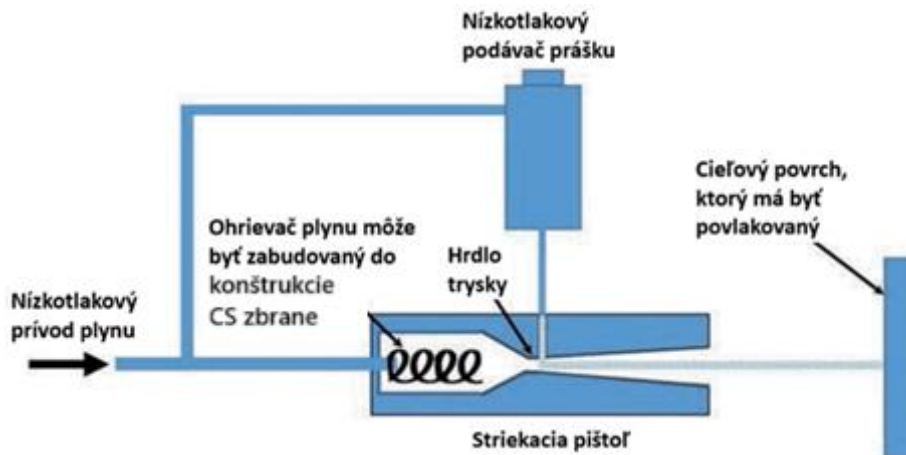
CS systém je možné rozdeliť do dvoch základných kategórií: vysokotlakové CS systémy (z angl. „high pressure cold sprays“, HPCS) a nízkotlakové CS systémy (z angl. „low pressure cold sprays“, LPCS). Medzi kľúčové odlišnosti systémov HPCS a LPCS možno zaradiť rozdielny tlak (HPCS 25-30 barov a LPCS 5-10 barov) a rozličný prístup v rámci vstrekovania prášku (HPCS využíva radiálne vstrekovanie prášku, zatiaľ čo fungovanie systému LPCS



Obrázok 4 Schematické znázornenie Lavalovej dýzy, upravené a prevzaté z [18]

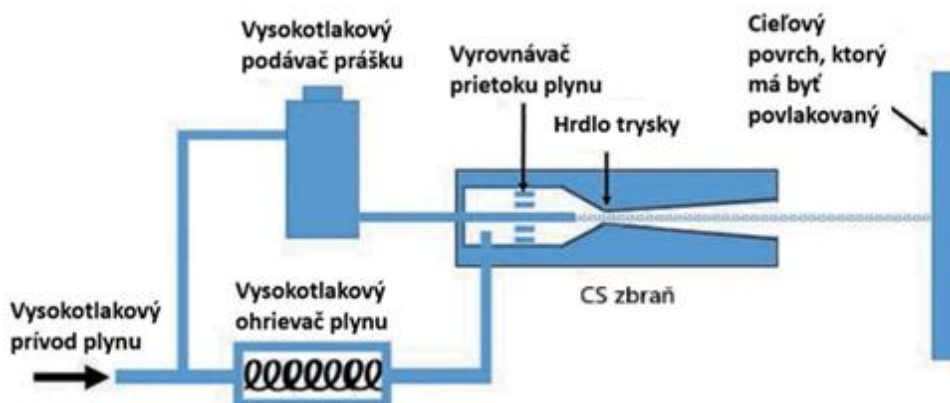
spočíva v axiálnom vstrekaní prášku) [16] [17]. Zásluhou Heinricha a kol. bola patentovaná modifikovaná Lavalova dýza, vďaka ktorej je umožnené axiálne vstrekovanie častíc prášku do expanznej časti dýzy (obr. 4) [18].

LPCS CS systémy – V prípade LPCS dochádza k zrýchľovaniu hnacieho plynu pri relatívne nízkom tlaku (5-10 barov) v plynovom ohrievači, aby sa zabezpečila optimalizácia aerodynamických vlastností plynu. Následne dochádza k expanzii plynu cez Lavalovu dýzu. Na divergentnej strane dýzy je ohriaty plyn urýchľovaný na rýchlosť v rozsahu 300-600 m/s. Častice tuhého prášku sú zavádzané radiálne po prúde plynu od hrdla dýzy a zrýchľované smerom k substrátu (obr. 5). Následne sú častice nasávané z podávача prášku pomocou Venturiho efektu, pričom statický tlak v tryske je udržiavaný pod hodnotou atmosférického tlaku. V prípade LPCS sa ako hnací plyn najčastejšie používa dusík, ktorý je predhriaty na teplotu až 550 °C. LPCS CS systémy sú zvyčajne prenosné a kompaktných rozmerov [17].



Obrázok 5 LPCS CS systém, upravené a prevzaté z [13]

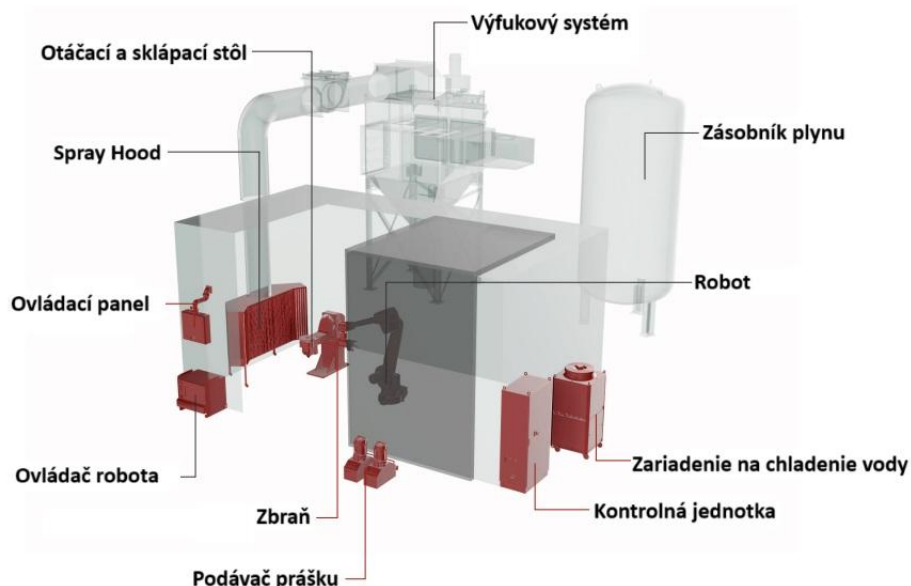
HPC CS systémy – V súlade s HPCS je hnacím plynom hélium, prípadne dusík. Plyn je vystavený pôsobeniu vysokého tlaku v rozmedzí 25-30 barov a predhriaty na teplotu až 1000 °C. Častice plynu následne prechádzajú cez konvergentno-divergentnú dýzu. Vo vnútri trysky dochádza k expanzii hnacieho plynu a jeho následnému urýchľovaniu vplyvom pôsobenia kinetickej energie na nadzvukovú rýchlosť (1200 m/s) za znižovania jeho teploty. Častice prášku sú zmiešavané s hnacím plynom v tzv. „pred-komorovej“ oblasti a následne sú axiálne privádzané do konvergentnej časti dýzy za vyššieho tlaku v porovnaní s hnacím plynom tak, aby bolo možné zabrániť spätnému toku nosného plynu do podávача prášku (obr. 6). Dochádza k nárazu urýchlených častíc prášku na substrát s dostatočnou kinetickou energiou za vzniku pevného spoja (adhézia) medzi substrátom a novovytvorenou vrstvou. V prípade HPCS sa využívajú práškové častice s vyššou hustotou v porovnaní s LPCS. Tieto systémy sú stacionárne [17].



Obrázok 6 HPCS CS systém, upravené a prevzaté z [13]

1.3 Konštrukcia CS zariadení a pracovísk

CS výrobné zariadenia môžu byť navrhnuté na použitie ako samostatné výrobné jednotky alebo na integráciu v rámci výrobných liniek. Súčasťou CS pracovísk sú otáčací a sklápací stôl, ovládací panel, zariadenie a systém na ovládanie samotného robotického ramena, CS zbraň, podávač prášku, kontrolná jednotka, zariadenie na chladenie vody, robotické rameno, zásobník plynu a výfukový systém [19]. Na obr. 7 je zobrazená schéma CS pracoviska od firmy Impact Innovations GmbH.



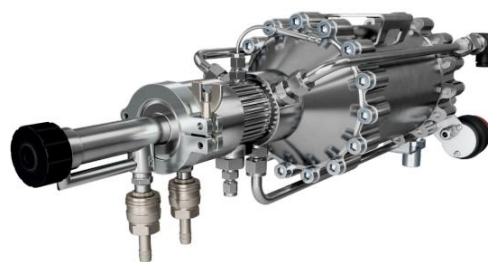
Obrázok 7 Schéma CS pracoviska, upravené a prevzaté z [19]

Procesný plyn – predovšetkým dusík alebo hélium – je zavádzaný do CS zbrane (z angl. „gun“) pod tlakom 50 barov. Tento plyn je následne ohrievaný v kryte zbrane tak, aby dosiahol maximálnu teplotu 1100 °C. Následne ohriaty a vysoko stlačený plyn expanduje cez konvergentno-divergentnú dýzu. Procesný plyn je vďaka expanzii poháňaný, aby dosiahol nadzvukové rýchlosti a súčasne je ochladzovaný na teplotu pod 100 °C. V rámci konvergentnej časti dýzy sa pomocou jednotky na privádzanie prášku a nosného plynu zavádzajú rozprašovacie prášky, ktoré sú v rámci primárneho prúdu plynu poháňané, až pokým nedosiahnu rýchlosť približne 1200 m/s. Pri dopade na povrch súčiastky dochádza k deformácii a prilnutiu častíc, čím sa vytvorí pevný povlak s minimálnou oxidáciou [20].

Na obr. 8 – 9 sú zobrazené dva typy zbraní od výrobcu Impact Innovations GmbH.



Obrázok 8 Impact Cold Spray Gun 5/8 EvoCSII, prevzaté z [21]



Obrázok 9 Impact Gun 5/11, prevzaté z [19]

Na obr. 10 a 11 sú zobrazené zariadenia na podávanie a prášku a chladenie vody od spoločnosti Impact Innovations GmbH.

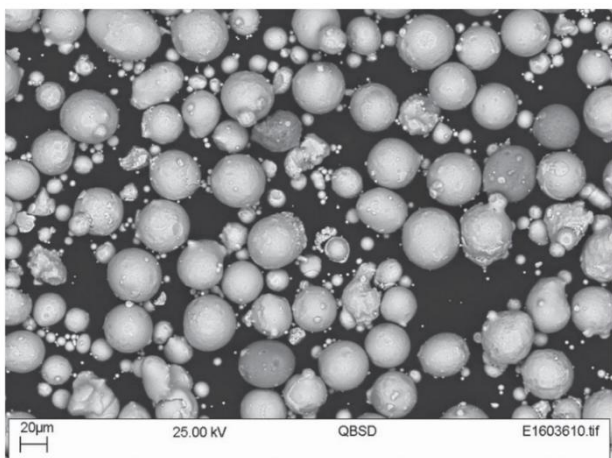


Obrázok 10 Podávač prášku, prevzaté z [19]



Obrázok 11 Zariadenie na chladenie vody, prevzaté z [19]

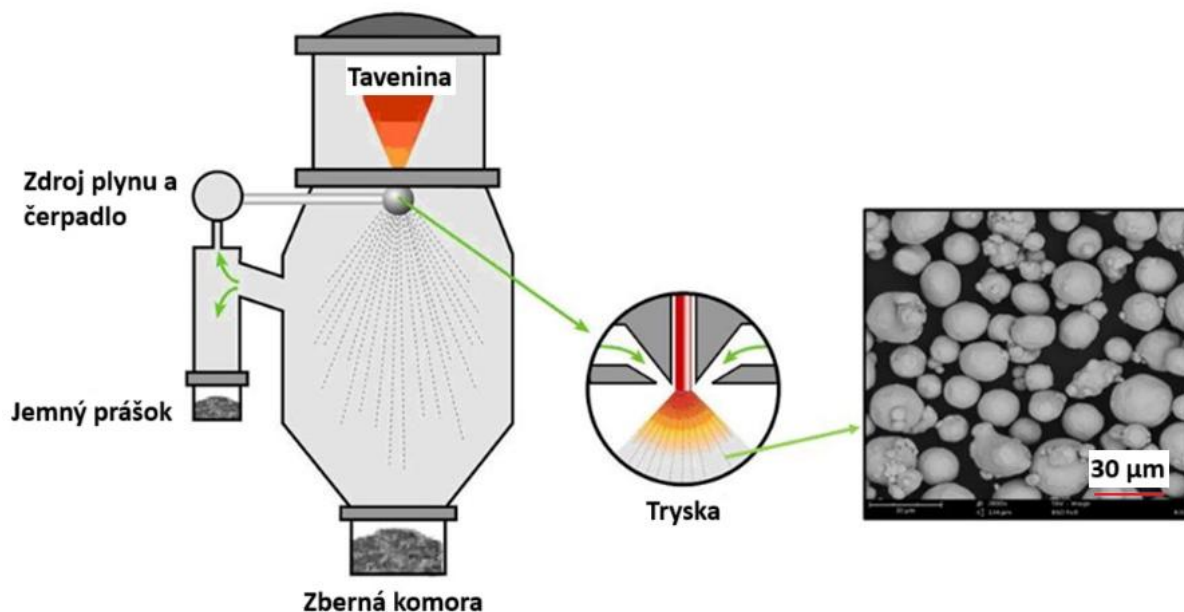
1.4 CS prášky



Obrázok 12 Snímka zo SEM vyhotovená použitím späť odrazených elektrónov (BSE) atomizovaného prášku Inconel 625, prevzaté z [22]

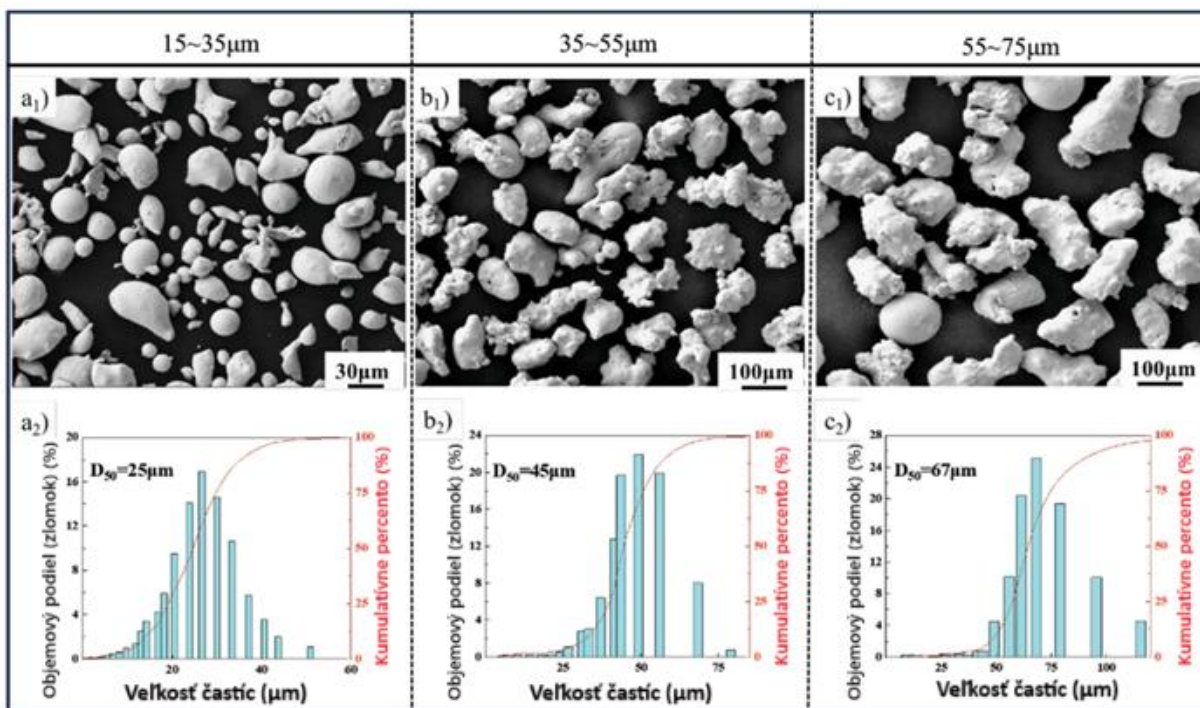
Prášky používané pre CS sú zvyčajne vyrábané procesom, ktorý sa nazýva atomizácia prášku. Kvapky roztaveného kovu sú privádzané do rozprašovacej veže, pričom dochádza k ich vyfukovaniu prostredníctvom prúdu inertného plynu. Kvapky taveniny sú rozštiepené na menšie kvapky, ktoré pri páde z veže rýchlo tuhnú. Procesom plynovej atomizácie je možné vyprodukovať sférický prášok s minimálnym množstvom nečistôt. Častice sú preosievané a roztriedené podľa veľkosti, ako je znázornené na obr. 13. Obr. 12 zachytáva morfológiu častíc CS prášku Inconel 625 [22].

Okrem atomizácie prášku (plynom) sú známe aj ďalšie technológie pre výrobu prášku pre CS, napríklad plazmová atomizácia či mechanické mletie. Avšak tieto metódy sú pre priemyselné aplikácie častokrát nevyužiteľné z dôvodu vysokej ceny či produkovania nepravidelných a v plyne nedostatočne prúdiacich častíc [22].

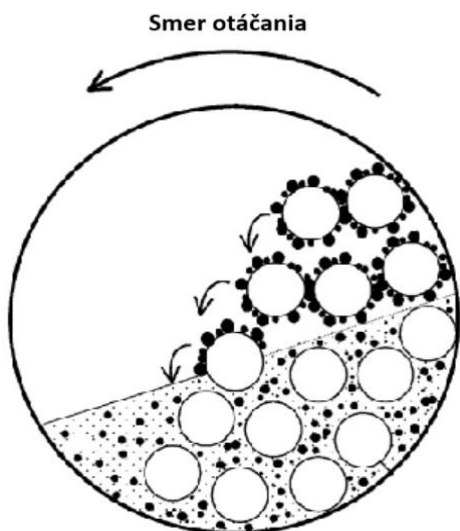


Obrázok 13 Výroba Cu prášku pre CS procesom atomizácie plynu, upravené a prevzaté z [23]

Technológia atomizácie CS prášku plynom predstavuje adekvátnu rovnováhu medzi výrobou prášku s časticami pravidelného guľovitého tvaru a nízkymi nákladmi na prevádzkovanie procesu. Výsledný prášok je jemný s úzkou distribúciou veľkosti častíc, zvyčajne v rozsahu $-25 +5 \mu\text{m}$ a $-45 +15 \mu\text{m}$, obr. 14. So zužujúcou sa distribúciou veľkosti častíc sa cena prášku zvyšuje. Presnou a rozšírenou metódou na meranie distribúcie veľkosti častíc prášku je laserová difrakcia [22].



Obrázok 14 Morfológia a distribúcia veľkosti častíc 3 druhov Ni práškov: (a₁, a₂) 15-35 μm , (b₁, b₂) 35-55 μm , (c₁, c₂) 55-75 μm , upravené a prevzaté z [24]



Obrázok 15 Systém guľového mletia používaný na výrobu CS práškov, upravené a prevzaté z [130]

Predmetom skúmania vlastností častíc prášku sú najmä fyzikálne, chemické a mechanické vlastnosti. Medzi fyzikálne vlastnosti možno zahrnúť morfológiu, hustotu, tepelné vlastnosti, elektrickú vodivosť, veľkosť častíc a zrnitosť či kryštalovú štruktúru. Študovanými chemickými vlastnosťami CS práškov je najmä korózna odolnosť [25]. Fyzikálne a chemické vlastnosti prášku sú skúmané pred samotným nanášaním, pretože ovplyvňujú priľnavosť a vlastnosti výsledného povlaku. V dôsledku nízkych teplôt je vplyv na chémiu prášku počas striekania minimálny. Na druhej strane mechanické vlastnosti ako napríklad tvrdosť sa môžu po aplikácii nástreku podstatne zvýšiť z dôvodu zmeny veľkosti zrn prášku a deformačného vytvrdzovania [26]. Tvrdosť častíc práškov závisí aj od procesu ich výroby - guľovým mletím (obr. 15) možno zhotoviť prášok s neschémickými a nepravidelnými časticami s dodatočným miernym účinkom deformačného vytvrdzovania [25].

Častice prášku môžu nadobudnúť rozličnú morfológiu, väčšinou sa jedná o guľovité, prípadne hranatý tvar. V niektorých prípadoch dochádza k spájaniu menších častíc do väčších celkov a vytváraní takzvaných satelitov. Na hodnotenie tvaru častíc sa používa predovšetkým skenovací elektrónová mikroskopia [25].

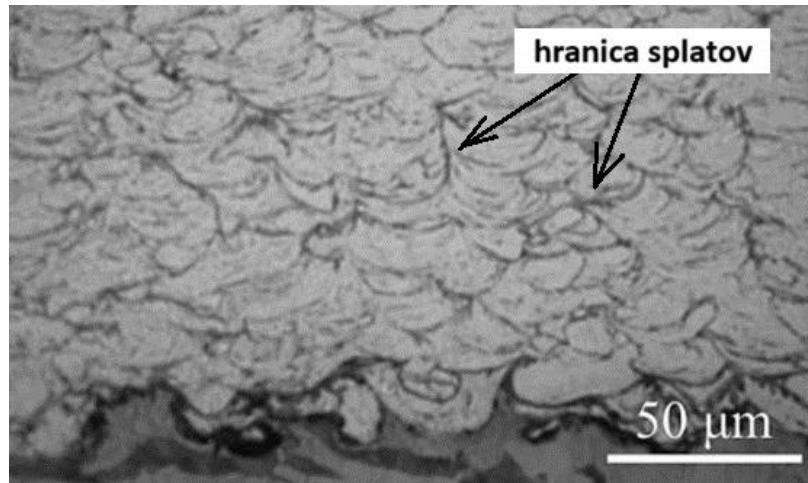
Sférická morfológia častíc je preferovaná z dôvodu dostatočnej schopnosti rozprašovania prášku či zdanlivej hustote. Častice musia byť bez nečistôt, ako je napríklad kyslík, aby bolo možné vytvoriť dostatočne pevný spoj. Na určenie fázového zloženia práškov sa využíva röntgenová difrakcia (XRD), zatiaľ čo chemické zloženie možno analyzovať pomocou röntgenovej spektroskopie [25].

1.5 Substrát

Pri nanášaní prášku metódou CS musí mať substrát dostatočnú tvrdosť v porovnaní s časticami prášku, aby umožnil ich plastickú deformáciu a vytvorenie kvalitnej adhéznej väzby. Ak je substrát príliš mäkký (napríklad polyetylén), častice do neho síce preniknú, ale vytvoria len „kráter“ bez vytvorenia adhézných splatov. Naopak, pri veľmi krehkých materiáloch, ako je uhlík, môže dôjsť k delaminácii alebo erózií povrchu v dôsledku nárazu častíc [27][28].

1.6 Vznik splatov a mechanizmy vytvárania väzby

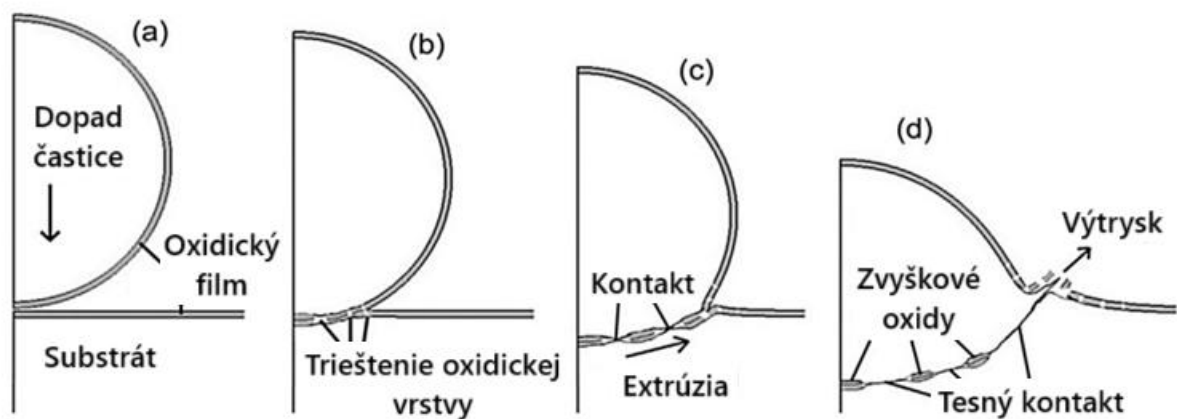
Tvorba vrstiev CS nástreku v prvom rade zahŕňa adhéziu urýchlených častíc prášku na povrchu substrátu s následným rastom hrúbky vrstvy nástreku. Hlavnou štruktúrnou jednotkou vrstvy je urýchlená a po dopade na povrch substrátu deformovaná častica, ktorú možno nazvať splat (obr. 16).



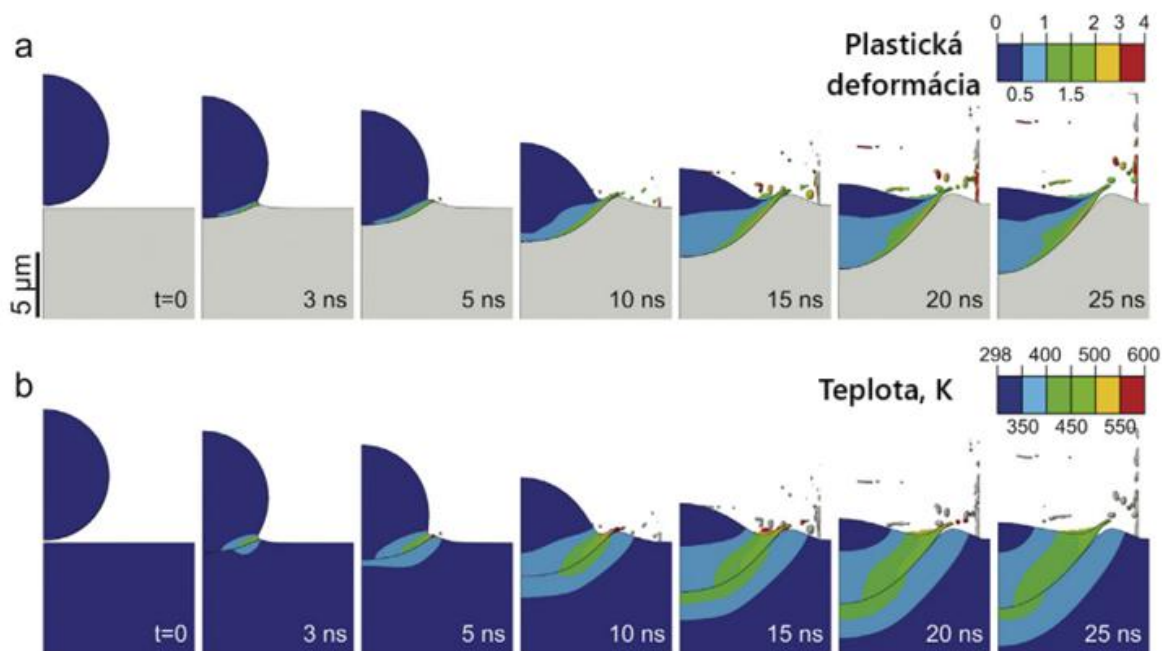
Obrázok 16 Snímka zo svetelného mikroskopu – pričný rez povlakom na báze Cu striekanom na ocelový substrát s použitím HPCS CS systému, upravené a prevzaté z [2]

Pri depozícii nových vrstiev CS procesom sú rozoznávané dva základné typy väzieb: metalurgická (chemická) a mechanická (fyzikálna) [2] [29].

Na skúmanie vzniku splatov a mechanizmov tvorby väzby medzi časticami a substrátom (adhézia) a časticami navzájom (kohézia) bolo prevedené veľké množstvo numerických simulácií a experimentov. Výskum Assadi a kol. [30] bol zameraný na štúdium mechanizmu tvorby väzby, ktorý je spojený s adiabatickou strihovou nestabilitou. Na rozhraní častica – substrát dochádza počas CS striekania k výraznej lokalizovanej deformácii (tvorbe tzv. výtrysku – anglicky „jet“), pri ktorej sa narúša tenký oxidový povrchový film, čo umožňuje vytvorenie silnej väzby medzi časticou a substrátom (obr. 17). Tento jav je predmetom simulácií metódy konečných prvkov (FEM, z angl. „finite element method“) (obr. 18). Na vytvorenie väzby častica – substrát je nutné, aby pri zrážke došlo k pôsobeniu dostatočne vysokých tlakových napätí. Týmto spôsobom je uľahčovaná tvorba metalurgických väzieb [30] [31].

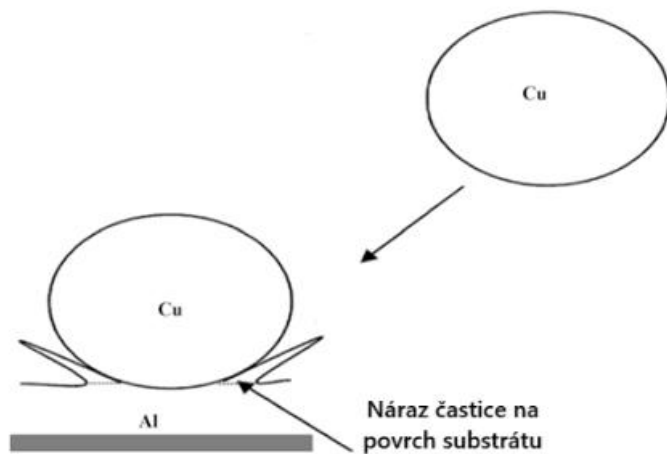


Obrázok 17 Schematický popis dopadu CS častíc na povrch substrátu s následným triešením povrchových oxidových filmov a tvorbou výtryskov, upravené a prevzaté z [32]



Obrázok 18 Simulácia FEM dopadu Cu častice na Cu substrát popisujúca a) vývoj plastickej deformácie častice v čase, b) vývoj teploty pri dopade a následnej deformácie častice v čase, upravené a prevzaté z [31]

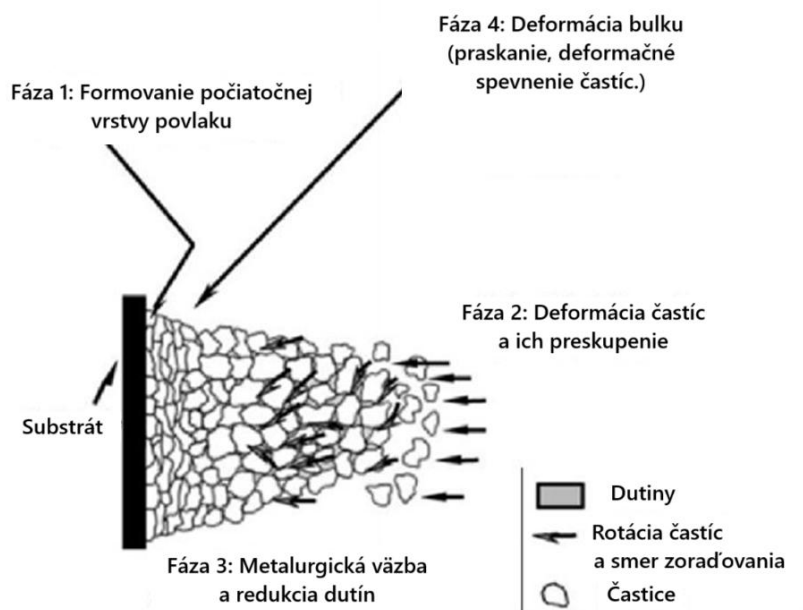
Ďalší výskum orientovaný na vytváranie väzieb bol riadený Hussainom a kol [33]. Jedná sa o popis tzv. mechanical interlocking. Pri dopade častíc Cu prášku na hliníkový substrát došlo k vytvoreniu tzv. pier (z angl. „lips“), čo spôsobilo „obalenie“ a upevnenie častíc Cu na hliníkovom substráte (adhézna pevnosť). Týmto spôsobom sa vytvorilo mechanické spojenie medzi dopadajúcimi časticami a substrátom (obr. 19) .



Obrázok 19 Popis vytvorenia výtrysku pri dopade Cu častice na Al substrát, upravené a prevzaté z [33]

Prášok môže v priebehu CS striekania tvoriť pri kontakte so substrátom povlak s vysokou adhéznou pevnosťou. Van Steenkiste [34] popísal štyri základné štádiá formovania CS povlaku (obr. 20). V priebehu prvého štádia je povrch substrátu vystavený dopadu častíc prášku za vytvorenia počiatkovej vrstvy povlaku. Podstatné je dodržať vhodné podmienky na utvorenie základnej vrstvy (vlastnosti častíc, drsnosť a tvrdosť substrátu) [35]. V druhej fáze nastáva deformácia a vhodné natáčanie dopadajúcich častíc na už vzniknutú monovrstvu. V priebehu tretej fázy sú v rastúcom počte utvárané metalurgické väzby medzi časticami navzájom a dochádza k vzniku povlaku s vysokou tvrdosťou a hrúbkou. V poslednej fáze sa hrúbka

povlaku zväčšuje, pričom dochádza ku konštantnému vnášaniu tlakových napätí čo vyvoláva ďalšiu plastickú deformáciu a následne deformačné spevnenie. Pri určitej rýchlosti dopadu častíc môžu niektoré zo štádií prebiehať súčasne [34].



Obrázok 20 Štádiá vytvárania vrstiev CS procesom, upravené a prevzaté z [36]

1.7 Účinnosť depozície (DE)

Jednou z najdôležitejších charakteristík procesu nanášania CS vrstiev je účinnosť depozície (DE, z angl. „deposition efficiency“). Je definovaná ako účinnosť nanášania prášku na povrch základného materiálu. Dosiagnúť 100% DE je z hľadiska zložitosti CS procesu takmer nemožné [35].

DE je možné stanoviť experimentálne ako [35]:

$$kd = \frac{\Delta ms}{M_p} \quad [35] \quad (1)$$

kde Δms je zmena hmotnosti substrátu [kg] a M_p predstavuje hmotnosť všetkých častíc interagujúcich so substrátom [kg] [35].

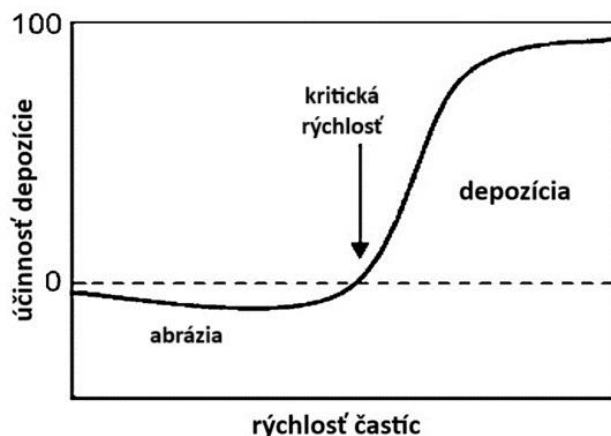
DE závisí na mnohých faktoroch, ako napríklad: doba oneskorenia procesu (z angl. „delay time“), uhol dopadu častíc na povrch substrátu, kritická rýchlosť a morfológia častíc prášku a charakteristiky povrchu substrátu (veľkosť kontaktnej plochy, hĺbka krátera, veľkosť plastickej deformácie, ale aj teplota a tlak na rozhraní) [35].

Vplyv kritickej rýchlosti častíc na DE

Jedným z kľúčových faktorov ovplyvňujúcich účinnosť depozície (DE) je kritická rýchlosť (v_c). Aktuálna rýchlosť častíc (v_p) rozhoduje o tom, či pri dopade dôjde k úspešnej depozícii alebo k odrazu či erózii substrátu. Kritická rýchlosť predstavuje minimálnu hodnotu, pri ktorej je ešte možné dosiahnuť DE častíc na substrát. Pod touto hodnotou je spojenie nepravdepodobné; nad ňou môže nastať poškodenie povrchu. [37]. Povlak je tvorený len časticami, ktoré dosiahnu

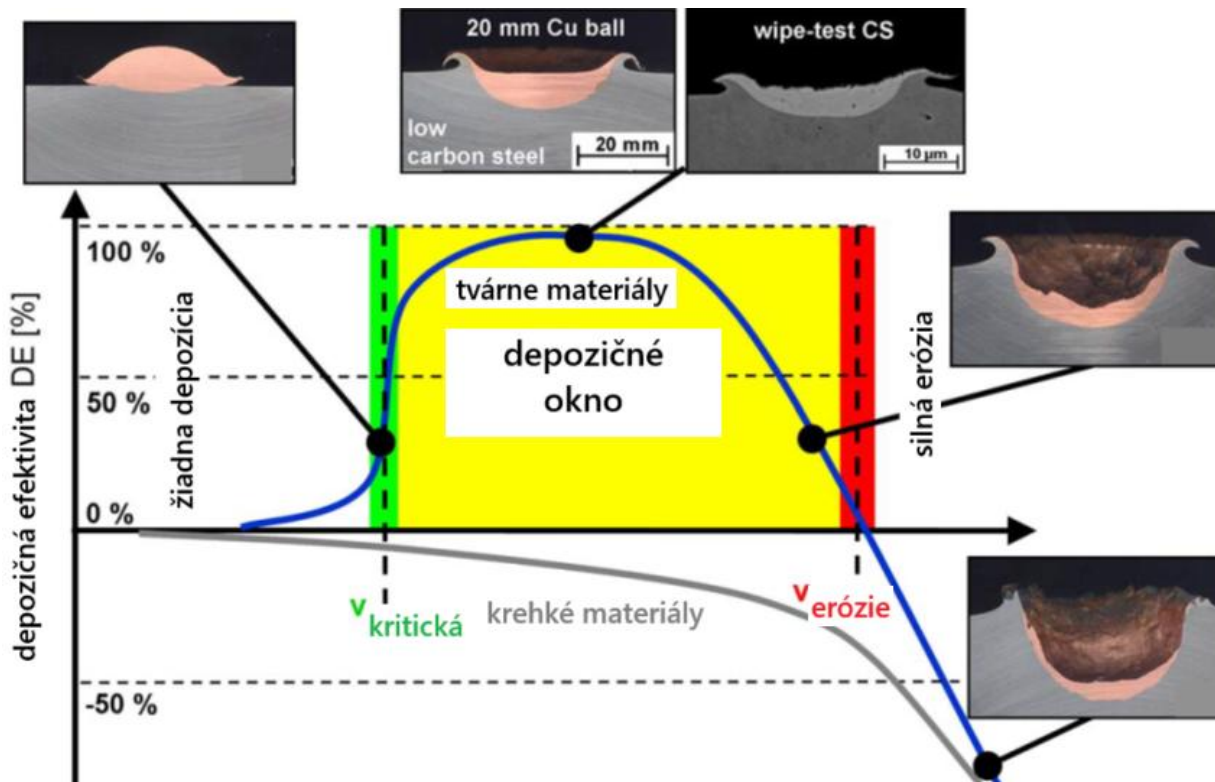
rýchlosť vyššiu ako je v_c . Z tohto dôvodu kritická rýchlosť a rýchlosť dopadu častíc určujú DE za konkrétnych podmienok nástreku [38].

CS prášky obsahujú častice, ktorých priemer sa navzájom líši. Medzi priemerom častíc a ich rýchlosťou dopadu existuje významná závislosť. Častice s najmenším priemerom dosiahnu najvyššiu rýchlosť dopadu a častice s najväčším priemerom vykazujú najnižšiu možnú rýchlosť. Vzťah popisujúci vplyv rýchlosti dopadu častíc na účinnosť depozície je zobrazený na obr. 21 [35]. Vplyv veľkosti častíc na DE je bližšie objasnený v rámci nasledovnej podkapitoly.



Obrázok 21 Vplyv rýchlosti častíc na účinnosť depozície, upravené a prevzaté z [35]

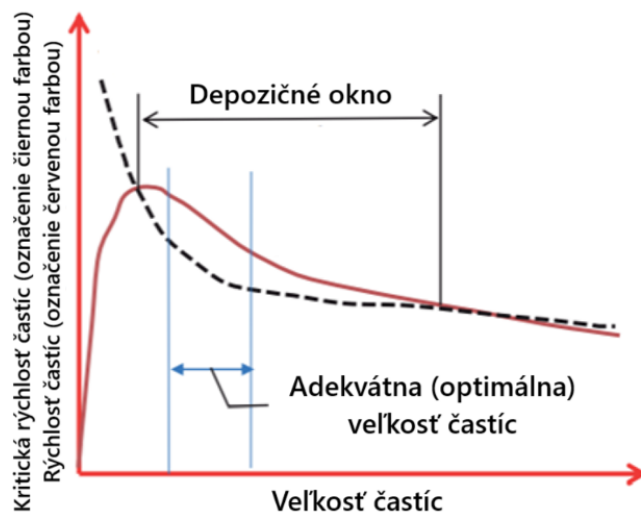
Obr. 22 schematicky popisuje DE ako funkciu rýchlosti dopadu častíc. V prípade materiálu s ideálnou ťažnosťou pri určitej rýchlosti dopadu častíc začne dochádzať k adhézii častíc prášku na substrát. Ďalší nárast rýchlosti dopadu častíc vedie k prudkému zvýšeniu DE na úroveň blízko 100%. Pri dosiahnutí 50% DE je možné definovať kritickú rýchlosť (zelená zvislá čiara). V oblasti, kde DE dosiahne úroveň saturácie (depozíčné okno) možno očakávať splnenie podmienok depozície vrstiev a vznik povlaku. Po dosiahnutí „hranice nasýtenia“ možno badať pokles DE s ďalším zvýšením rýchlosti častíc z dôvodu erózných účinkov v dôsledku hydrodynamickej penetrácie častíc do substrátu [39].



Obrázok 22 Schematické znázornenie vzťahu medzi rýchlosťou dopadu častíc a DE, upravené a prevzaté z [39]

Vplyv veľkosti častíc na DE

Na DE má zásadný vplyv veľkosť deponovaných CS častíc. Za účelom zvýšenia DE je adekvátne využiť CS prášok s optimálnou veľkosťou častíc, najvyššou možnou čistotou a čo najmenším rozptylom veľkosti častíc. Obr. 23 popisuje vplyv veľkosti častíc CS prášku na kritickú rýchlosť depozície [28] [2].



Obrázok 23 Schéma popisujúca vplyv veľkosti častíc CS prášku na ich rýchlosť a kritickú rýchlosť, upravené a prevzaté z [28]

Zo schémy vyplýva, že v prípade menších častíc sú dosahované vyššie rýchlosti a zároveň je nutné prekonať vyššie hodnoty kritickej rýchlosti. Menšie častice sú výraznejšie ovplyvňované rázovou vlnou, pričom krátko pred dopadom dochádza k ich výraznému spomaľovaniu [28] [40].

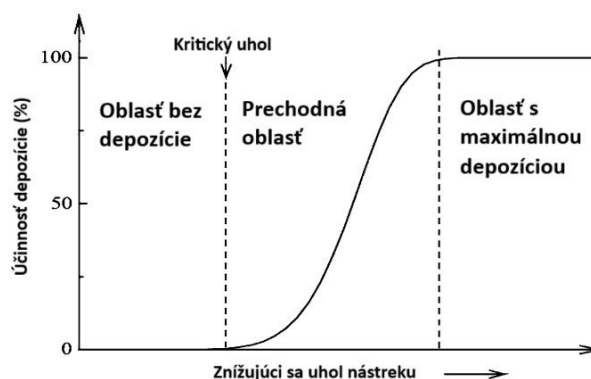
Vzťah popisujúci minimálny priemer častíc, pri ktorom dochádza k depozícii, je daný rovnicou [28] [40]:

$$d_{min} = \frac{36 \cdot \lambda}{c \cdot \rho \cdot v} \quad (2)$$

kde d_{min} predstavuje minimálny priemer častíc [m], λ je tepelná vodivosť CS častíc [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$], c popisuje mernú tepelnú kapacitu častíc [$J \cdot K^{-1} \cdot kg^{-1}$], ρ je hustota častíc [$kg \cdot m^{-3}$] a v predstavuje rýchlosť častíc [$m \cdot s^{-1}$].

Vplyv uhla dopadu častíc na DE

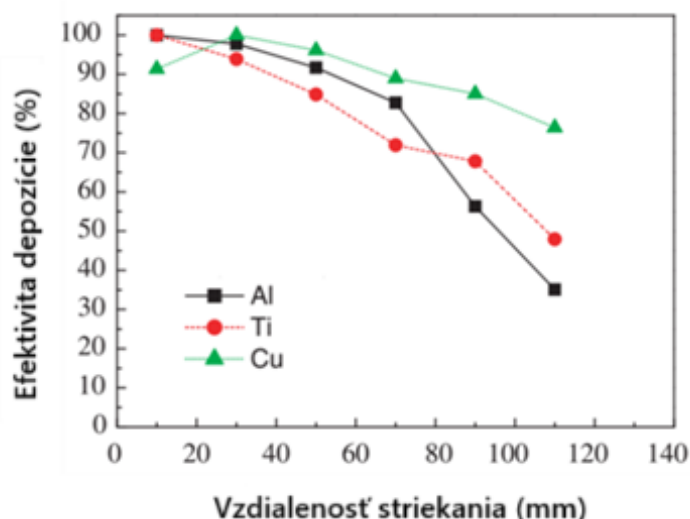
Vplyv uhla striekania môže ovplyvniť DE a následne vzniknutú hrúbku povlaku. Z obr. 24 možno stanoviť, že kritickým uhlom dopadu častíc na substrát (teda okamih, kedy dochádza k depozícii častíc prášku na substrát), je uhol 90° . So znižujúcim sa uhlom striekania dochádza k zvýšeniu DE až na úroveň 100%, pričom rozhodujúca je distribúcia rýchlosti častíc [41].



Obrázok 24 Vplyv zmeny uhla dopadu častíc na DE, upravené a prevzaté z [35]

Vplyv vzdialenosti trysky od substrátu na DE

Vzdialenosť dýzy CS zbrane od povrchu substrátu je definovaná ako dráha, ktorú prejdú častice po opustení hrdla zbrane do nárazu so substrátom. Vzdialenosť trysky od povrchu substrátu v prípade CS striekania spravidla nepresahuje 50 mm, čo je oveľa menšia vzdialenosť v porovnaní s ďalšími technikami termálnych nástrekov. V tomto prípade sa vzdialenosť pohybuje v rozmedzí 120 – 300 mm [42]. Na obr. 25 je znázornené, že so zvyšujúcou sa vzdialenosťou trysky od povrchu substrátu klesá DE bez ohľadu na charakter nanášaného prášku [43].



Obrázok 25 Vplyv vzdialenosti trysky od povrchu substrátu vzhľadom na DE, upravené a prevzaté z [43]

Vplyv teploty častíc a substrátu na DE

Ďalším dôležitým parametrom, ktorý ovplyvňuje DE je teplota častíc a substrátu. Teplota hnacieho plynu v predkomore stúpa, čím sa následne zvyšuje rýchlosť častíc a ich teplota spoločne s teplotou substrátu [35]. Li a kol. [44] skúmali vplyv zvýšenej teploty hnacieho plynu na účinnosť depozície. Bolo zistené, že pokiaľ bola teplota hnacieho plynu, v tomto prípade dvojatómového dusíka, nižšia ako 155 °C, depozícia Ti častíc na Al substrát neprebehla. Pri aplikácii dusíka s teplotou prevyšujúcou 215 °C bolo možné pozorovať rýchly nárast DE. Lima a kol. [45] nespozorovali žiadne zmeny v účinnosti depozície pri zvýšenej teplote nosného plynu (dusíka) v zbrani v rozmedzí 370 °C - 480 °C.

Vplyv stavu povrchu na DE

Zvýšenie drsnosti povrchu substrátu vedie k zvýšeniu DE častíc kovového prášku. Častice po dopade na povrch základného materiálu s vyššou drsnosťou sa lepšie plasticky deformujú v porovnaní s povrchom substrátu s nižšou drsnosťou [35].

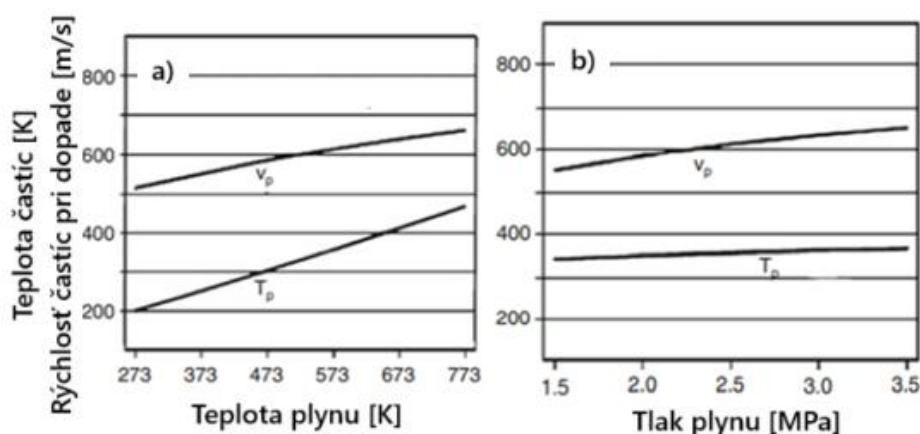
Na zlepšenie adhézie častíc sa pred CS nástrekom substrát bežne opracováva otryskávaním, prípadne pieskovaním. Substrát je počas doby oneskorenia (z angl. „delay time“) vystavený veľkému počtu nárazov cudzorodých častíc, predtým ako dôjde k samotnému nanášaniu vrstiev povlaku. Táto skutočnosť zohráva dôležitú úlohu pri príprave a aktivácii povrchu. Efekt vystavenia povrchu substrátu dopadom cudzorodých častíc tkvie v náhrade pieskovania. Významnou nevýhodou procesu pieskovania je vnášanie vysokých napätí na povrch substrátu či poškodzovanie povrchových vrstiev mäkkých materiálov [35] [46].

1.8 Optimalizácia parametrov CS nástreku

CS je v súčasnosti prudko sa vyvíjajúca metóda tvorby povlakov, ktorá nachádza svoje použitie pre rozličné priemyselné aplikácie. Celosvetovo prebieha veľa výskumov zameraných na optimalizáciu parametrov CS procesu s cieľom minimalizácie pórovitosti či defektov v povlakoch. Pri optimalizácii procesných parametrov sa kladie dôraz na parametre ako napríklad rýchlosť posuvu zbrane či vzdialenosť trysky od povrchu substrátu. Okrem iného je dôležité sledovať parametre samotného CS procesu ako napríklad teplota a tlak. Povlak vytvorený CS metódou aplikovaním optimalizovaných procesných parametrov dosahuje zlepšenú odolnosť proti opotrebovaniu s menším koeficientom trenia, zvýšenou tvrdosťou a odolnosťou proti korózii. Pre dosiahnutie uspokojivých výsledkov je v súčasnosti trendom využitie viacúrovňového optimalizačného procesu metódou Taguchi spoločne s metódou analýzy rozptylu (ANOVA) [47].

1.9 Hnacie plyny

V CS procese sa vysokotlakový hnací plyn využíva na urýchlenie častíc prášku, zatiaľ čo na pohyb prášku je využitý sekundárny prúd média, ktorý slúži na presun častíc z podávača prášku do Lavalovej dýzy. Zvyčajne sa ako hnací plyn používa vzduch, dusík, prípadne hélium. Je preukázateľné, že plyny s nižšou molekulovou hmotnosťou, ako napríklad hélium, sú prospešné, keďže dosahujú vyššiu rýchlosť s ohľadom na charakteristickú geometriu trysky. Avšak použitie hélia môže byť z ekonomického hľadiska nevýhodné, keďže cena je vysoká. V prípade niektorých aplikácií je možné použiť aj zmes hélia a dusíka. Dusík je dvojomolekulový plyn a jeho primiešanie k héliu zabezpečuje zvýšenie entalpie nosného plynu, čím dochádza k zlepšeniu prenosu tepla medzi sprejovanými časticami. V dôsledku vyššej molekulovej hmotnosti plynnej zmesi dochádza k znižovaniu rýchlosti plynu, čo môže viesť k redukcii tvrdosti a hustoty vytvoreného povlaku [48]. Zvýšením tlaku a teploty hnacieho plynu je možné zvýšiť rýchlosť častíc (obr. 26) [40].



Obrázok 26 Vplyv tlaku a teploty hnacieho plynu (dusík) na teplotu a rýchlosť Cu častíc; a) tlak plynu 2,5 MPa; b) teplota plynu 573 K, upravené a prevzaté z [40]

Menší účinok na zvýšenie rýchlosti plynu a následne aj častíc má pokles externého (vonkajšieho) tlaku, čo popisuje nasledovná rovnica [49]:

$$v = \sqrt{\frac{2 \cdot \kappa}{\kappa - 1} \cdot \frac{R \cdot T}{M} \cdot \left[1 - \left(\frac{p_e}{p} \right)^{\frac{\kappa - 1}{\kappa}} \right]} \quad (3)$$

kde v predstavuje rýchlosť plynu na výstupe [m/s], κ je Poissonova konštanta [-], R popisuje univerzálnu plynovú konštantu [$J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$], M je molárna hmotnosť [kg/mol], T predstavuje teplotu plynu na vstupe [K], p popisuje vstupný tlak plynu [Pa] a p_e je externý (vonkajší) tlak [Pa].

1.10 Charakteristika a vlastnosti CS povlakov

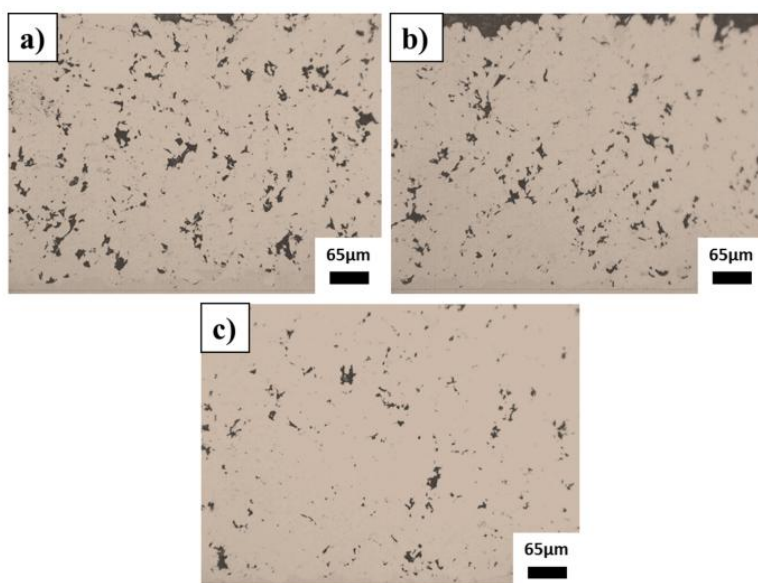
V rámci tejto podkapitoly je detailnejšie popísaná mikroštruktúra a morfológia CS povlakov, mechanické vlastnosti (najmä adhézna pevnosť), kohézia a adhézia či pórovitosť.

1.10.1 Mikroštruktúra a morfológia

Východisková surovina – CS prášok – je obvykle deponovaná na substrát bez tvorby oxidov či prítomnosti ďalších nežiaducich reakcií. Mikroštruktúra CS povlakov je tvorená splatmi (extrémne plasticke deformovanými časticami), ktoré sa vyznačujú jemnozrnnou štruktúrou [50] [51] [52].

Vysoká rýchlosť plastickej deformácie a ohrevu častíc vedú k tvorbe charakteristických mikroštruktúrnych javov, ako napríklad zjemnenie zrna. Zjemnenie zrn prebieha v dôsledku dynamickej rekryštalizácie. Po náraze častice na povrch substrátu dochádza k deformovaniu oblasti dopadu vplyvom pôsobenia intenzívneho šmykového napätia. Rekryštalizácia sa spoiatku uskutočňuje na rozhraní častica – častica. Stupeň rekryštalizácie a veľkosť vytvorených subzrn závisí od druhu materiálu a rýchlosti dopadu častíc. Rekryštalizácia je ovplyvňovaná parametrami CS ako napríklad teplota a tlak [50] [53] [54] [55] [56].

Interakcie medzi časticami alebo medzi časticami a substrátom počas dopadu častíc vedú k vytvoreniu submikrometrickej štruktúry na rozhraní splatov alebo na rozhraní substrát - splat. Tieto štruktúry vznikajú za nerovnovážnych podmienok a môžu byť dôležité pre kontrolu kohézie a adhézie povlaku. V dôsledku vysokej plastickej deformácie vyvolanej v časticách počas CS depozície sú výsledné povlaky charakteristické vysokou tvrdosťou [50] [55] [53].

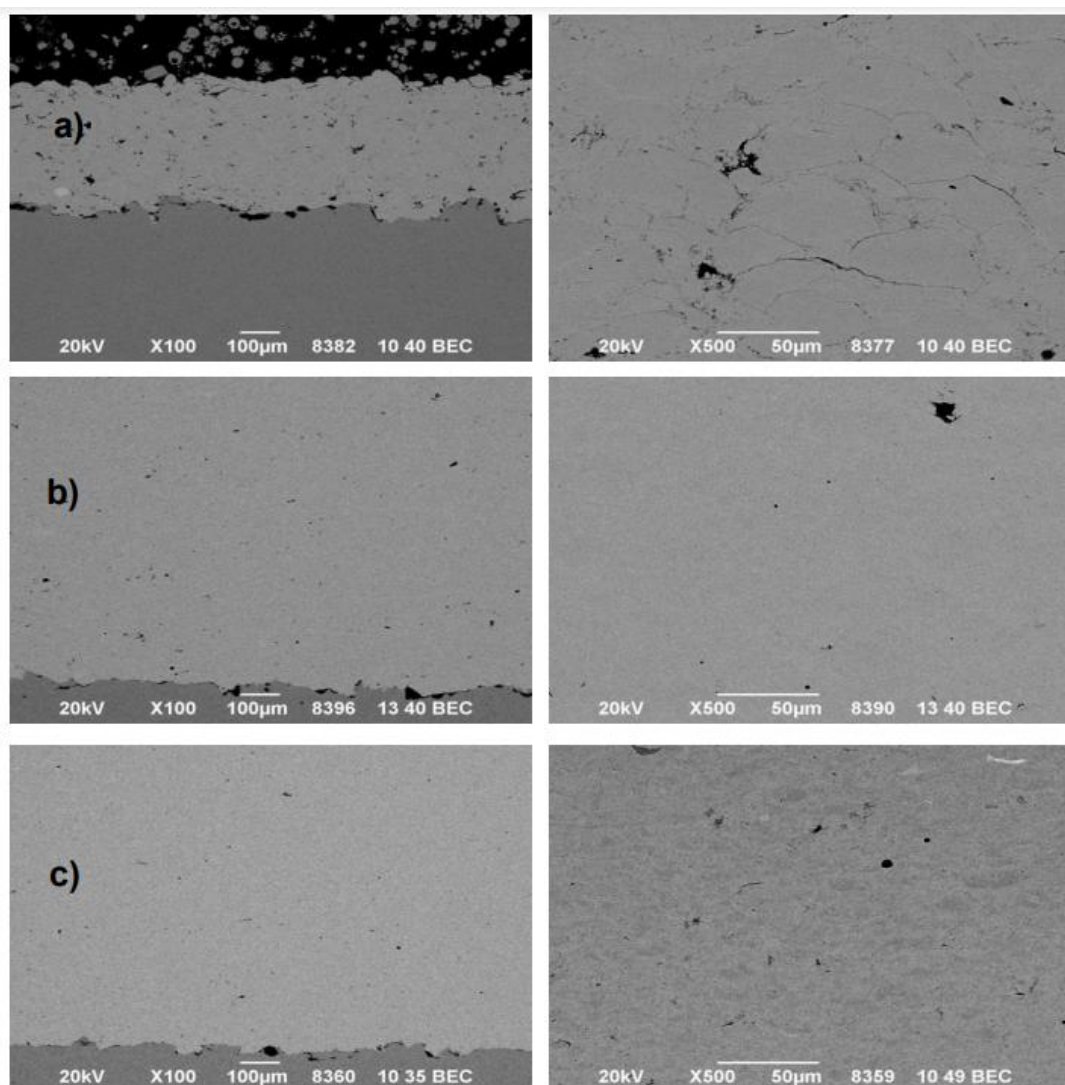


Obrázok 27 Zmena pórovitosti CS nástreku ocele AISI 316L deponovanej na substrát pri teplote $900^{\circ}C$ a tlaku
a) 5 MPa, b) 6 MPa, c) 7 MPa, prevzaté z [57]

Vo všeobecnosti sú preferované výsledné CS povlaky s vysokou hustotou, preto je pórovitosť jednou z mikroštruktúrnych vlastností, ktorú je potrebné experimentálne analyzovať. Pórovitosť je definovaná ako percentuálny pomer objemu pórov a celkového objemu vzorky. Pripisuje sa nedostatočnej kinetickej energii, prípadne nedostatočnej plastickej deformácii častíc prášku pri náraze na povrch substrátu. Obvykle je pozorovateľná na rozhraní splatov a na povrchu povlaku. Zvýšením rýchlosti častíc prášku pórovitosť klesá. Okrem iného je významná aj modifikácia teploty a tlaku

hnacieho plynu. Z obr. 27 je zrejmé, že so zvyšujúcim sa tlakom procesného plynu pórovitosť postupne klesá [50] [57]. Jednou z metód, ktoré sa používajú na vyhodnotenie pórovitosti je optická profilometria [58].

Cieľom práce Keslová a kol. bolo skúmanie mikroštruktúry povlakov vyhotovených metódou CS a HVOF. Povlaky striekané HVOF a CS boli nanosené na bližšie nešpecifikovaný typ uhlíkovej ocele, pričom substrát bol pred samotným striekaním otryskaný časticami Al_2O_3 . V prípade HVOF boli východiskovou surovinou rozličné typy práškov; na obr. 28 a sú znázornené SEM (z angl. „scanning electron microscopy“) snímky mikroštruktúr NiCr povlaku, prášok Amdry 4535. Nanoseným CS práškom bol NiCr s distribúciou veľkosti častíc 10-32 μm a 5-25 μm . Vzniknutá hrúbka povlaku bola na úrovni cca 1 mm [59].



Obrázok 28 Snímky mikroštruktúry povlakov vyhotovené využitím SEM: a) povlak NiCr (HVOF nástrek), b) NiCr 10-32 μm (CS nástrek), c) NiCr 5-25 μm (CS nástrek), prevzaté z [59]

Obr. 28 zobrazuje snímky mikroštruktúry povlakov vyhotovených prostredníctvom HVOF a CS. Z obr. 28a možno vidieť, že v prípade mikroštruktúry povlaku vyhotoveného prostredníctvom HVOF je možné pozorovať jednotlivé hranice medzi splatmi. V porovnaní s povlakmi striekanými CS (obr. 28 b, c) je viditeľná vyššia pórovitosť. NiCr povlaky vytvorené CS vykazujú nízku prítomnosť pórov a v dôsledku homogenosti povlakov nemožno jednotlivé hranice splatov rozoznať. Jediným rozdielom medzi NiCr CS povlakmi (obr. 28 b, c) je odlišná

distribúcia častíc prášku. V prípade obr. 28b je distribúcia častíc prášku na úrovni 10-32 μm , zatiaľ čo a v prípade obr. 28c 5-25 μm [59].

1.10.2 Mechanické a fyzikálne vlastnosti

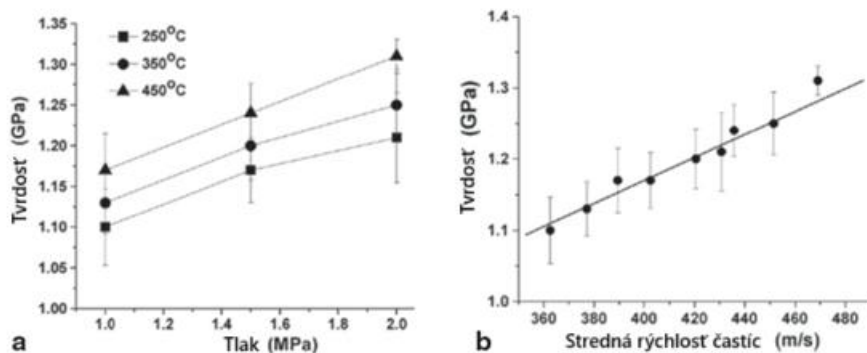
Medzi základné mechanické a fyzikálne vlastnosti CS povlakov možno zaradiť tvrdosť a mechanickú pevnosť, príľnavosť (adhézia) a súdržnosť (kohézia) povlakov, odolnosť proti opotrebeniu, tepelné a elektrické vlastnosti a podobne.

Tvrdosť

Povlaky nanášané CS vo väčšine prípadov dosahujú hrúbku, ktorá znemožňuje vykonávať vrypové skúšky pri vysokom zaťažení alebo veľkej hĺbke vtlačku bez ovplyvnenia substrátu. Vo všeobecnosti platí, že hĺbka vtlačku by nemala presiahnuť 10 % celkovej hrúbky povlaku pri tvrdých povlakoch na mäkkom substráte a 20 % pri mäkkých povlakoch na tvrdom substráte. Skúšky tvrdosti sa zvyčajne vykonávajú pri zaťažení v rozmedzí 25 – 500 gf v závislosti od celkovej hrúbky povlaku a jeho špecifických vlastností. Pri výbere vhodných testovacích parametrov sa často postupuje podľa smerníc Americkej spoločnosti pre testovanie a materiály (ASTM) B933-04. S rastúcou tvrdosťou sa znižuje indentovaná plocha, čím sa zvyšuje závislosť nameraných hodnôt tvrdosti od lokálnej mikroštruktúry či fázového zloženia [60] [28].

Mikrotvrdosť kovových CS povlakov je výsledkom dvoch protichodných vplyvov [60] [28]:

- Pozitívny prínos – vysoká plastická deformácia častíc pri dopade a následné spevnenie (z angl. „cold working“) zvyšujú tvrdosť povlaku v porovnaní s bulkovým materiálom.
- Negatívny prínos – prítomnosť pórov a defektov oslabuje kohéziu medzi časticami, čo vedie k zníženiu mikrotvrdosti povlaku.



Obrázok 29 Vývoj mikrotvrdosti a) v závislosti na vzrastajúcej teplote a tlaku nosného plynu, b) v závislosti na rýchlosti dopadu častíc na substrát, upravené a prevzaté z [61]

Z tohto dôvodu majú tvárne materiály, ktoré sú schopné prejsť vysokou plastickou deformáciou pri nízkych teplotách, najväčší nárast tvrdosti v porovnaní s ich bulkovými ekvivalentmi.

Procesné parametre, ktoré zvyšujú plastickú deformáciu častíc počas rastu

povlaku (napr. tlak nosného plynu) a zároveň zlepšujú kompaktnosť finálneho povlaku, vedú k dosiahnutiu vyššej mikrotvrdosti povlaku, ako je znázornené na obr. 29 [60] [28] [61].

Mechanická pevnosť

Hodnotenie pevnosti a elastických vlastností je kľúčové pre opis mechanického správania CS povlaku. Pre komplexné posúdenie mechanických vlastností CS povlakov je potrebné rozlíšiť či je cieľom výskumu mechanické správanie samotného povlaku alebo mechanické správanie celého povlakovaného systému vrátane substrátu. Najčastejšie používaný a najpresnejší spôsob

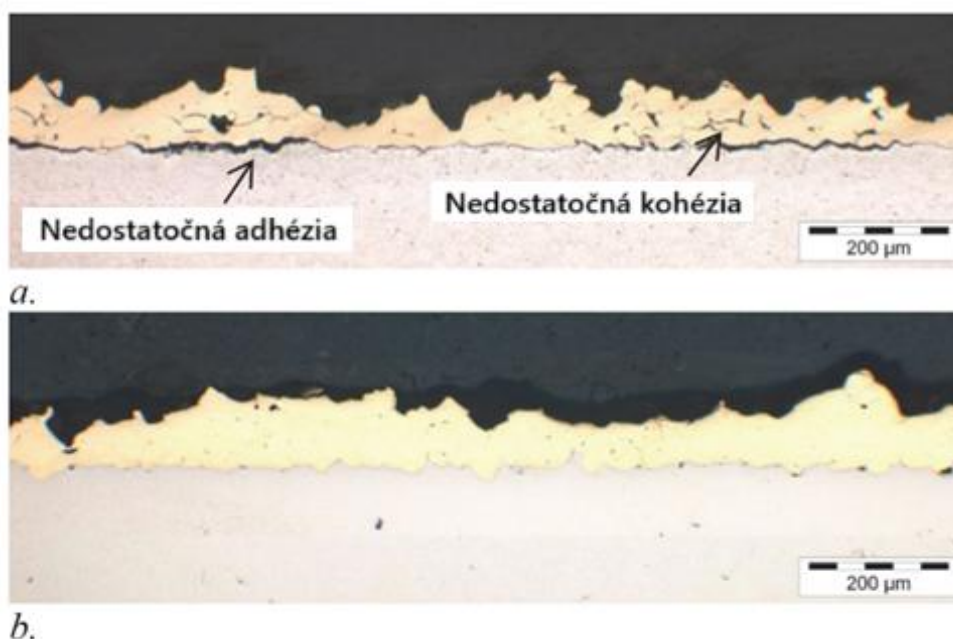
na hodnotenie mechanických vlastností s cieľom získania krivky závislosti napätia od deformácie je micro-flat ťahová skúška (z angl. „micro-flat tensile test“, MFT). Na skúmanie mechanického správania celého povlakovaného systému boli vyvinuté špecifické postupy, napríklad skúšky 3- a 4- bodovým ohybom či ťahová skúška na vzorkách tvaru rúrok (z angl. „tubular coating tensile“, TCT) [28].

Adhézia a kohézia

Funkčnosť a odolnosť povlaku sú závislé na mechanických vlastnostiach. Rozhodujúcimi vlastnosťami, ktoré určujú jeho funkčnosť je adhézia (priľnavosť) povlaku na substrát a kohézia (súdržnosť) častíc povlaku navzájom medzi sebou [28].

Adhéznu silu (sila, pri ktorej pôsobení na určitú plochu dochádza k oddeleniu nástreku od podkladu) možno stanoviť testom opísaným v norme ASTM C633 [62]. Na zlepšenie adhézie medzi povlakom a substrátom je zaužívaných niekoľko základných princípov. V prípade prvej metódy je upravená drsnosť povrchu, prípadne je vytvorená špecifická (tepelne upravená) textúra, ktorá zlepšuje adhéziu prvotne striekaných častíc k povrchu substrátu. Tento proces je úzko závislý na schopnosti častíc sa plasticky deformovať a prispôbiť sa textúre povrchu podkladu. Typickým príkladom je aplikácia pulznej laserovej ablácie, prípadne predohrev substrátu využitím laseru. Ďalšou možnosťou je modifikácia procesných parametrov nástreku [28] [63] [64].

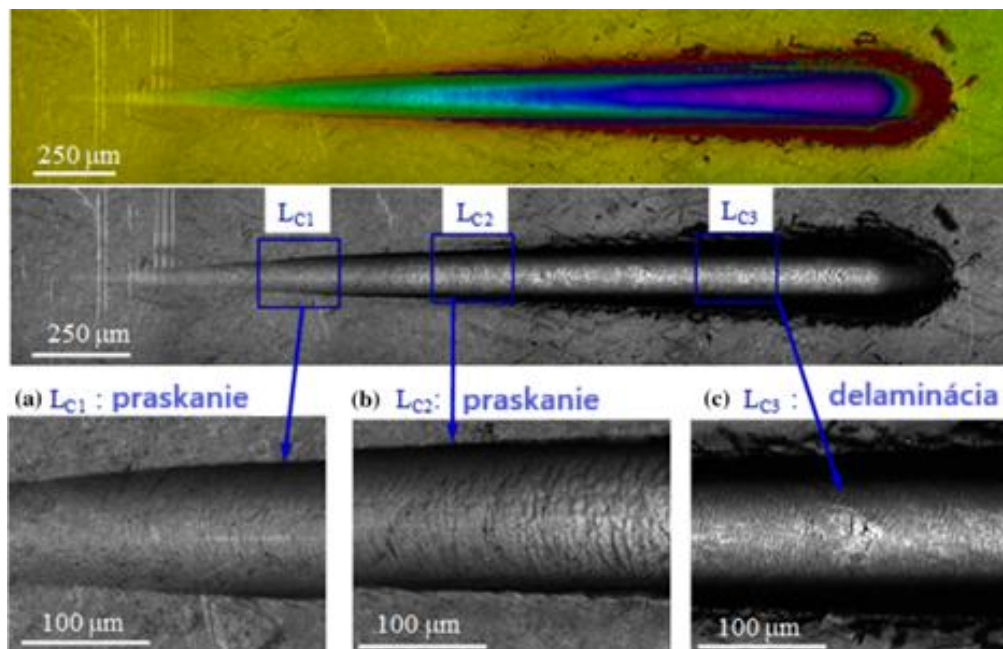
Súdržnosť častíc (kohézia) je rovnako ako adhézia ovplyvňovaná schopnosťou častíc prášku podliehať plastickej deformácii pri depozícii. Veľakrát jasne viditeľné rozhrania medzi jednotlivými splatmi výrazne vplyvajú na súdržnosť nanesej CS vrstvy. Tento negatívny jav je možné potlačiť, prípadne kompletne eliminovať tepelným spracovaním s využitím vhodnej kombinácie teplôt a doby výdrže [28]. Obr. 30 zachytáva negatívne následky nedostačujúcej adhézie a kohézie [65].



Obrázok 30 a) nedostačujúca adhézia a kohézia, b) dostačujúca adhézia a kohézia, upravené a prevzaté z [65]

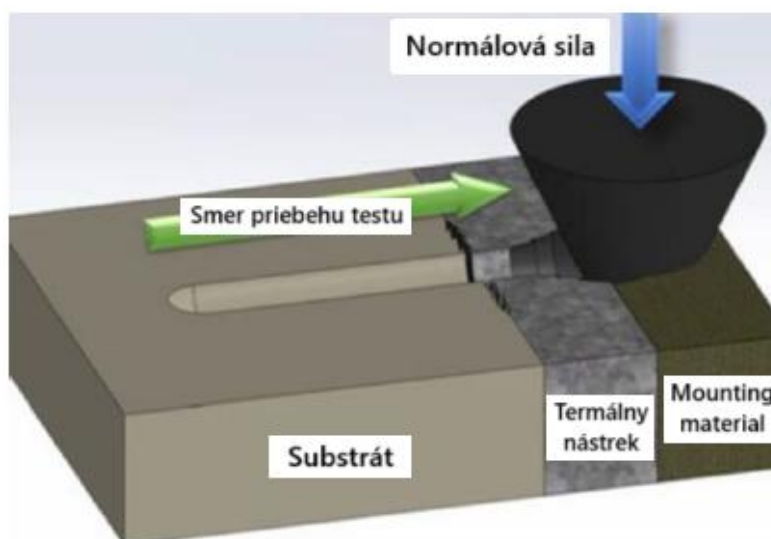
Pre kvalitatívne overenie a skúmanie rozhrania substrát – nástrek, prípadne kohézie samotného nástreku sa využíva metóda Scratch test, ktorá je sčasti popísaná v norme ISO 27307:2015 [66].

Scratch test sa používa na hodnotenie adhéznej, prípadne kohéznej pevnosti [66] [67], oteruvzdornosti, vrypovej tvrdosti [68] a mechanizmu poškodenia v priebehu skúšky [69] [70]. Zariadenie je schopné vyvinúť normálové zaťaženie na úrovni 0,3 – 1000 mN (nano), 0,3 – 40 N (mikro) a 0,3 – 200 N (makro). Na základe toho je možné prístroj využiť na štúdium mechanickej odozvy v rámci jednotlivých splatov, ich rozhrania [71] alebo celého nástreku a jeho rozhrania so substrátom [66].



Obrázok 31 Snímka stopy po prevedení scratch testu na CrN vrstve nanesej na substrát X42Cr13/W (1.2083), upravené a prevzaté z [72]

Adhézna pevnosť tenkých vrstiev je testovaná využitím indentoru s príslušnou geometriou, pričom dochádza k jeho vtlačaniu postupne narastajúcou silou do samotného povrchu vrstvy. Vopred určenou rýchlosťou sa na povrchu dielu vytvára ryha, až kým nedôjde k adhéznemu poškodeniu vrstvy (obr. 31). Kritická sila predstavuje normálovú silu, pri ktorej dochádza k odhaleniu substrátu, pričom odpovedá miere adhéznej pevnosti tenkej vrstvy v testovanom systéme [73].

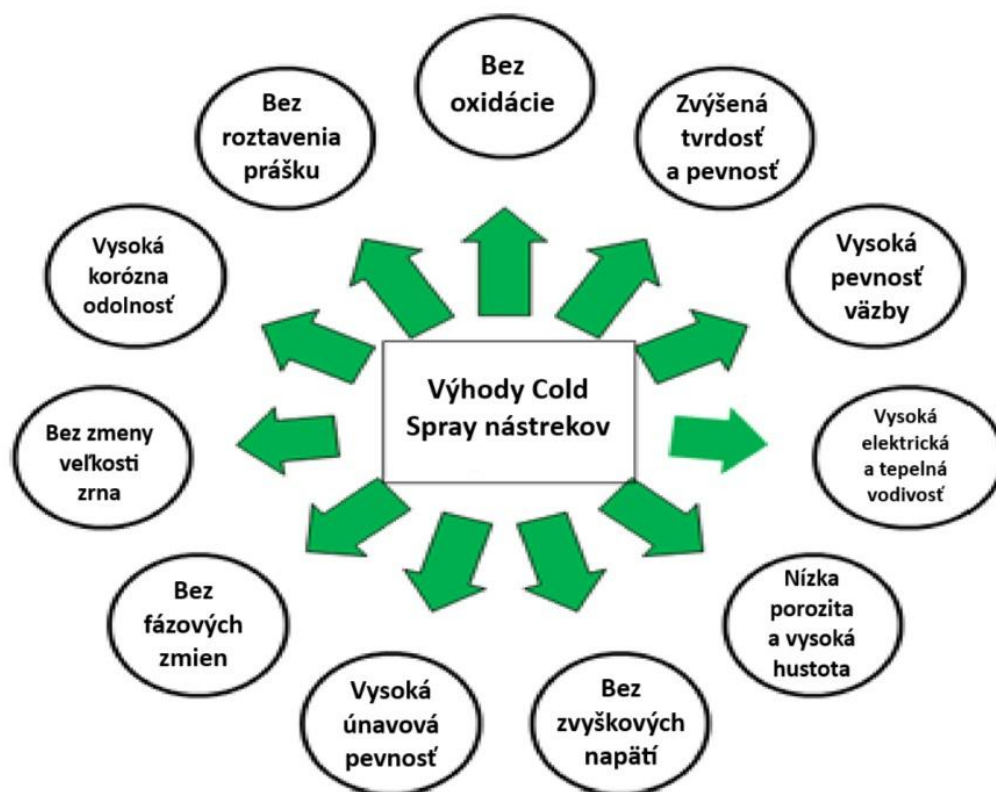


Obrázok 32 Schematický popis priebehu Scratch testu podľa normy ISO 27307, upravené a prevzaté z [74]

1.11 Výhody a nevýhody CS technológie

CS sa v porovnaní s ostatnými druhmi termálnych nástrekov odlišuje rozdielnou teplotou nosného plynu a rýchlosťou častíc. V prípade CS technológie je rýchlosť častíc pri dopade na substrát vysoká a teplota nosného plynu nižšia oproti ostatným typom termálnych nástrekov. Metóda studenej kinetickej depozície častíc je vhodná na vytvorenie vrstiev materiálov, ktoré sú teplotne senzibilné a materiálov citlivých na vznik oxidov, ako napríklad hliník, meď a titán [8] [75]. Keďže častice prášku nie sú počas CS procesu roztavené, je možné ich opätovné využitie v ďalších cykloch nanášania vrstiev [8].

Konvenčné procesy termálnych nástrekov sú častokrát spájané s rastom zŕn, chemickými reakciami, vznikom prasklín, vyparovaním častíc nanesej vrstvy, zmršťovaním materiálu, fázovými premenami a oxidáciou; tieto javy nie sú v prípade CS prítomné [1]. Keďže sa jedná o proces, pri ktorom je možné využiť relatívne nízke teploty nosného plynu, je z hľadiska prevádzky, tepelného žiarenia a výparov kovov bezpečnejší. Medzi ďalšie výhody patrí schopnosť nanášania povlaku s hrúbkou menej ako 1 mm bez prípadného poškodenia substrátu. S využitím vysokej kinetickej energie a nízkych teplôt nosného plynu môžu byť CS metódou vyhotovené vrstvy s kompaktnou mikroštruktúrou a nízkou porozitou [8].



Obrázok 33 Výhody CS technológie, upravené a prevzaté z [76]

Na druhej strane, CS má aj svoje limity a nevýhody. Hlavnou nevýhodou CS procesu je možný pokles ťažnosti vzniknutého povlaku [8]. Nevýhodou CS metódy, ktorá sa častokrát prejavuje pri samotnom nanášaní CS vrstiev, je zablokovanie trysky. K tomuto javu dochádza predovšetkým v prípade procesov, ktorých je doba nanášania vrstiev dlhšia. Dôležitým aspektom je aj materiál prášku. K upchávaniu trysky častokrát dochádza pri aplikácii nástrekov práškov s nízkou teplotou tavenia (napríklad prášky na báze zinku či hliníka). Rôzne rýchlosti nanášania povlaku v priebehu času vplyvajú na výsledné vlastnosti nástreku [5] [77]. Okrem upchávania trysky je limitom pre CS proces aj prípadné opotrebovanie hrdla trysky spôsobené eróziou častíc [78].

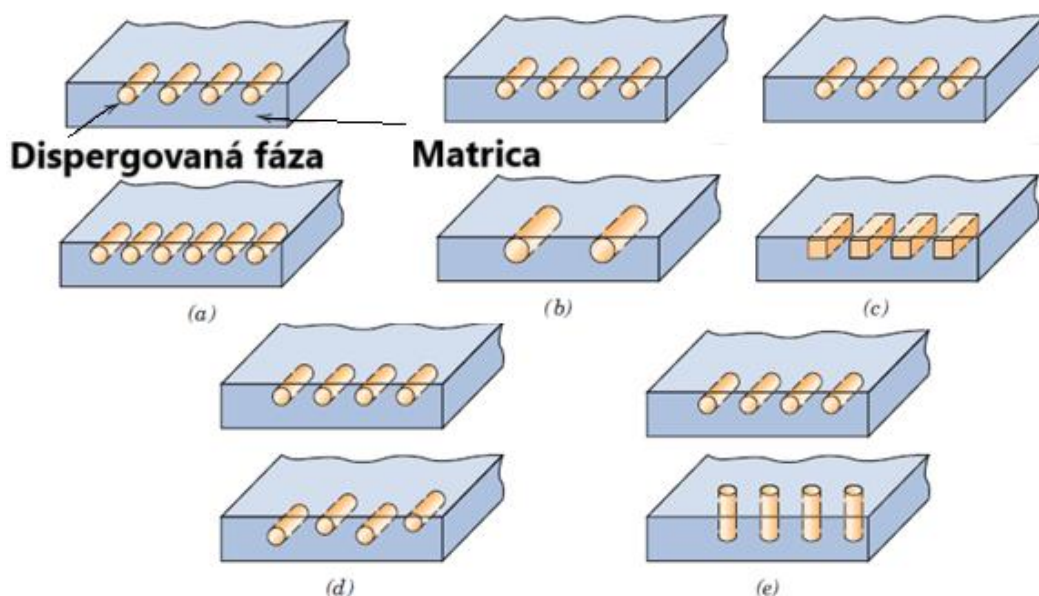
Oproti tradičným technikám termálnych nástrekov je spotreba nosného plynu v prípade CS metódy relatívne vysoká, rádovo 1-2 m³/min [79]. Komplikácie nastávajú, ak nosným plynom je hélium. Keďže je hélium zaradované medzi neobnoviteľný a komerčne nevyrobiteľný plyn, jeho cena je veľmi vysoká. Použitie hélia sa v prípade CS technológie spája so zvyšovaním rýchlosti častíc.

Chemické zloženie CS práškov by malo byť čo najviac optimalizované s cieľom vytvorenia povlaku s najmenším možným podielom nečistôt a prípadných oxidov. Pri CS nástrekoch je rozhodujúca kvalita a mikroštruktúra prášku. Keďže striekanie prebieha za pomerne nízkych teplôt, nedochádza k fázovým transformáciám. Chemické zloženie východiskovej suroviny – prášku – sa nemení. Avšak častice prášku sa pri dopade na povrch substrátu deformujú, pričom môže dôjsť k rekryštalizácii na rozhraní častica – častica [80] [81].

2 Kompozitné materiály

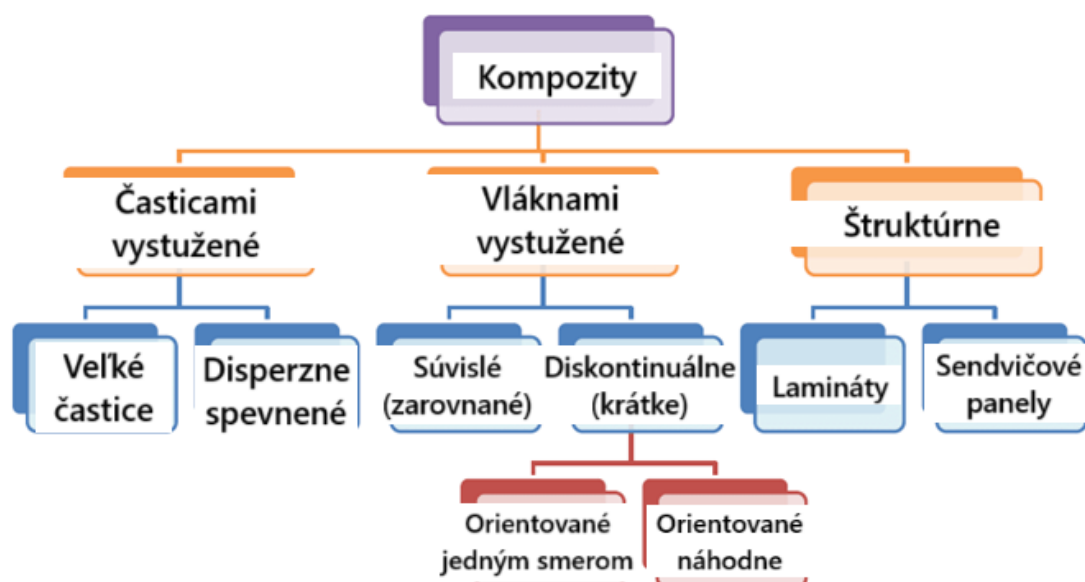
Kompozitný materiál je viacfázový materiál, ktorý spája vlastnosti dvoch alebo viacerých zložiek s cieľom dosiahnuť lepšiu kombináciu – najmä mechanických – vlastností, než aké by poskytovala každá z fáz samostatne. Kompozitné materiály sa nachádzajú v prírode, respektíve v živých organizmoch, prípadne je možné ich umelo vyrobiť. Prírodzene vyskytujúcim sa kompozitom v prírode je drevo pozostávajúce zo silných a pružných celulóзовých vlákien obklopených tuhším materiálom, takzvaným lignínom. V rámci živých organizmov sa v tele nachádzajú kosti zložené z mäkkého kolagénu a tvrdého apatitu. Väčšina kompozitov je vytvorená na zlepšenie mechanických vlastností, ako je tuhosť, húževnatosť, prípadne pevnosť [82].

Mnohé kompozitné materiály sú zložené len z dvoch fáz. Matrica je spojitá a obklopuje druhú fázu, často nazývanú dispergovaná. Vlastnosti kompozitov sú funkciou vlastností jednotlivých fáz, ich relatívneho množstva a geometrie dispergovanej fázy. Geometria dispergovanej fázy v tomto kontexte zahŕňa tvar a veľkosť častíc, ich orientáciu a distribúciu, ako je znázornené na obr. 34 [82].



Obrázok 34 Schematické znázornenie rôznych geometrických a priestorových charakteristík častíc dispergovanej fázy, ktoré môžu ovplyvniť vlastnosti kompozitov: (a) koncentrácia, (b) veľkosť, (c) tvar, (d) distribúcia a (e) orientácia, upravené a prevzaté z [83]

Kompozitné materiály je možné rozdeliť podľa schémy na obr. 35 do troch základných kategórií: časticami vystužené, vláknami vystužené a štruktúrne kompozity. Dispergovaná fáza pre časticami vystužené kompozity je rovnoosá (rozmery častíc sú približne rovnaké vo všetkých smeroch). Pre vláknami vystužené kompozity má dispergovaná fáza geometriu vlákna [82].



Obrázok 35 Klasifikácia kompozitných materiálov podľa geometrie spevňujúcej zložky, upravené a prevzaté z [82]

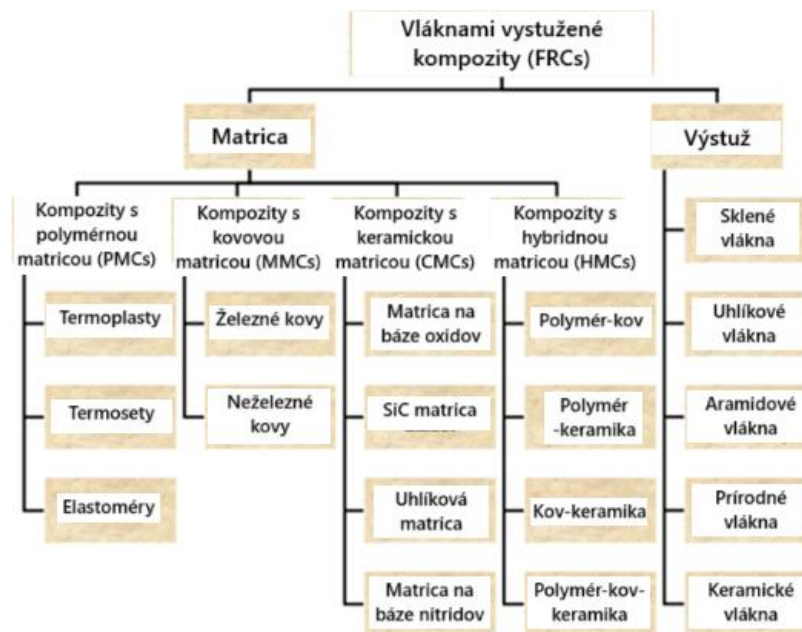
2.1 Kompozitné materiály vystužené časticami

Do skupiny časticovo vystužených kompozitov patria materiály, v ktorých sú výstužné častice rozptýlené v matrici – buď vo forme veľkorozmerných častíc, alebo jemne dispergovaných spevňujúcich fáz. V prípade kompozitov s väčšími časticami nie je možné interakcie medzi časticami a matricou opísať na atómovej alebo molekulárnej úrovni, a preto sa na ich analýzu používa mechanika kontinua. Vo väčšine prípadov sú častice tvrdšie a tuhšie ako samotná matrica, pričom ich úlohou je obmedziť lokálnu deformáciu matrice. Matrica prenáša časť vonkajšieho napätia na častice, ktoré sa tak aktívne podieľajú na prenose zaťaženia [82].

V prípade disperzne spevnených kompozitov je veľkosť častíc na úrovni 10 až 100 nm. Mechanizmus disperzného spevnenia funguje na podobnej báze ako mechanizmus precipitačného vytvrdzovania. Zatiaľ čo matrica nesie hlavnú časť aplikovaného zaťaženia, malé rozptýlené častice bránia pohybu dislokácií, čím dochádza k zvyšovaniu pevnosti materiálu [82].

2.2 Kompozitné materiály vystužené vláknami

V prípade vláknami vystužených kompozitných materiálov má dispergovaná fáza formu vlákien. Konštrukčným cieľom týchto materiálov je často dosiahnuť vysokú pevnosť a/alebo tuhosť pri čo najnižšej hmotnosti. Tieto vlastnosti sa vyjadrujú prostredníctvom špecifickej pevnosti (pomer pevnosti v ťahu k hustote) a špecifického modulu (pomer modulu pružnosti k hustote). Vysoké hodnoty týchto parametrov možno dosiahnuť použitím vlákien a matrice s nízkou hustotou, pričom vhodná kombinácia zložiek výrazne ovplyvňuje výsledné vlastnosti kompozitu. Vláknami vystužené kompozity sa podľa typu použitých vlákien a matrice zvyknú deliť do viacerých samostatných skupín (obr. 36). Na mechanické vlastnosti kompozitných materiálov vystužených vláknami má zásadný vplyv dĺžka vlákien, ich orientácia a koncentrácia [82].



Obrázok 36 Rozdelenie kompozitných materiálov vystužených vláknami podľa chemického zloženia prítomných fáz, upravené a prevzaté z [84]

2.2.1 Dispergovaná fáza

Dispergovanú fázu kompozitných materiálov vystužených vláknami vo väčšine prípadov predstavujú whiskery, drôty alebo vlákna. Whiskery sú mimoriadne tenké monokryštály, ktoré majú extrémne veľký pomer dĺžky k priemeru. Sú známe svojou dokonalosťou kryštálovej štruktúry, ktorá je takmer bez prítomnosti vnútorných defektov, ako napríklad čiarové poruchy – dislokácie. Napriek tomu, že dosahujú veľmi vysokú pevnosť (na úrovni až do 20 GPa) sa whiskery vo veľkej miere nevyužívajú ako výstužné médium kvôli svojej vysokej cene. Medzi tradičné materiály pre whiskery je možné zaradiť grafit, karbid kremíka, nitríd kremíka a oxid hlinitý. Vlákna môžu byť orientované kontinuálne, prípadne diskontinuálne s jednosmernou alebo náhodnou orientáciou [82].

Materiálmi, ktoré sa využívajú ako vlákna vystužujúce matricu sú vo všeobecnosti polyméry, prípadne keramika (aramid, sklo, uhlík, oxid hlinitý, karbid kremíka a podobne). Materiály pre jemné drôty sú hlavne vysokopevnostná oceľ, molybdén a volfrám. Drôty dosahujú priemer až do 100 μm , čo je o niekoľko desiatok mikrometrov viac v porovnaní s priemerom vlákien (5 - 20 μm). Drôty sa používajú ako výstuž v automobilových pneumatikách, v plášťoch rakiet s vláknovým vinutím a vo vysokotlakových hadiciach [82].

2.2.2 Matrica

Matričná fáza vláknových kompozitov môže byť na báze kovov, polymérov alebo keramiky. Pre dosiahnutie vysokej ťažnosti sa ako matrica používajú kovy alebo polyméry. V prípade kompozitov s keramickou matricou sa vlákna implementujú najmä za účelom zvýšenia lomovej húževnatosti [82].

Matrica, ktorá je súčasťou vláknami vystužených kompozitov plní niekoľko funkcií [82].

- Matrica spája vlákna dohromady a pôsobí ako médium, ktorým sa prenáša vonkajšie napätie na vlákna. Materiál matrice by mal byť tvárny a modul pružnosti vlákien by mal byť oveľa vyšší ako modul pružnosti matrice [82].

- Matrica chráni jednotlivé vlákna pred poškodením spôsobeným mechanickým oderom alebo chemickými reakciami s okolitým prostredím. Takéto vplyvy môžu viesť k tvorbe povrchových trhlín, ktoré spôsobujú porušenie súčasti už pri relatívne nízkom ťahovom napätí. V prípade delaminácie sa matrica oddelí od vlákna a vďaka svojej plasticite bráni šíreniu trhlín medzi susednými vláknami. Aj keď dôjde k porušeniu niektorých jednotlivých vlákien, kompozit ako celok nezlyhá, pokiaľ poškodené vlákna nevytvoria zhluk kritickej veľkosti [82].

Pre účinné fungovanie kompozitného materiálu je nevyhnutné, aby adhézne sily medzi vláknami a matricou boli dostatočne vysoké, čím sa minimalizuje riziko vytrhávania vlákien z matrice. Adhézna pevnosť zohráva kľúčovú úlohu pri výbere vhodnej kombinácie vlákien a materiálu matrice, pretože priamo ovplyvňuje celkovú pevnosť kompozitu a efektívnosť prenosu vonkajšieho napätia z matrice na vlákna [82].

2.3 Štruktúrne kompozitné materiály

Štruktúrne kompozity sa zvyčajne skladajú z homogénnych a kompozitných materiálov, pričom ich výsledné vlastnosti závisia nielen od vlastností jednotlivých materiálov, ale aj od geometrie a dizajnu použitých prvkov. Na základe vnútornej štruktúry a spôsobu vrstvenia materiálov sa štruktúrne kompozity delia na sendvičové a laminátové kompozity [82].

2.3.1 Sendvičové kompozitné materiály

Sendvičové kompozity možno zdefinovať ako podkategóriu viacvrstvových kompozitných materiálov optimalizovaných pre predpokladané podmienky zaťaženia počas predpokladanej doby životnosti. Typická sendvičová štruktúra sa skladá z vonkajších plášťov a jadra. Obr. 37 znázorňuje jeden z možných typov konštrukcie jadra - vonkajšie plášte sú vzájomne prepojené výstužami v tvare tetraédrov. Materiály jadra je možné zaradiť do základných kategórií: tuhé polymérne peny (fenoly, epoxidy, polyuretány), drevo (napríklad balzové) a iné. Z hľadiska geometrie sa častokrát objavuje výstuž v tvare včelieho plástu. Vonkajšie plášte sú vyrobené z tuhých a pevných materiálov a sú oveľa tenšie ako ľahké a relatívne poddajné jadro. Hrúbka vonkajších plášťov v typických konštrukčných aplikáciách zriedkavo presahuje niekoľko milimetrov, zatiaľ čo jadro môže mať hrúbku viac ako 50 mm, hoci zvyčajne býva tenšie. Vonkajšie plášte ani jadro sendvičovej konštrukcie nemusia byť homogénne [85].



Obrázok 37 Schematický popis sendvičového kompozitu s prepojením vonkajších plášťov výstužami do tvaru tetraédrov, upravené a prevzaté z [86]

Výber materiálov pre sendvičové kompozity závisí od funkcie štruktúry, typu aplikovaného zaťaženia, obstarávacích nákladov a ďalších faktorov. Grafitovo-epoxidové a uhlíkovo-epoxidové viacvrstvové vonkajšie plášte sú typické v leteckých aplikáciách, zatiaľ čo sklo-epoxidové alebo sklo-vinylesterové sa používajú napríklad v námorníctve. Jadro sendvičových štruktúr v letectve často tvorí hliníková pena alebo štruktúra vo forme včelích plástov, známa

ako Nomex. V stavebníctve sa ako jadro najčastejšie využívajú polymérne peny s uzavretými alebo otvorenými bunkami [85].

2.3.2 Laminátové kompozitné materiály

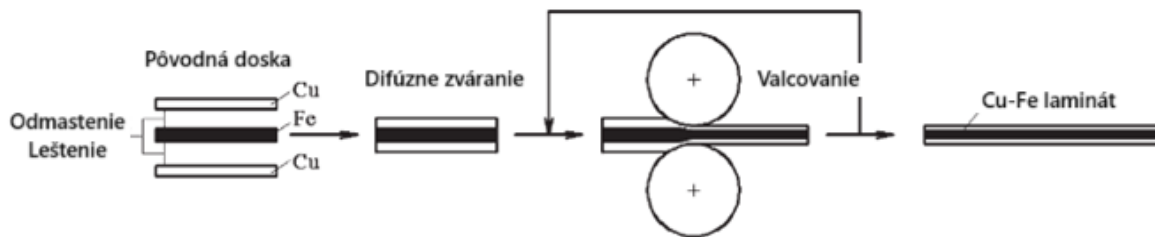
Laminátové kompozity sa skladajú z viacerých vrstiev plátov alebo panelov, pričom každá vrstva môže mať preferovaný smer zaťaženia v závislosti od orientácie výstuže. Zmenou orientácie jednotlivých vrstiev je možné upravovať a prispôbovať mechanické vlastnosti laminátov v závislosti od konkrétnych požiadaviek. Jednotlivé vrstvy, ktoré tvoria štruktúru laminátov môžu byť na báze rôznych druhov výstuží. Bežne sa používajú vrstvy vláknami vystužených kompozitov, ako sú sklenené vlákna v polymérnej matrici [82]. Na obr. 38 je znázornená konštrukcia laminovaného kompozitu vyvinutého s cieľom nahradenia hliníkového chladiča používaného v doskách s plošnými spojmi [87].



Obrázok 38 Laminovaný kompozitný chladič vyvinutý pre dosky s plošnými spojmi, upravené a prevzaté z [87]

2.4 Vrstvené lamináty Cu a Fe

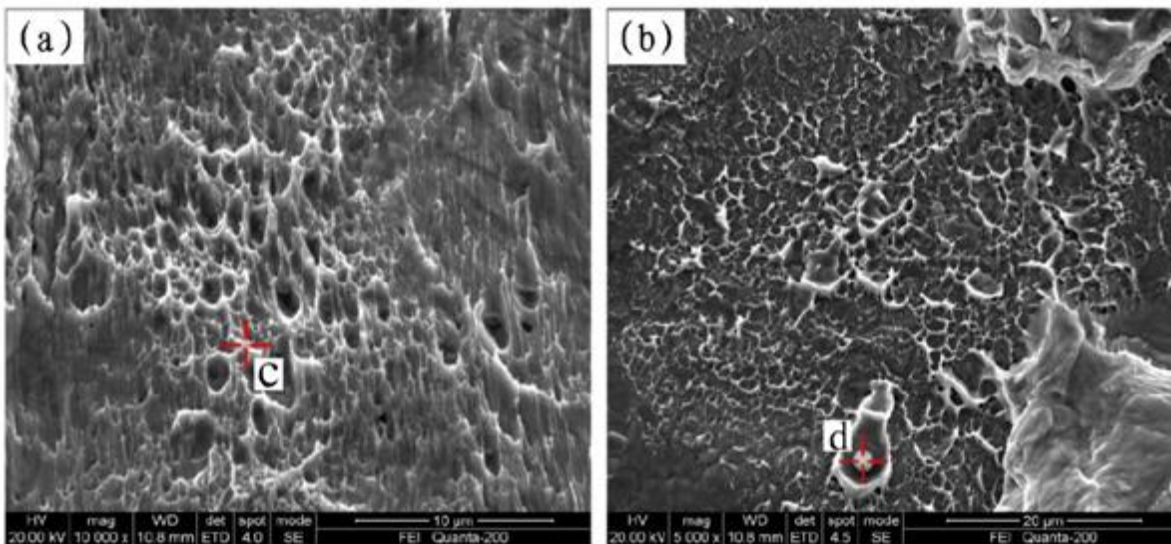
Kompozity na báze Cu-Fe sa často vyrábajú pomocou rôznych technológií ako je napríklad difúzne spájanie, mechanické legovanie, magnetronové naprašovanie a podobne. Výskum vedený Yangom a kol. [88] sa zameriava na štúdium vývoja bimetalických kompozitov na báze Cu-Fe vyrobených metódou zvarovania v tuhom stave (z angl. „solid state welding“, SSW). Experimentálnym materiálom bola vrstva (doska) nezoxidovanej Cu (čistota 99,99%) a vrstva (doska) Fe (čistota 99,3%). Hrúbka vrstiev čistej Cu a čistého Fe bola 2 mm. Dosky boli pred zvarovaním v tuhom stave narezané na konečné rozmery 50 x 100 mm. Povrchy dosiek Cu a Fe boli odmastené použitím acetónu a následne uložené na seba. Potom boli dosky spojené vytvorením difúzných zvarov pri teplote 900°C a procesnom tlaku 10 MPa. Valcovaním za studena sa hrúbka výsledného laminátového kompozitu Cu-Fe-Cu znížila, pričom následne bola vykonaná analýza pevnosti vytvorených spojov medzi jednotlivými vrstvami [88]. Na obr. 39 je znázornený schematický popis technologického postupu výroby Cu-Fe-Cu laminátov zvarovaním v tuhom stave.



Obrázok 39 Technologický postup zhotovenia Cu-Fe-Cu laminátov zváraním v tuhom stave, upravené a prevzaté z [88]

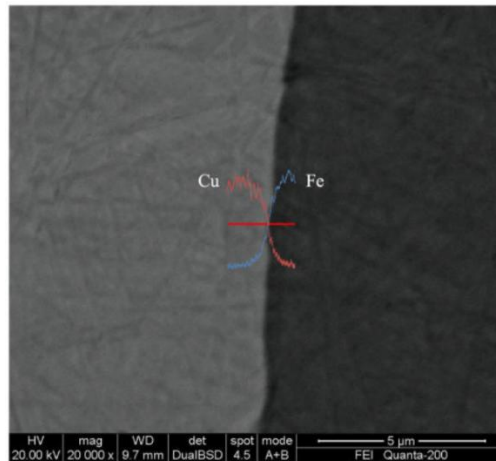
Na pevnosť vytvoreného spoja zváraním v tuhom stave má rozhodujúci vplyv povrchová drsnosť. V prípade Cu bola nameraná povrchová drsnosť vylešteného a odmasteného povrchu na úrovni Ra 3,39 nm, povrchová drsnosť Fe dosky dosiahla hodnotu Ra 4,88 nm. Následne bola prevedená skúška šmykového napätia (z angl. „shear stress test“), na základe ktorej bolo zistené, že vytvorením difúzneho zvaru na rozhraní Cu-Fe je možné dosiahnuť pevnosť 200 MPa. Po valcovaní za studena sa pevnosť zvýšila na úroveň 300 MPa, pričom sa jedná o hodnotu blízku maximálnej pevnosti v ťahu Cu. Proces valcovania za studena urýchľuje difúziu medzi vrstvami a zvyšuje pevnosť v dôsledku plastickej deformácie [88].

Po skúške pevnosti v šmyku bola pozorovaná lomová plocha na rozhraní Cu-Fe (obr. 40). V prípade vrstvy Cu (obr. 40a) je možné pozorovať jamkovú morfológiu, typickú pre tvárny mechanizmus porušovania, zatiaľ čo v prípade vrstvy Fe (obr. 40b) ide o krehký mechanizmus porušovania. Prostredníctvom SEM a EDS (z angl. „energy-dispersive spectroscopy“) analýzy sa zistilo, že na povrchu vrstvy Cu zostalo len minimálne množstvo Fe, zatiaľ čo na povrchu vrstvy Fe sa nachádzalo malé množstvo guľovitých alebo nepravidelne tvarovaných častíc Cu. Tieto výsledky naznačujú, že na rozhraní Cu-Fe s nízkou vzájomnou rozpustnosťou došlo k mechanickému spojeniu [89] [88].



Obrázok 40 Snímky zo SEM lomovej plochy na rozhraní Cu-Fe: a) Cu vrstva; b) Fe vrstva, upravené a prevzaté z [88]

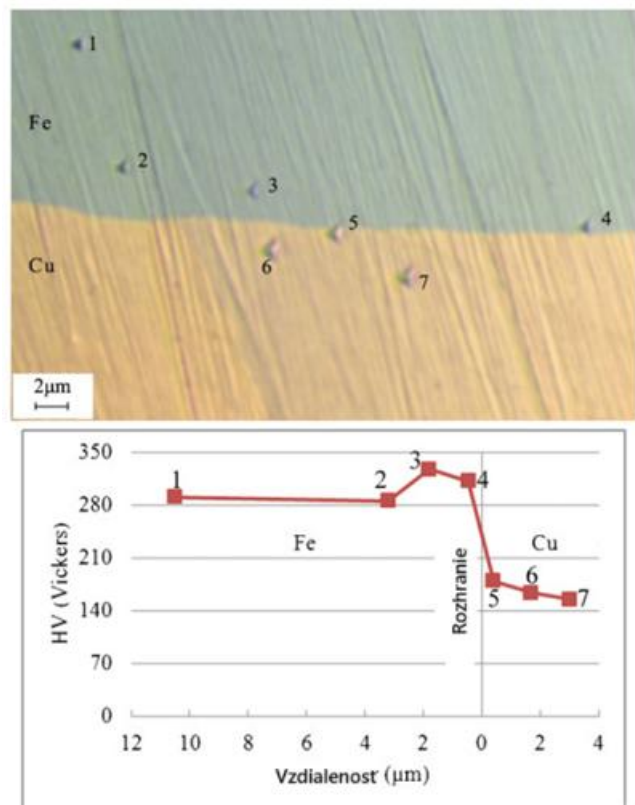
Snímka rozhrania Cu-Fe po procese valcovania za studena zachytená na obr. 41. Rozhranie vykazuje hladký povrch bez prítomnosti diskontinuit, mikrotrhlín či mikropórov. Nie je pozorovaná výrazná interdifúzia. Takéto rozhranie je typické pre kovy s nízkou vzájomnou rozpustnosťou, ktoré v tuhom stave vytvárajú navzájom nemiešateľné fázy [90] [88].



Obrázok 41 Rozhranie Fe-Cu, prevzaté z [88]

Podrobnejšia EDS analýza pozdĺž rozhrania bola vykonaná s cieľom určiť rozloženie prvkov a charakter difúzie medzi Cu a Fe. Na rozhraní bola identifikovaná difúzna zóna so šírkou približne 2 µm (obr. 41), čo potvrdzuje obmedzenú vzájomnú rozpustnosť týchto prvkov [88].

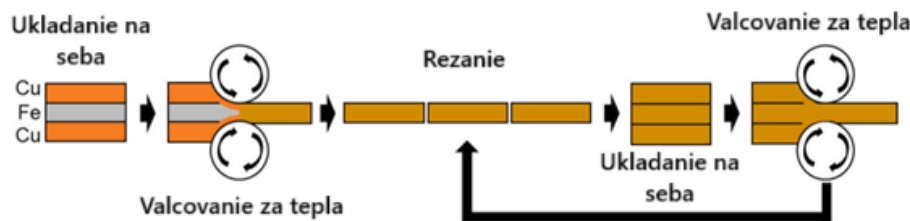
Na vyhodnotenie nanotvrdosti bolo vykonaných sedem meraní pomocou indentora typu Vickers pri aplikovanom zaťažení 2 mN. Podľa grafu znázorneného na obr. 42 možno konštatovať, že tvrdosť vrstvy Fe sa pohybovala v rozpätí 280–300 HV, pričom tvrdosť vrstvy Cu bola v rozsahu približne 150–190 HV. V prípade Fe vrstvy sa tvrdosť so zvyšujúcou sa vzdialenosťou od rozhrania Cu–Fe (od 3 mm smerom do objemu) výrazne nemenila. Najvyššia zaznamenaná hodnota nanotvrdosti vo vrstve Fe bola 327 HV, zatiaľ čo vo vrstve Cu bola dosiahnutá maximálna hodnota približne 179 HV. Rozhranie Cu–Fe vykazuje lokálne zvýšené hodnoty tvrdosti v dôsledku tvorby binárnej zliatiny, ktorá je tvrdá a krehká. Táto zóna má šírku približne 4 µm smerom do oboch vrstiev – Cu aj Fe [88].



Obrázok 42 Vyhodnotenie nanotvrdosti Cu vrstvy, Fe vrstvy a rozhrania, upravené a prevzaté z [88]

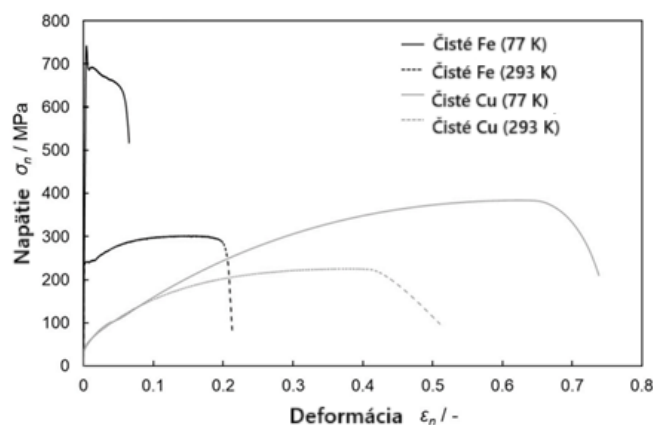
Cieľom výskumu Kogu a kol. [91] bola výroba Cu-Fe laminátov s rôznym počtom vrstiev metódou akumulatívneho valcového spájania (z angl. „accumulative roll bonding“, ARB), objasnenie vplyvu počtu vrstiev na mikroštruktúru a mechanické pevnostné vlastnosti laminátov pri nízkych teplotách. Experimentálnym materiálom boli plechy z čistej Cu (Cu-0,04 hmot.% > O) a čistého Fe (Fe-0,03 hmot.% > C-0,5 hmot. % > Mn), z ktorých sa metódou ARB vyrábali Cu-Fe lamináty s hrúbkou jednej vrstvy približne 2 mm. Valcovaním za tepla boli vytvorené 3-vrstvové laminované plechy so štruktúrou Cu-Fe-Cu. Tento trojvrstvový plech bol následne rozrezaný na tri časti, ktoré sa uložili na seba tak, aby sa „spojovacie hranice“ nachádzali na rozhraní vrstiev Cu. Nasledovalo opätovné valcovanie za tepla. Týmto spôsobom

možno popísať jeden cyklus ARB. Laminát so 7 vrstvami bol pripravený po 1 cykle ARB, zatiaľ čo lamináty s 55, 163 a 1459 vrstvami boli získané po 3, 4 a 6 cykloch. Po ukončení procesu ARB boli vzorky žíhané pri teplote 1123 K počas 1,8 ks a následne rýchlo ochladené vo vode. Na obr. 43 je znázornený schematický popis ARB technologického postupu výroby Cu-Fe laminátov [91].



Obrázok 43 Technologický postup zhotovenia Cu-Fe laminátov ARB, upravené a prevzaté z [91]

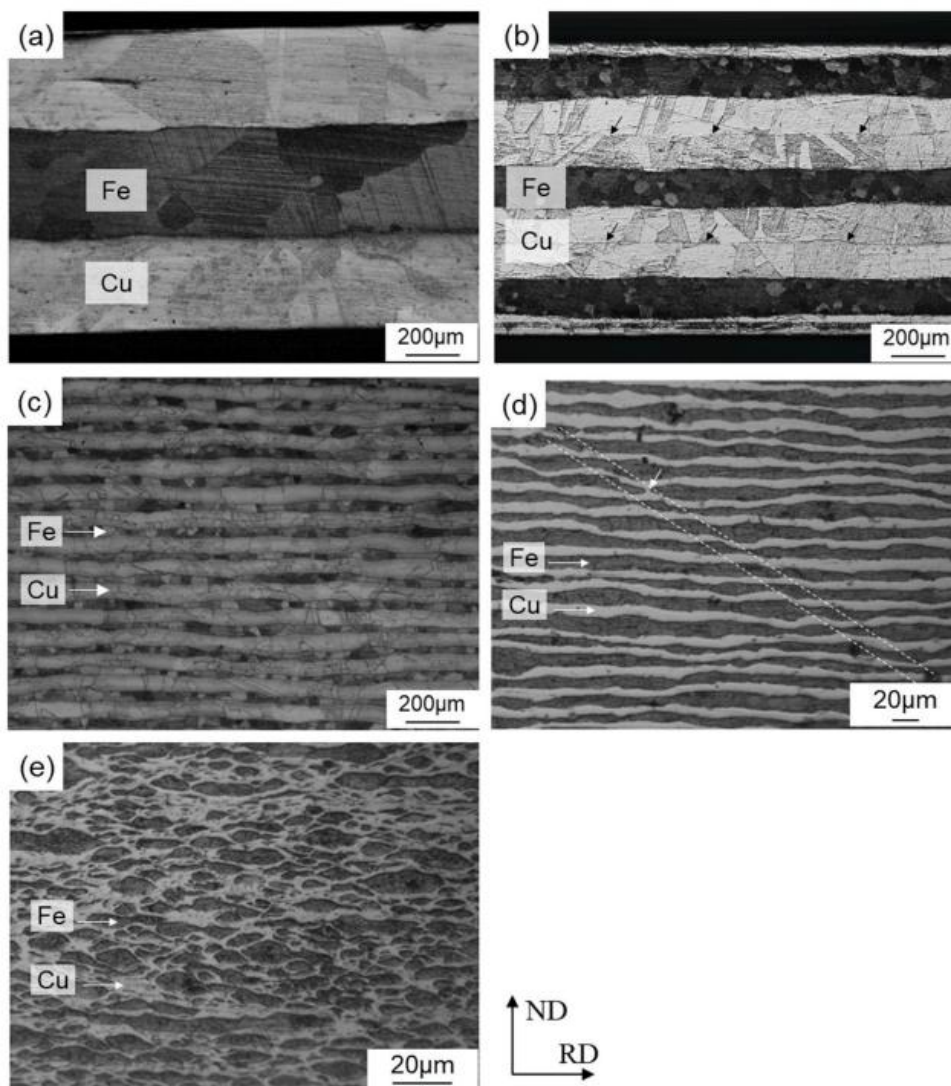
Pre vyhodnotenie mechanických vlastností vrstiev čistého Fe a čistej Cu bola najprv prevedená skúška ťahom, ktorej výsledky sú zobrazené na obr. 44 [91].



Obrázok 44 Graf závislosti napätia od deformácie vrstiev čistých Cu a Fe použitých pre výrobu laminátov Cu-Fe pri teplotách 293 K a 77 K, upravené a prevzaté z [91]

V prípade vrstvy Cu bola identifikovaná nízka medza klzu, vysoká rýchlosť vytvrdzovania (z angl. „high work-hardening rate“) a vysoké predĺženie pri oboch skúšobných teplotách. Medza klzu čistej Cu pri 77 K bola porovnateľná s hodnotou pri 293 K, avšak rýchlosť vytvrdzovania sa so znižujúcou sa teplotou výrazne zvýšila. Vysokú rýchlosť vytvrdzovania a značné predĺženie pozorované pri 77 K možno pripísať zvýšenému výskytu deformačných dvojčiat, ku ktorému dochádza pri nižších teplotách. Naopak, vrstva čistého Fe vykazovala pri teplote 77 K vysokú medzu klzu a nízke predĺženie, čo je typická teplotná závislosť ťahových vlastností kovov s kubickou priestorovo centrovanou mriežkou [92].

Na obr. 45 sú znázornené priečne rezy mikroštruktúry Cu-Fe laminátov s rôznym počtom vrstiev: (a) 3, (b) 7, (c) 50, (d) 100 a (e) 1000. Mikroštruktúra Fe vrstvy sa vyznačuje rovnoosými zrnami, zatiaľ čo vrstva Cu obsahuje v zrnách žíhacie dvojčatá. So zvyšujúcim sa počtom vrstiev sa veľkosť zrna znižuje. Vrstvená štruktúra Cu-Fe laminátov bola zachovaná do počtu vrstiev na 100, v prípade 1000-vrstvového laminátu došlo k lomu. Na rozhraní medzi časticami Cu je možné pozorovať inklúzie s tmavým kontrastom, s najväčšou pravdepodobnosťou sa jedná o oxidy, ktorých prítomnosť vedie k zníženiu elektrického odporu a pevnosti v ťahu [91].



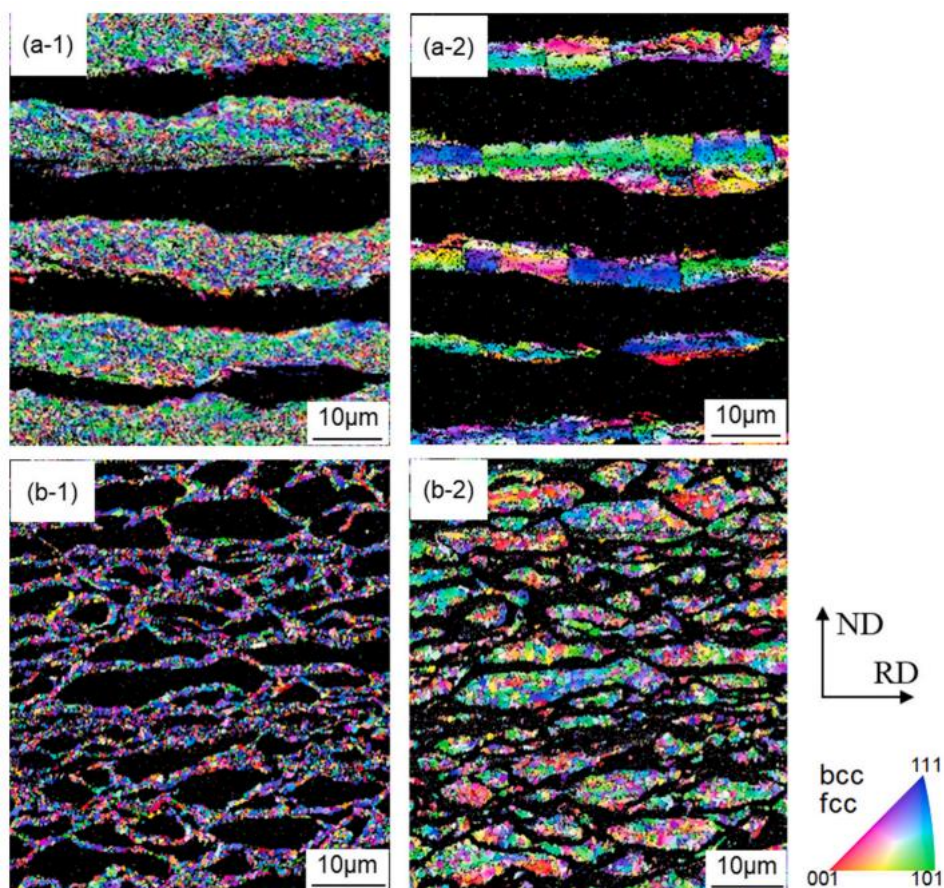
Obrázok 45 Snímky priečných rezov štruktúry (a) 3-, (b) 7-, (c) 50-, (d) 100- a (e) 1000-vrstvových laminátov Cu-Fe vyhotovené prostredníctvom svetelnej mikroskopy, prevzaté z [91]

Tabuľka 1 popisuje hrúbku vrstvy, tvrdosť podľa Vickersa a priemernú veľkosť zrna Cu-Fe laminátov s rôznym počtom vrstiev. Tvrdosť podľa Vickersa Cu a Fe vrstiev sa zvyšovala s nárastom počtu vrstiev a znižovaním veľkosti zrn.

Tabuľka 1 Hrúbka vrstvy, tvrdosť podľa Vickersa a priemerná veľkosť zrna Cu-Fe laminátov s rozličným počtom vrstiev, upravené a prevzaté z [91]

Počet vrstiev	Hrúbka vrstvy [μm]		Tvrdosť podľa Vickersa [HV]		Priemerná veľkosť zrna [μm]	
	Cu	Fe	Cu	Fe	Cu	Fe
3	400	400	69	110	250	250
7	270	150	67	106	80	50
50	25	17	78	129	20	20
100	11	9	110	167	<1	<1
1000	2	3	102	169	<1	<10

Na obr. 46 sú znázornené mapy IPF (z angl. „inverse pole figure“) pozdĺž smeru valcovania pre Cu a Fe vrstvy v 100 a 1000-vrstvových Cu-Fe laminátoch [91].

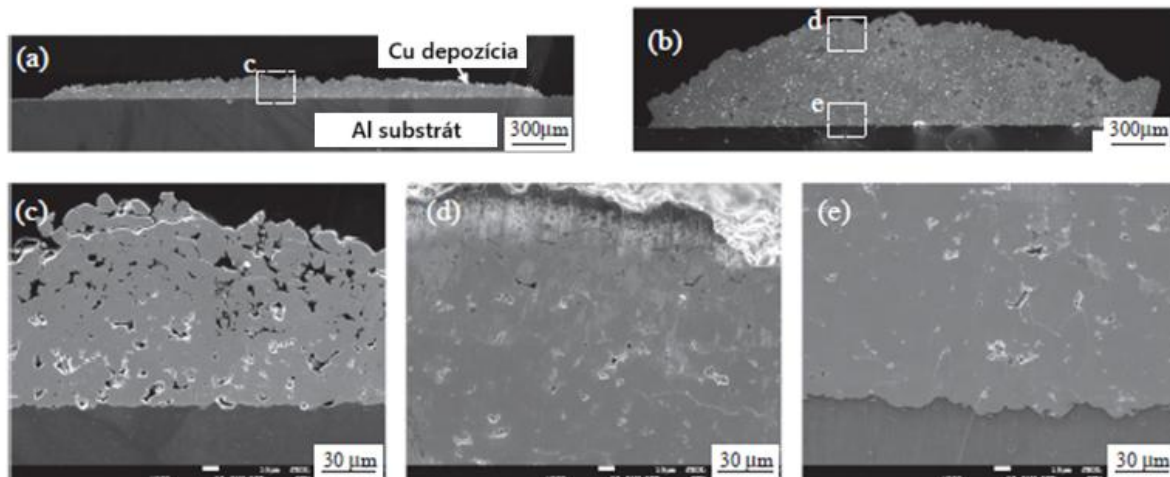


Obrázok 46 IPF mapy (a-1), (b-1) Cu a (a-2), (b-2) Fe vrstiev v (a-1), (a-2) 100 a (b-1), (b-2) 1000-vrstvových Cu-Fe laminátoch, prevzaté z [91]

V prípade 100-vrstvového laminátu Cu-Fe pozostávala Cu vrstva z ultrajemných zŕn s veľkosťou menej ako 1 μm , zatiaľ čo vrstva Fe obsahovala pomerne hrubšie zrná s veľkosťou približne 10 μm . V prípade 1000-vrstvového laminátu mali obe vrstvy, Cu aj Fe, ultrajemnozrnnú štruktúru. Rýchlosť rekryštalizácie sa pravdepodobne zvyšuje s nárastom počtu vrstiev v dôsledku zvyšujúceho sa počtu rozhraní Cu-Fe, čo vedie k zjemneniu zŕn [91] [93].

2.4.1 CS povlak na báze Cu

Výskum Fukumota a kol. bol orientovaný na charakteristiku a vývoj mikroštruktúry Cu povlaku nanoseného metódou CS na hliníkový substrát EN AW-1050. Na sledovanie adhézie Cu častíc na Al substrát boli častice Cu s priemerom 10 μm nanášané pri rôznych hodnotách tlaku nosného plynu v rozmedzí 0,45 – 0,73 MPa (LPCS). So zvyšujúcim sa tlakom nosného plynu nastalo zvýšenie hrúbky povlaku; pri tlaku plynu 0,73 MPa bola hrúbka vrstvy približne 25 μm . Na účely vyhodnotenia elektrického odporu, pevnosti a hustoty povlaku bolo potrebné vytvoriť vrstvu s väčšou hrúbkou až do 600 μm . Túto hrúbku bolo možné dosiahnuť deponovaním Cu častíc prášku s veľkosťou 20 μm pri tlaku nosného plynu do 0,6 MPa. Rýchlosť pohybu trysky bola 25 mm/s, rýchlosť podávania prášku 17,0 g/min a teplota nosného plynu 723 K ($\sim 450\text{ }^\circ\text{C}$) [94].



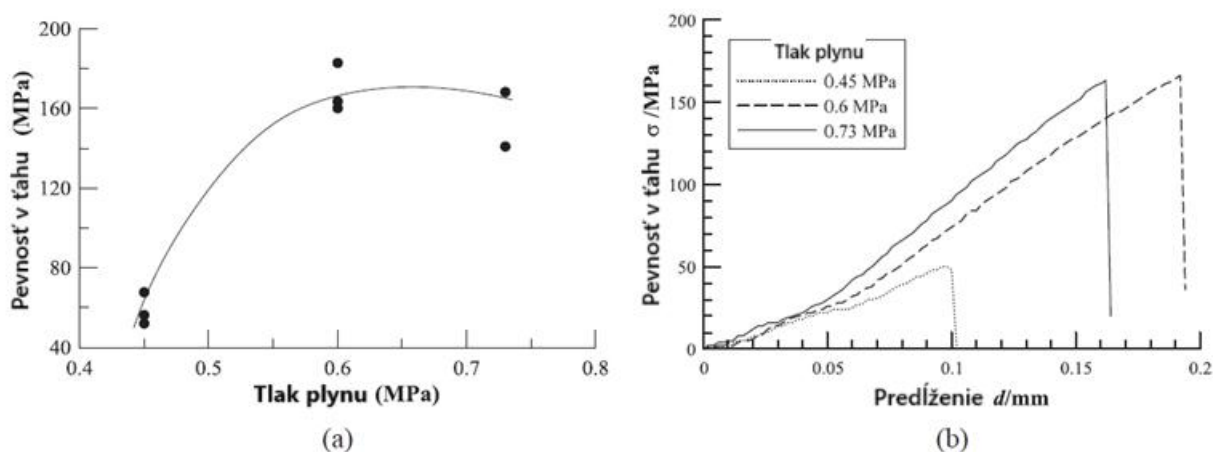
Obrázok 47 Priečný rez povlakom Cu s nanesenými časticami s veľkosťou 20 μm pri rôznych hodnotách tlaku nosného plynu (a) 0,45 MPa, (b) 0,6 MPa, upravené a prevzaté z [94]

Vývoj hustoty povlaku, elektrického odporu a dosiahnutej hrúbky vrstvy v závislosti od zvyšovania tlaku plynu je zobrazený v tab. 2 [94].

Tabuľka 2 Fyzikálne vlastnosti nanesených Cu povlakov pri rozličných tlakoch nosného plynu, upravené a prevzaté z [94]

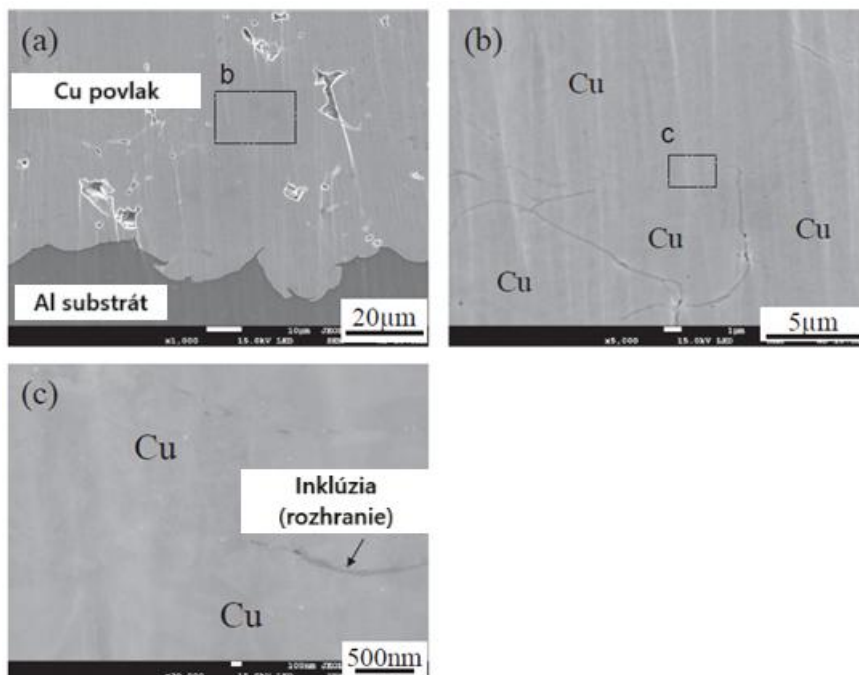
Tlak plynu (MPa)	0,45	0,6	0,75
Hustota (g/cm^3)	6,4	7,5	8,0
Pórovitosť (%)	28,6	16,3	10,7
Rezistivita ($\Omega\cdot\text{m}$)	$1,2\cdot 10^{-7}$	$3,3\cdot 10^{-7}$	$2,7\cdot 10^{-7}$
Maximálna hrúbka (μm)	150	600	750

Hodnoty elektrického odporu Cu povlakov boli približne 10-krát vyššie v porovnaní s objemovým (bulkovým) Cu, ktorého odpor je približne $1,7\cdot 10^{-8} \Omega\cdot\text{m}$ [95]. V prípade Cu povlaku, ktorý bol vyhotovený pri tlaku nosného plynu 0,45 MPa je zo snímok viditeľné veľké množstvo prítomných pórov (obr. 47c). Výrazné zvýšenie hustoty povlaku a zníženie veľkosti a množstva pórov nastalo pri náraste tlaku plynu z 0,45 MPa na 0,73 MPa (obr. 47). Obr. 48 znázorňuje závislosť medze pevnosti v ťahu od tlaku nosného plynu a deformácie [94].



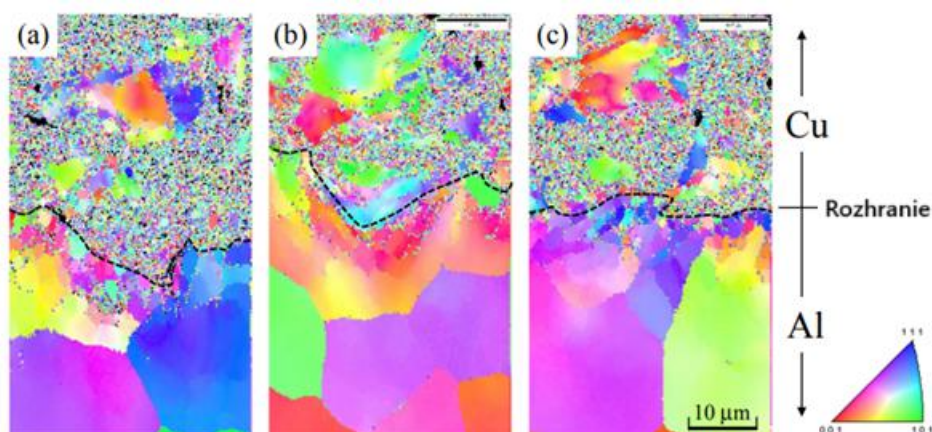
Obrázok 48 Grafy závislosti pevnosti v ťahu na tlaku nosného plynu (a) a deformácii (b), upravené a prevzaté z [94]

Pevnosť v ťahu Cu povlakov sa zvyšovala so vzrastajúcim tlakom nosného plynu. Zmena pevnosti v ťahu v závislosti od tlaku plynu vykazovala takmer rovnaký trend ako zmena hustoty povlaku [94].



Obrázok 49 Mikroštruktúra Cu povlaku s veľkosťou častíc 20 μm , ktorý bol nanesený pri tlaku plynu 0,73 MPa, upravené a prevzaté z [94]

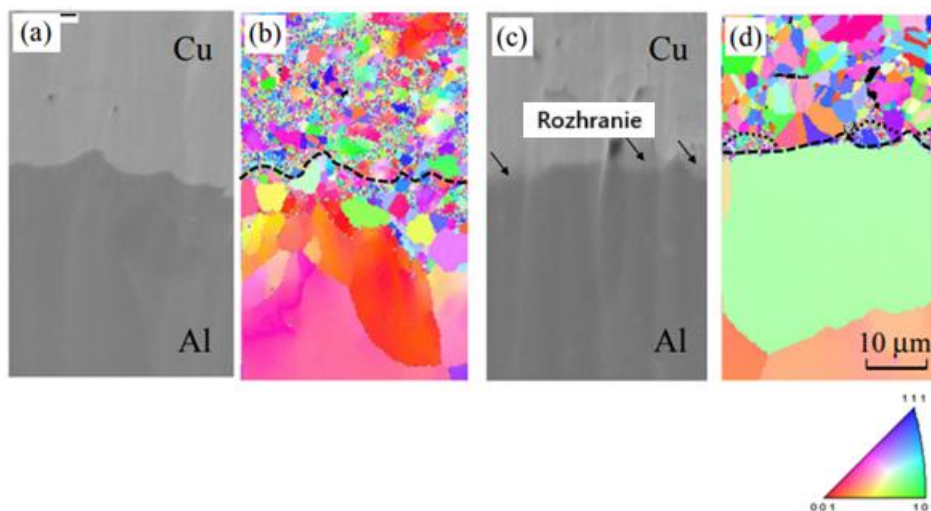
Obr. 49 popisuje mikroštruktúru Cu povlaku s 20 μm časticami, ktorý bol nanesený pri tlaku nosného plynu 0,75 MPa. Na obr. 49b a 49c sú viditeľné inklúzie s tmavým kontrastom. S najväčšou pravdepodobnosťou sa jedná o oxidy, ktorých prítomnosť vedie k zníženiu elektrického odporu a pevnosti v ťahu [94].



Obrázok 50 IPF mapy orientácie zŕn na rozhraní medzi Al substrátom a Cu povlakom, ktorý bol nanesený pri rôznych tlakoch nosného plynu a) 0,45 MPa, b) 0,6 MPa a c) 0,73 MPa, upravené a prevzaté z [94]

Obr. 50 zobrazuje IPF mapy orientácie zŕn na rozhraní medzi Al substrátom a Cu povlakom, ktorý bol nanesený pri rôznych tlakoch nosného plynu. V oblasti blízko Al/Cu rozhrania sa v hliníkovom substráte vytvorila jemnozrnná štruktúra s veľkosťou zŕn na úrovni niekoľkých mikrometrov. Tento jav bol spôsobený plastickou deformáciou a zvýšením teploty v dôsledku nárazov častíc Cu pri vysokej rýchlosti, čo viedlo k dynamickej rekryštalizácii a zjemneniu zŕn.

V oblasti s výraznou rekryštalizáciou boli zaznamenané zašumené EBSD (z angl. „electron backscatter diffraction“) signály. V Cu povlaku, v blízkosti Cu/Al rozhrania, sa nepodarilo jednoznačne detekovať EBSD vzory, keďže častice Cu prešli výraznou plastickou deformáciou a počas CS procesu sa v nich nahromadilo značné množstvo zvyškového napätia. Následné tepelné spracovanie bolo aplikované s cieľom zmierniť napätie indukované v Al substráte [94].



Obrázok 51 Snímky zo SEM a IPF mapy v blízkosti rozhrania Cu/Al po tepelnom spracovaní pri 473 K (a-b) a 673 K (c-d) počas 3,6 ks (1 hod), upravené a prevzaté z [94]

Obr. 51 znázorňuje IPF mapy v oblasti blízko rozhrania medzi nanosenou vrstvou Cu a hliníkovým substrátom po tepelnom spracovaní pri 473 K a 673 K počas 3,6 ks. Tepelné spracovanie pri 473 K viedlo k nepatrnému rastu zŕn v oblastiach Al aj Cu. Naopak, pri tepelnom spracovaní pri 673 K došlo k takmer úplnej rekryštalizácii oboch materiálov, pričom boli pozorované výrazné hrubozrnné štruktúry [94].

2.4.2 CS povlak na báze Fe

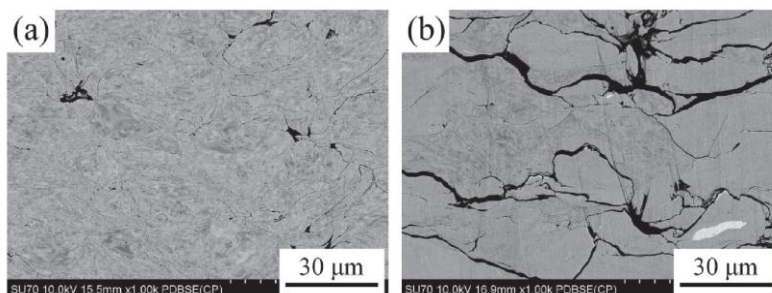
Výskum Ito a kol. [96] bol zameraný na charakterizáciu a zlepšenie mechanických pevnostných vlastností povlaku z čistého Fe s jemnozrnnou štruktúrou vyhotoveného CS metódou. CS prášok na báze Fe (0,007 hmot. % C, D50 = 26,8 μm, výrobca ITOH KIKOH Co. Ltd., Japonsko) bol pripravený guľovým mletím. Prášok a oceľové guľôčky SUJ2 s priemerom 8 mm boli spracované pri 1400 ot./min počas 20 hod a pri atmosférickom tlaku. Týmto spôsobom bolo možné pripraviť prášok s časticami s veľkosťou približne 100 nm. V experimentoch boli použité dve varianty CS práškov:

- MM20 – zmes prášku pripraveného guľovým mletím a 20 hmot. % pôvodného (neupraveného prášku)
- NonMM – prášok, ktorý nebol podrobený guľovému mletiu.

Prášky boli nanosené metódou CS na substrát z ocele SS400 (JIS G 3101) s rozmermi 40 x 40 x 10 mm. Pri depozícii bol ako pracovný plyn použitý dusík pri tlaku 5 MPa a teplote 1000 °C. Cieľová hrúbka povlaku bola nastavená na 1,5 mm. Rýchlosť pohybu dýzy bola 300 mm/s a vzdialenosť dýzy od povrchu substrátu bola na úrovni 30 mm.

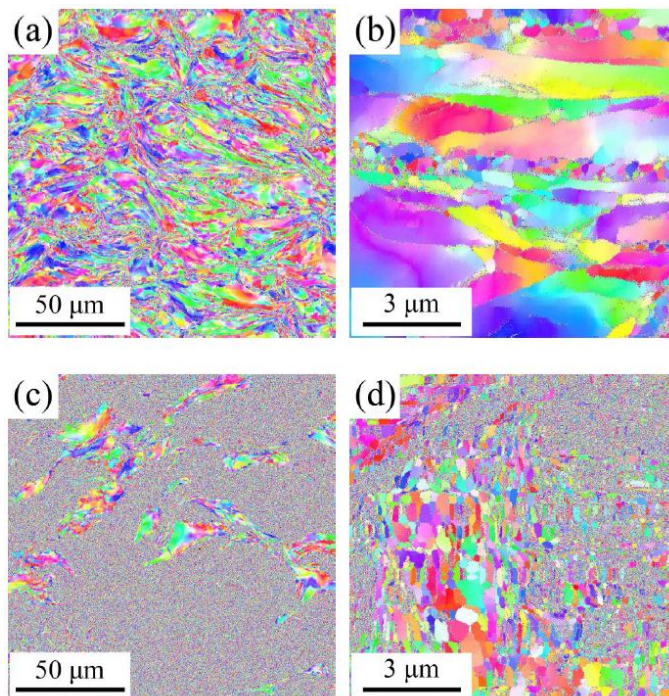
Mikroštruktúra nanoseného povlaku bola analyzovaná pomocou SEM. Pred pozorovaním bol povrch vzoriek iónovo leštený. Na určenie veľkosti zŕn bola aplikovaná metóda EBSD. Na vyhodnotenie pevnosti v ťahu boli skúšobné vzorky vyrezané v pozdĺžnom smere pomocou

drôtového elektroiskrového obrábania. Každý typ prášku bol testovaný dvakrát. Na obr. 52 sú znázornené snímky prierehového rezu jednotlivých povlakov. V prípade vzorky NonMM (obr. 52a) je napriek výskytu rozhraní medzi časticami a pórov zrejme, že povlak vykazuje vysokú hustotu. Naopak, vo vzorke MM20 (obr. 52b) sú na rozhraniach medzi časticami viditeľné medzery, čo naznačuje nedostatočnú kohéziu materiálu [96].



Obrázok 52 Snímka zo SEM: mikroštruktúra CS povlaku: (a) NonMM a (b) MM20, prevzaté z [96]

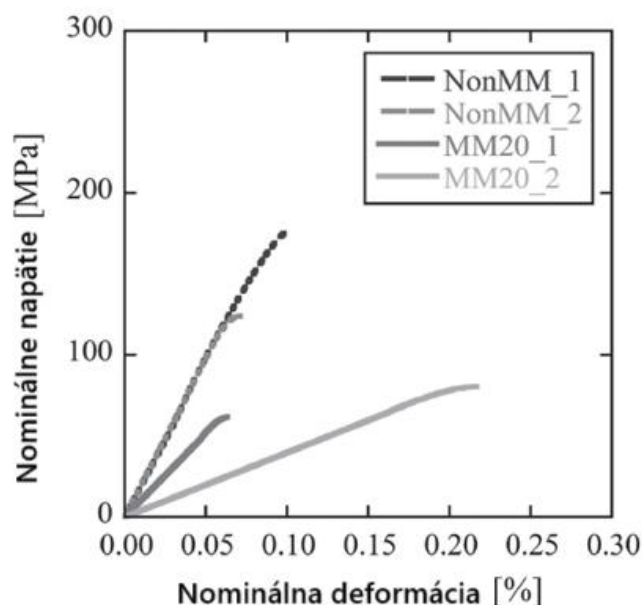
Na obr. 53 sú znázornené IPF mapy jednotlivých povlakov získané analýzou EBSD. Zrná viditeľné na obr. 53a, b sú značne deformované. Orientácia kryštálov sa v rámci kryštálových zŕn kontinuálne mení, čo naznačuje, že v kryštálových zrnách sa indukuje veľká plastická deformácia. Okrem toho je možné v niekoľkých oblastiach v blízkosti rozhrania častica-častica pozorovať jemné kryštálové zrná. Tieto výsledky naznačujú výraznú plastickú deformáciu častíc počas ich nárazu na povrch substrátu. Niektoré zo zŕn vystavené veľkej plastickej deformácii sú zjemnené rekryštalizáciou. Vzorka MM20 obsahuje hrubé zrná s plynulo sa meniacou orientáciou kryštálov, ale aj viditeľne jemné zrná. Z obr. 53d možno vidieť, že niektoré zrná sú zjemnené na menej ako 100 nm [96].



Obrázok 53 IPF mapy CS povlakov: a), b) NonMM; c), d) MM20, prevzaté z [96]

Na obr. 54 je znázornený graf závislosti napätia na deformácii pre vzorky NonMM a MM20 získaný zo skúšky ťahom. V tabuľke 3 sú uvedené hodnoty Youngovho modulu pružnosti v ťahu a pevnosti v ťahu, ktoré boli určené z príslušných napäťovo-deformačných kriviek. Plastická deformácia bola len minimálna, pričom obe vzorky - NonMM aj MM20 – vykazovali

charakteristické krehké porušenie (obr. 54). Hodnota Youngovho modulu dosiahla približne 192 GPa, čo je relatívne blízka hodnota modulu pružnosti čistého bulkového Fe (~200 GPa [97]) Tvar napät'ovo-deformačných kriviek vzorky MM20 sa vzájomne výrazne líšil, čo bolo spôsobené nedostatočnou väzbou medzi časticami [96].

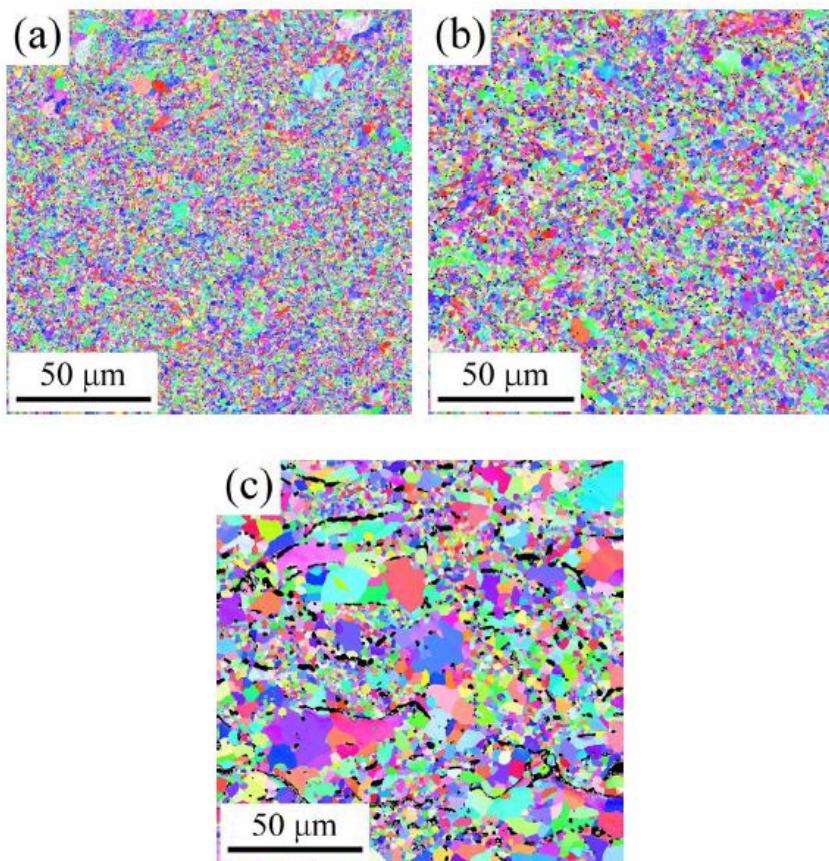


Obrázok 54 Graf závislosti napätia na deformácii vzoriek NonMM a MM20 - skúška ťahom, upravené a prevzaté z [96]

Tabuľka 3 Mechanické vlastnosti vzoriek NonMM a MM20, upravené a prevzaté z [96]

	Youngov modul pružnosti v ťahu [GPa]	Pevnosť v ťahu [MPa]
NonMM	192 ± 3	150 ± 26
MM20	71 ± 32	71 ± 10

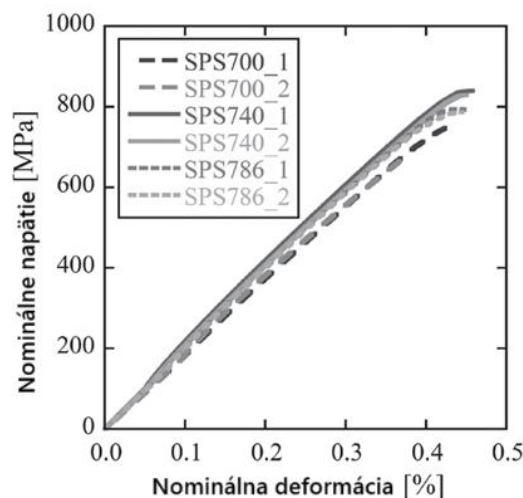
Na zlepšenie mechanických vlastností boli vzorky podrobené valcovaniu za studena, žihaniu a iskrovému plazmovému spekaniu (z angl. „Spark Plasma Sintering“, SPS). Valcovanie za studena bolo aplikované s cieľom zlepšiť kohéziu medzi časticami a potlačiť efekt hrubnutia zrn. Počas valcovania pôsobí v blízkosti povrchu vzorky šmykové napätie v dôsledku trenia medzi valcom a vzorkou. Predpokladá sa, že šmykové napätie prekračuje adhéznou pevnosť medzi povlakom a substrátom, čo vedie k delaminácii. Tento jav naznačuje, že ťahové pevnostné vlastnosti povlakov s nízkou adhéznou pevnosťou je obtiažne zlepšiť valcovaním za studena. Po valcovaní za studena nasledovalo tepelné spracovanie pri teplotách 755, 805 a 855 °C počas 5 min. Vplyv tepelného spracovania na veľkosť zrn v prípade vzorky MM20 nebolo možné kvantitatívne vyhodnotiť z dôvodu prítomnosti malých, ale aj veľkých zrn, preto bola predmetom ďalšieho výskumu len vzorka NonMM. Snímky IPF máp vzorky NonMM po tepelnom spracovaní vyhotovené metódou EBSD sú zobrazené na obr. 55. Možné je pozorovať výrazné hrubnutie kryštálových zrn so zvyšujúcou sa teplotou tepelného spracovania. Z obr. 55c je vidieť, že nie všetky zrná hrubli rovnomerne. Pre ďalšie experimenty boli zvolené teploty žihania menej ako 800°C, keďže pri vyšších teplotách nastalo výrazné hrubnutie zrn [96].



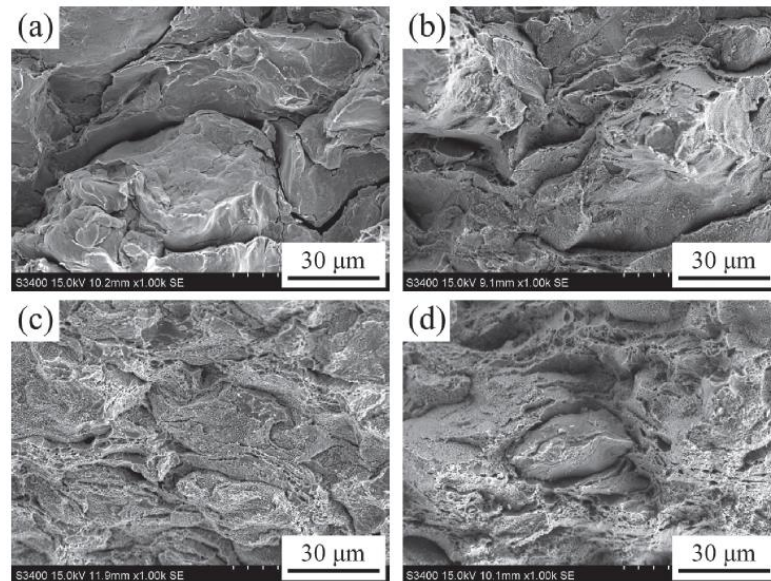
Obrázok 55 IPF mapy vzorky NonMM po tepelnom spracovaní pri teplotách a) 755 °C, b) 805 °C, c) 855 °C, prevzaté z [96]

Ďalšie experimenty boli zamerané na aplikáciu procesu SPS na tepelne spracované vzorky MM20. Teploty spekania 700, 740 a 786 °C počas doby 5 min. Počas doby výdrže na danej teplote bolo na vzorky aplikované tlakové zaťaženie s cieľom vyvolania tlakového napätia na úrovni 50 MPa v kolmom smere na povrch vzoriek. Nasledovalo vyhodnotenie mechanických vlastností pomocou skúšky ťahom. Najvyššia pevnosť v ťahu, približne 835 MPa (obr. 56), bola dosiahnutá pri teplote 740 °C (vzorka SPS740), čo predstavuje približne štvornásobok pevnosti základného materiálu [96].

Pozorovanie lomovej plochy (obr. 57) potvrdilo, že pri teplotách 740 °C a 786 °C došlo k výraznému zlepšeniu kohézie častíc. Oba typy vzoriek v stave po CS depozícii vykazovali krehké porušenie na rozhraní jednotlivých častíc. Po aplikácii procesu SPS sa na niekoľkých miestach lomovej plochy vzorky SPS700 objavila tvorba drobných jamiiek. Naopak, drobné jamky sa tvorili takmer na celej lomovej ploche v prípade vzoriek SPS740 a SPS786, čo naznačuje prítomnosť tvárneho mechanizmu porušenia [96].



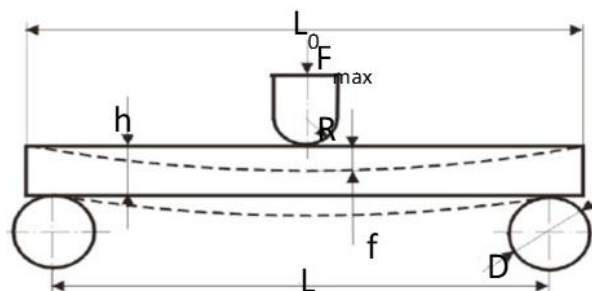
Obrázok 56 Graf závislosti napätia na deformácii vzoriek MM20 po SPS - skúška ťahom, upravené a prevzaté z [96]



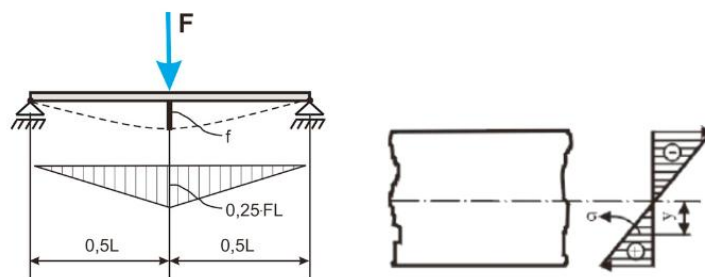
Obrázok 57 Snímky zo SEM lomovej plochy vzoriek po skúške ťahom: a) v stave po CS depozícii MM20, b) SPS700, c) SPS740 a d) SPS786, prevzaté z [96]

2.5 Skúška trojbodovým ohybom kompozitných materiálov

Scutaru a kol. [98] bola vykonaná skúška trojbodovým ohybom vzoriek štruktúrnych kompozitov. Schéma priebehu skúšky je zobrazená na obr. 58. Vzorka bola umiestnená medzi dvoma podperami a zaťažovaná prítláčnym ťňom.



Obrázok 58 Schéma skúšky trojbodovým ohybom, prevzaté z [98]



Obrázok 59 Rozloženie ohybových napätí, prevzaté z [98]

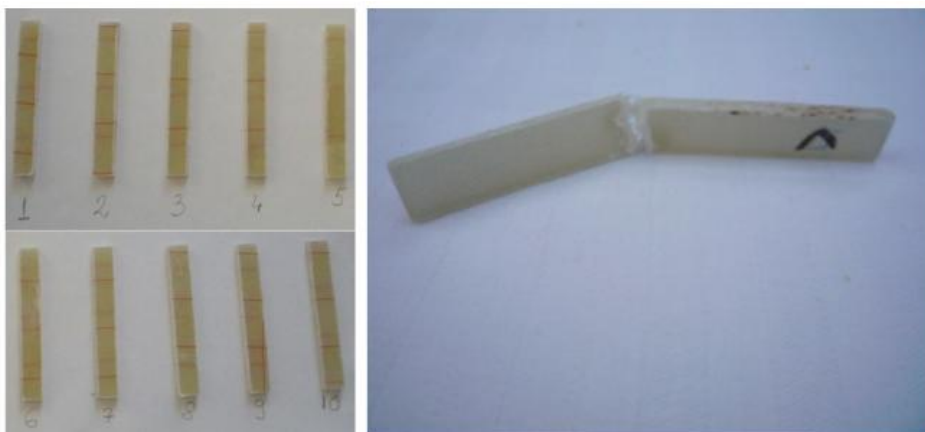
Napätie v skúšobnej vzorke je nehomogénne v dôsledku meniaceho sa ohybového momentu a lineárnej zmeny normálneho napätia v priečnom reze. Normálové napätie v jednom bode vzorky, vo vzdialenosti y od neutrálnej osi, sa vypočíta pomocou vzorca [98]:

$$\sigma = \frac{M_i}{I_z} * y \text{ [MPa]} \quad (4)$$

kde σ je normálové napätie [MPa], M_i predstavuje ohybový moment v priečnom reze [N.mm] a I_z je kvadratický moment prierezu [mm⁴]. Maximálny priehyb v strede vzorky popisuje vzorec:

$$f = \frac{F * L^3}{48 * E * I_z} * y \text{ [mm]} \quad (5)$$

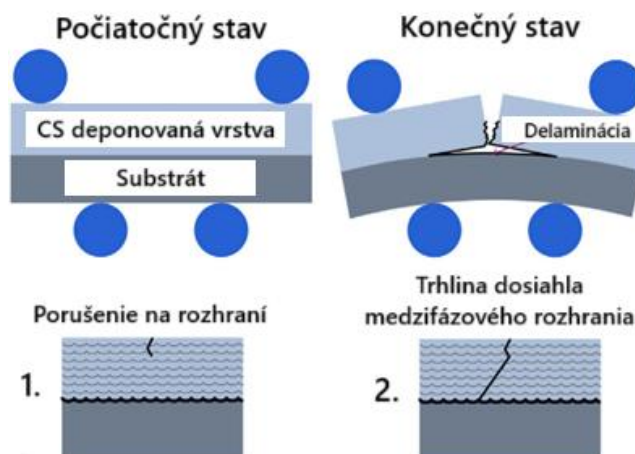
kde F predstavuje maximálne zaťaženie, pri ktorom dochádza k lomu vzorky [N], L je vzdialenosť medzi podperami [mm], E znázorňuje modul pružnosti v ohybe [GPa] a I_z je kvadratický moment prierezu [mm⁴]. Vzorky testované Scutaru a kol. sú znázornené na obr. 60. Vrchná a spodná vrstva boli OSB dosky, uprostred sa nachádzali vrstvy s obsahom sklených vlákien.



Obrázok 60 Testované vzorky pred a po skúške trojbodovým ohybom, prevzaté z [98]

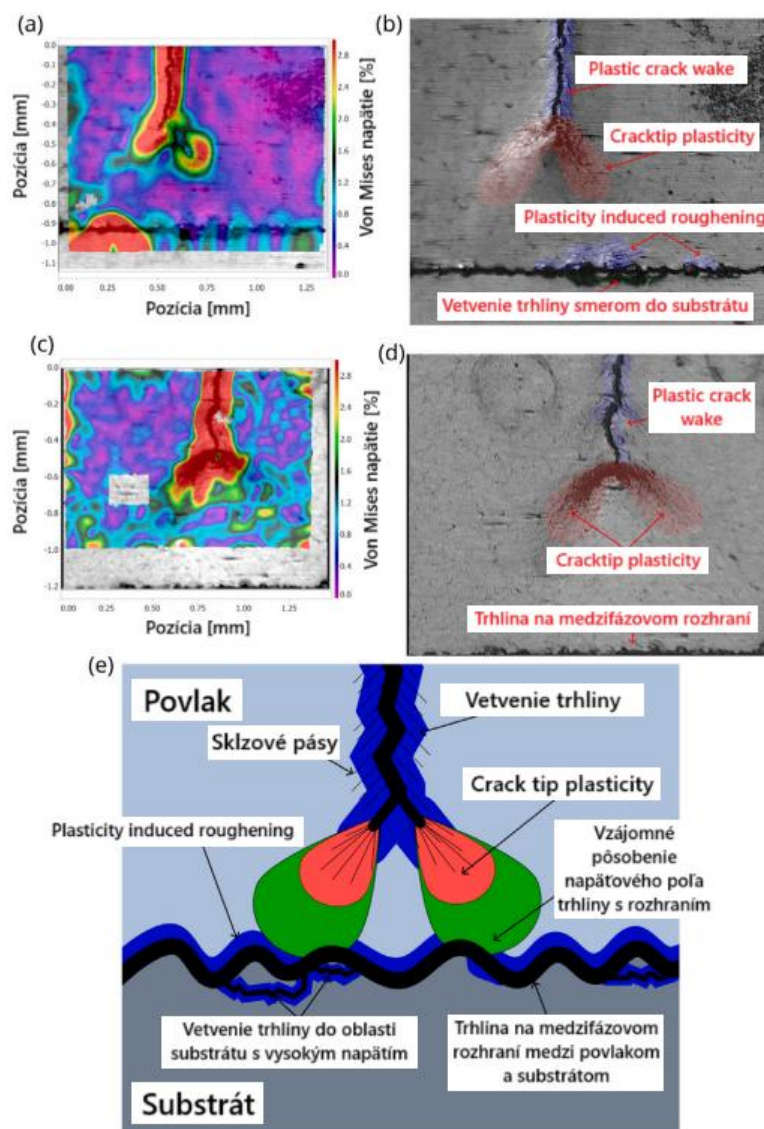
2.6 Delaminácia

Delaminácia je jav, pri ktorom dochádza k oddeleniu jednotlivých vrstiev – laminátov – v kompozitnom materiáli. Hlavnou príčinou tohto javu je strihové napätie vznikajúce medzi jednotlivými vrstvami pretože každá vrstva má tendenciu deformovať sa samostatne v dôsledku odlišných anizotropných vlastností. Najväčšie strihové napätia sa sústreďujú na okrajoch laminátu, kde môžu viesť k vzniku delaminácie [99].



Obrázok 61 Skúška 4-bodovým ohybom, upravené a prevzaté z [100]

Bond a kol. [100] bol aplikovaný CS prášok EN AW-6061 na substrát EN AW-6061-T6. Na vyhotovených vzorkách bola prevedená skúška štvorbodovým ohybom (obr. 61).

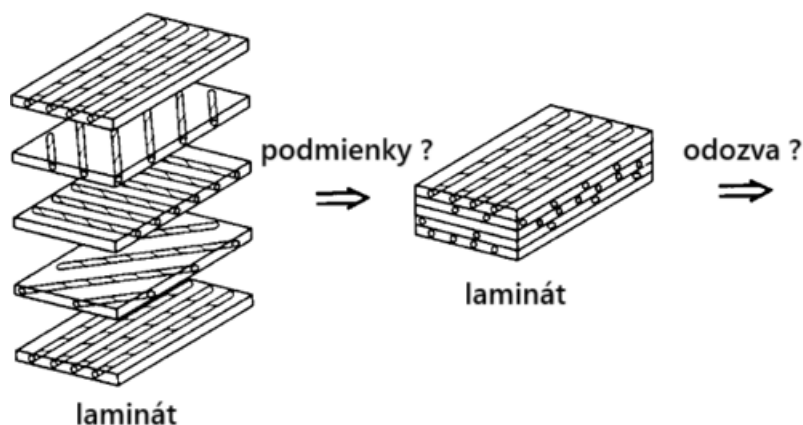


Obrázok 62 DIC mapy zachytávajúce delamináciu vrstvy CS nástreku od substrátu, upravené a prevzaté z [100]

Obr. 62 zachytáva rast trhliny naprieč vrstvou CS nástreku. Po dosiahnutí rozhrania medzi CS vrstvou a substrátom nasledovalo jej šírenie pozdĺž rozhrania. K delaminácii došlo v dôsledku cyklického zaťažovania. Napätové pole v okolí čela trhliny interagovalo s rozhraním medzi povlakom a substrátom, čím dochádzalo k jeho oddeľovaniu (debondingu) (obr. 62e červené a zelené oblasti). Za čelom trhliny bola viditeľná plastická „stopa“. Plastická deformácia bola pozorovaná aj v okolí trhliny na rozhraní medzi povlakom a substrátom [100].

2.7 Teórie vrstvených laminátov

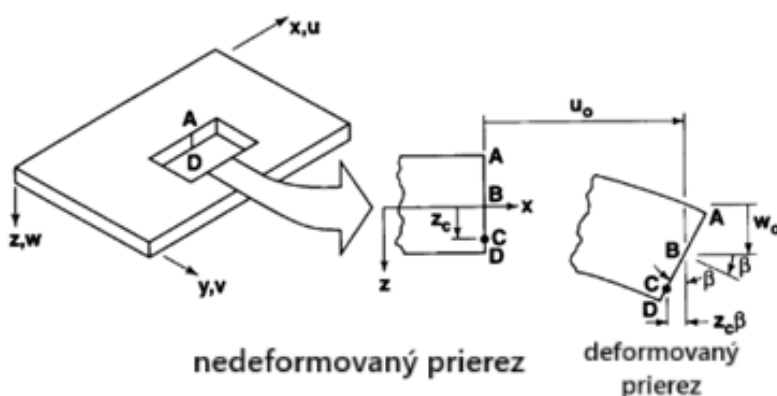
Mechanické správanie viacvrstvených laminátov, v ktorých má každá vrstva odlišnú orientáciu a vlastnosti, je popísané prostredníctvom teórií vrstvených laminátov, ktoré sú rozpracované v rámci nasledovných podkapitol. Ako je znázornené na obr. 63, jednotlivé vrstvy môžu byť orientované ľubovoľne, pričom hlavným cieľom tvorby laminovaného kompozitu je prispôbiť smerovo závislé vlastnosti tuhosti a pevnosti kompozitného materiálu tak, aby zodpovedali zaťažovacím podmienkam daného nosného prvku [101].



Obrázok 63 Kľúčové aspekty analýzy vrstvených kompozitov, upravené a prevzaté z [102]

2.7.1 Klasická teória vrstvených laminátov

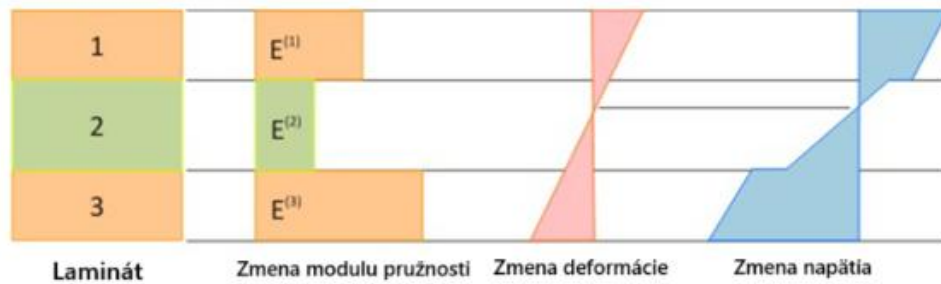
Klasická teória vrstvených laminátov, často označovaná aj ako klasická laminátová teória (z angl. „classical lamination theory“, CLT), predstavuje princíp, ktorý pomocou vhodných a dostatočne presných zjednodušujúcich predpokladov prevádza trojrozmerný problém elasticity na riešiteľný dvojrozmerný model. Na obr. 64 je znázornená geometria deformácie v rovine x - z [101].



Obrázok 64 Geometria deformácie v rovine x - z , upravené a prevzaté z [102]

Použitím CLT je umožnené vypočítať deformácie a napätia v jednotlivých vrstvách laminátu na základe známych mechanických vlastností vrstiev, ich orientácie a vonkajšieho zaťaženia. Predpoklady CLT vychádzajú z Kirchhoffovej–Loveovej hypotézy, ktorá bola pôvodne navrhnutá pre homogénne a izotropné materiály, pričom je potrebné zohľadniť nehomogenitu jednotlivých vrstiev laminátu [101]:

- Laminát sa skladá z dokonale spojených vrstiev.
- Každá laminátová vrstva je považovaná za homogénnu vrstvu so známymi efektívnymi vlastnosťami.
- Každá vrstva je v stave rovinnej napätosti.
- Jednotlivé vrstvy môžu byť izotropné, ortotropné alebo priečne izotropné.
- Laminát sa deformuje podľa Kirchhoffovej–Loveovej hypotézy pre ohyb a ťah tenkých dosiek:
 - Normály na strednú rovinu zostávajú po deformácii rovné a kolmé na strednú rovinu.
 - Normály na strednú rovinu nemenia svoju dĺžku [103] [101].



Obrázok 65 Objasnenie diskontinuity napätia na rozhraní vrstiev v lamináte, upravené a prevzaté z [103]

V prípade viacvrstvových laminátov, ktoré pozostávajú z rôznych materiálov alebo rovnakého materiálu s odlišnými orientáciami výstuží, dochádza k nehomogenite v smere hrúbky. Ako ilustruje obr. 65, každá vrstva (lamela) má svoj vlastný modul pružnosti $E^{(i)}$, čo spôsobuje rozdielne reakcie na vonkajšie zaťaženie. Za predpokladu, že medzi jednotlivými vrstvami je dokonalé spojenie, je deformácia (pretvorenie) v smere hrúbky spojitá – teda jednotlivé vrstvy sa deformujú rovnako. Vzhľadom na rozdielne tuhosti však nastáva nespojitá zmena v rozložení napätia – na rozhraní medzi dvoma vrstvami s odlišným modulom pružnosti dochádza k tzv. skokovej zmene napätia. Tento jav je priamym dôsledkom Hookovho zákona [103] [101]:

$$\sigma = E * \varepsilon \quad (6)$$

kde σ je napätie [MPa], E predstavuje modul pružnosti [GPa] a ε je deformácia [-]. Pri zachovaní rovnakého pretvorenia ε v rôznych vrstvách rastie alebo klesá napätie σ úmerne so zmenou modulu pružnosti E . Práve tento efekt je dôležité brať do úvahy pri analýze napät'ového stavu laminátov, najmä pri hodnotení rizika delaminácie alebo lokálneho porušenia na rozhraní vrstiev [103] [101].

Hoci klasická laminátová teória je primárne určená pre anizotropné vláknové kompozity, možno ju použiť ako aproximáciu aj pre kovové lamináty vytvorené metódou CS, najmä pri idealizovanom opise ich vrstvenej štruktúry. V prípade skúšky trojbodovým ohybom však treba zohľadniť, že ide o zjednodušený model, ktorý nezachytáva šmykové napätia a deformácie ani prípadné defekty na rozhraní vrstiev [103] [101] [104].

2.7.2 Ďalšie teórie vrstvených laminátov

Medzi ďalšie teórie laminátov možno zaradiť Reissner-Mindlinovu vrstvenú teóriu a teórie vrstiev vyšších rádov [101].

Reissner-Mindlinova teória vrstvených laminátov

Reissner-Mindlinova teória vrstvených laminátov, známa aj ako teória vrstvených laminátov prvého rádu, rozširuje CLT o možnosť zohľadniť priečne šmykové deformácie, ktoré sú pri hrubších laminátoch nezanedbateľné. Na rozdiel od CLT predpokladá, že normály na stredovú rovinu zostávajú po deformácii rovné, ale nie kolmé, čo umožňuje realistejšie zachytiť mechanické správanie vrstiev pri ohybe. Táto teória je preto vhodnejšia na analýzu laminátových štruktúr s väčšou hrúbkou alebo zložitejším rozložením vrstiev. Na získanie presných výsledkov je potrebné zaviesť korekčný faktor šmyku, keďže sa predpokladá konštantné rozloženie šmykového napätia cez hrúbku (čo v realite nie je presné) [104].

Teórie vrstvených laminátov vyšších rádov

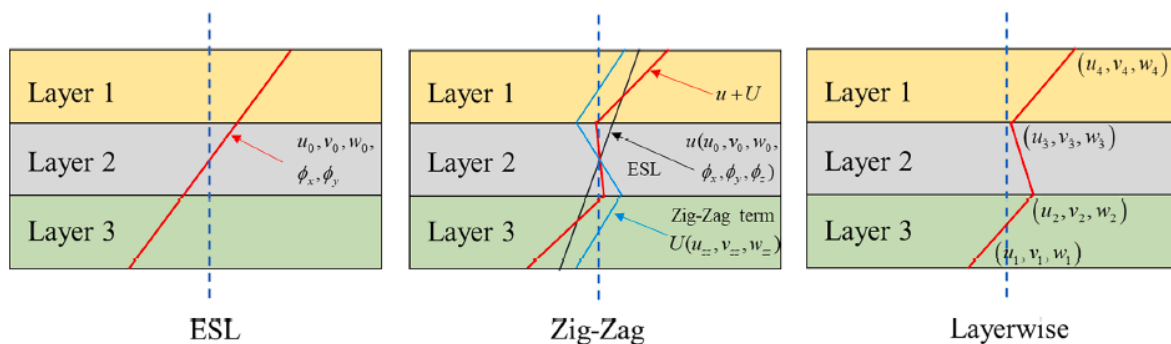
Teórie vrstvených laminátov vyšších rádov umožňujú presnejší popis priečného šmyku a priečného normálového napätia bez potreby zavádzania korekčných faktorov, ako je to v prípade Reissner-Mindlinovej teórie [105] [106] [107].

Kľúčové črty týchto teórií [105] [106] [107]:

- Normály na stredovú rovinu už nemusia zostať rovné - môžu sa zakriviť vplyvom deformácie, čím je možné presnejšie modelovať reálne správanie laminátu.
- Zavádzajú vyššie členy rozvoja posunutí (napr. kvadratické alebo kubické funkcie) v smere hrúbky.
- Dokážu zachytiť aj priečne normálové napätie (v smere hrúbky), čo je významné pri veľmi hrubých alebo heterogénnych laminátoch.
- Sú vhodné najmä pre presné numerické analýzy (napr. metódou konečných prvkov), obzvlášť tam, kde pôsobia vysoké napätia medzi vrstvami alebo v prípade porúch ako delaminácia.

Príklady teórií vyšších rádov [108]:

- Reddyho teória tretieho rádu – patrí medzi najznámejšie, nevyžaduje korekčné faktory pre šmyk a poskytuje vysokú presnosť [105].
- „Layerwise“ teórie – každá vrstva sa modeluje samostatne, čo výrazne zvyšuje presnosť, ale aj výpočtovú náročnosť [106].
- „Zig-zag“ teórie – aproximujú deformácie medzi vrstvami pomocou „cik-cak“ priebehu, čím realisticky vystihujú náhle zmeny v tuhosti [107].



Obrázok 66 Deformačné profily trojvrstvovej kompozitnej štruktúry podľa ESL (Equivalent single layer) teórií, ZZ teórií a LW teórie. Prerušované čiary znázorňujú normály ku kompozitnému laminátu, súvislé čiary predstavujú pole posunutí v smere hrúbky [108]

EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

3 Návrh a realizácia experimentov

Cieľom tejto diplomovej práce je vyhodnotenie mechanických vlastností Cu a Fe vrstvených laminátov vyhotovených metódou CS.

Samotné experimenty diplomovej práce mali nasledovné ciele:

- 1) Príprava a optimalizácia laminátových vzoriek z medi (Cu) a železa (Fe) metódou CS.
- 2) Charakterizácia mechanických vlastností laminátov pomocou trojbodového ohybu.
- 3) Meranie mikrotvrdoosti jednotlivých vrstiev laminátu.
- 4) Mikroštruktúrna analýza laminátov.

Experimentálna časť práce bola realizovaná v laboratóriách Ústavu materiálových vied a inžénýrství na Fakulte strojných inžénýrství VUT v Brně a v laboratóriách Ústavu fyziky materiálov AV ČR, v. v. i..

3.1 Experimentálny materiál

3.1.1 Substrát

V rámci diplomovej práce bol na nanášanie CS vrstiev použitý substrát na báze hliníkovej zliatiny EN AW-6061. Predmetom skúmania záverečnej práce sú CS vrstvy Fe a Cu spoločne s vrstvenými laminátovými kompozitmi, preto substrát nebol ďalej analyzovaný.

3.1.2 Práškový materiál

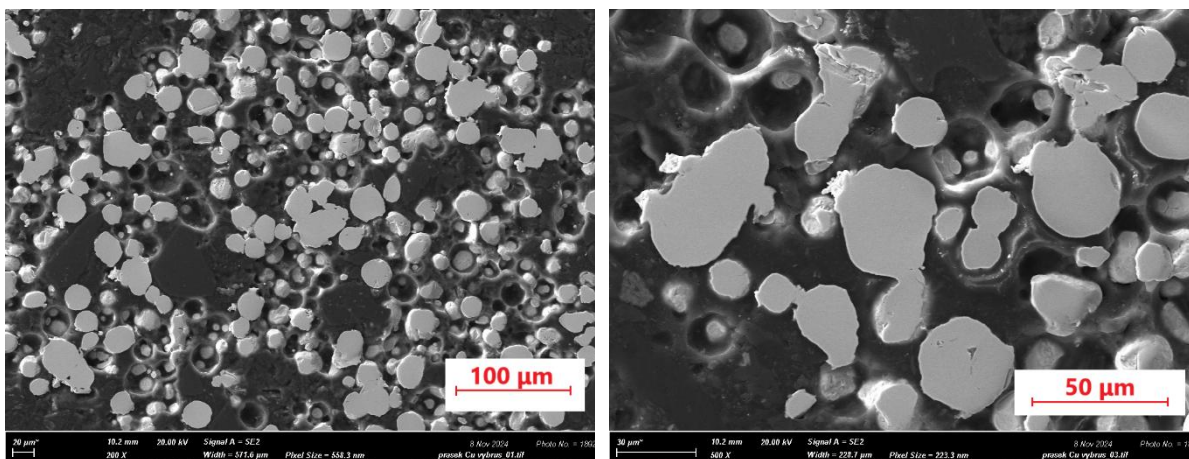
Ako experimentálny práškový materiál bol zvolený Cu prášok od spoločnosti Safina a Fe prášok od firmy Nanografi Nano Technology. V prípade oboch typov práškov bola prevedená analýza morfológie a čistoty častíc v SEM a analýza distribúcie veľkosti častíc s využitím prístroja Horiba LA-950.

Cu prášok

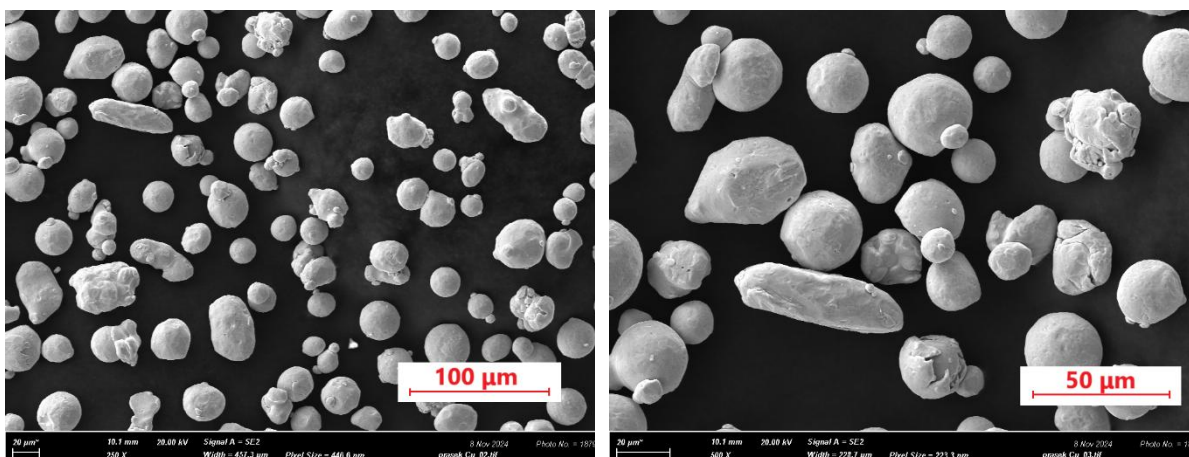
Cu prášok od spoločnosti Safina je vyrábaný procesom atomizácie prášku plynom. Má pravidelné sférické častice a nízky obsah kyslíka (≤ 250 ppm). Vyznačuje sa vysokou elektrickou a tepelnou vodivosťou a je vhodný aj na 3D tlač. Podľa údajov od výrobcu je čistota prášku $\geq 99,95$ % [109].

Na účely analýzy morfológie častíc pomocou SEM bol najprv pripravený dôkladne vyleštený metalografický výbrus. Následne bola ďalšia vzorka prášku nanosená na uhlíkovú pásku a podrobená ďalšej SEM analýze. Týmto spôsobom bola zabezpečená dvojité kontrola, pričom čistota prášku bola overená aj metódou EDS.

Na obr. 67 je zobrazená morfológia častíc Cu prášku vo výbruse. Počas procesu metalografickej prípravy vzorky dochádzalo k postupnému vylamovaniu a vytrhávaniu častíc zo živice. Obr. 68 znázorňuje morfológiu častíc prášku čistej Cu, ktoré boli nanosené na uhlíkovú pásku. Prášok má prevažne sférickú morfológiu, pričom na väčšine častíc možno pozorovať drobné satelitné zhluky. Tento jav je prítomný v celom objeme prášku, avšak pri samotnej depozícii nemá zásadný vplyv na výsledné vlastnosti vrstvy. Jedná sa o identický materiál, pričom pri dopade častíc ich morfológia nijakým zásadným spôsobom neznižuje adhéziu pevnosť. Chemická analýza pomocou metódy EDS nepotvrdila prítomnosť kyslíka, čo poukazuje na vysokú čistotu prášku.



Obrázok 67 Morfológia prášku čistej Cu (výbrus) v SEM (detektor SE)

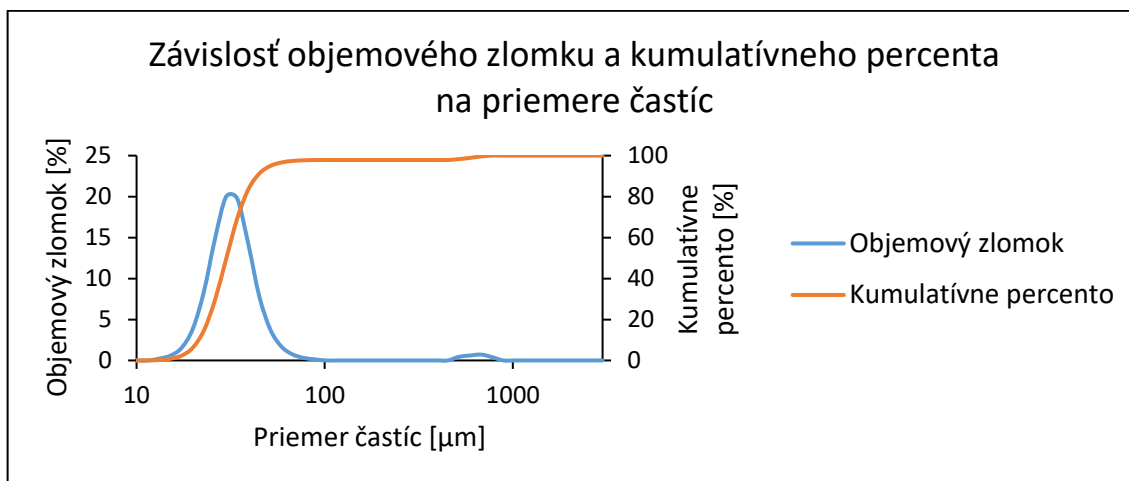


Obrázok 68 Morfológia prášku čistej Cu v SEM (detektor SE)

Ďalšia vzorka Cu prášku bola odobraná za účelom analýzy distribúcie veľkosti častíc pomocou prístroja Horiba LA-950. Toto zariadenie využíva princíp laserovej difrakcie, pri ktorom sa veľkosť častíc určuje na základe rozptylu svetla — ako difrakcie na okrajoch častíc, tak aj sekundárneho rozptylu a refrakcie prechádzajúceho svetla. Prístroj Horiba LA-950 umožňuje meranie v širokom rozsahu veľkostí častíc [110].

Obr. 69 zobrazuje graf závislosti objemového zlomku a kumulatívneho percenta na priemere častíc Cu prášku. Z grafu vyplýva, že najväčšie zastúpenie vo vzorke majú častice s priemernou veľkosťou 34 µm. Hlavná vertikálna os reprezentuje objemový zlomok, teda podiel častíc danej veľkosti na celkovom objeme vzorky. Väčšina častíc sa nachádza v úzkom rozsahu veľkosti, čo poukazuje na homogénnu distribúciu. Mimo tohto rozsahu je objemový zlomok veľmi nízky, čo znamená, že extrémne malé alebo veľké častice sa vyskytujú len minimálne. Vedľajšia vertikálna os popisuje aké percento častíc má menšiu alebo rovnakú veľkosť než zvolená

hodnota. Na začiatku je kumulatívna krivka takmer horizontálna čo znamená, že veľmi malé častice tvoria zanedbateľný podiel. Následne krivka prudko stúpa, čo naznačuje, že väčšina častíc sa nachádza v tomto rozsahu veľkostí (približne 30 – 80 μm). Po dosiahnutí približne 100 % sa krivka opäť vyrovnáva, čo indikuje, že takmer všetky častice sú menšie ako maximálna analyzovaná veľkosť.

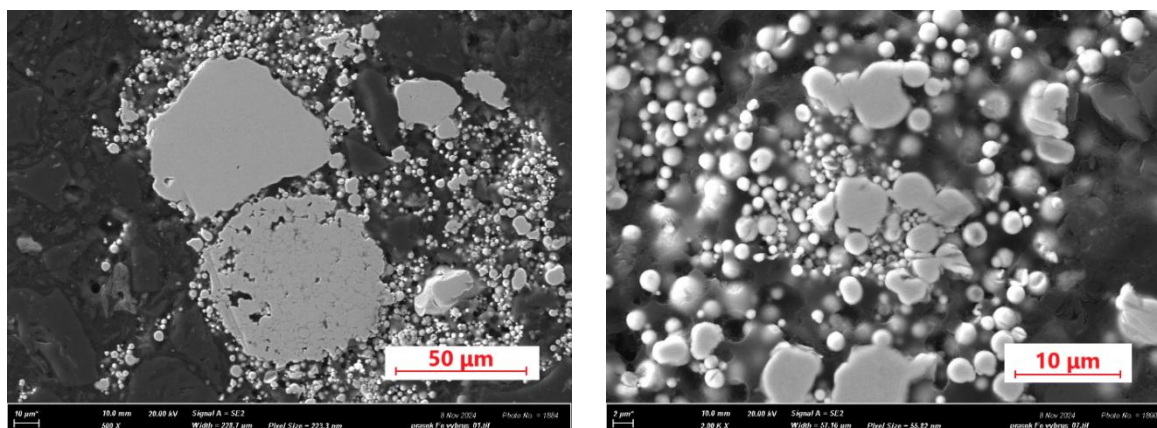


Obrázok 69 Distribúcia veľkosti častíc Cu prášku

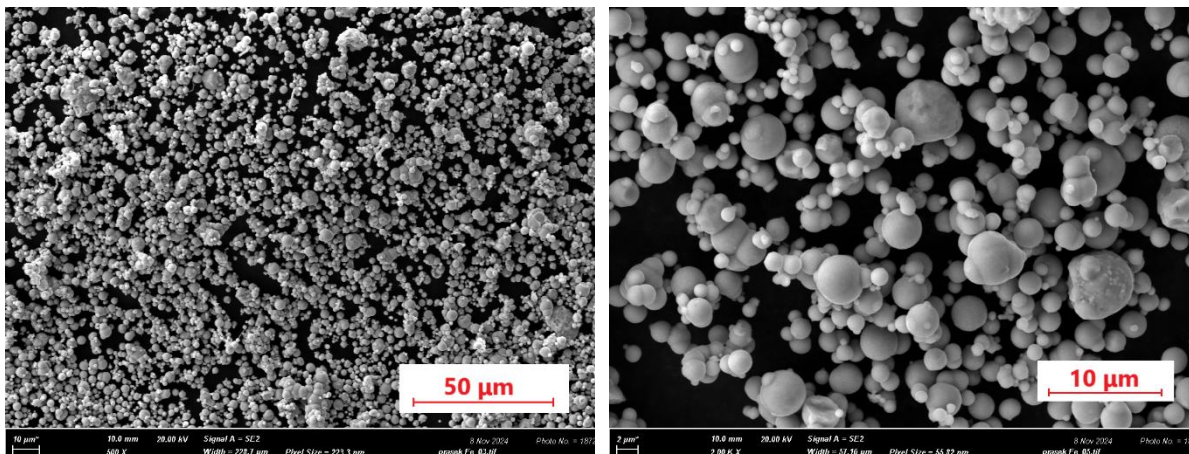
Fe prášok

Pri príprave Fe–Cu laminátov metódou CS bol použitý Fe prášok od spoločnosti Nanografi Nano Technology. Prášok vykazuje čistotu vyššiu ako 99,9 %. Priemerná veľkosť častíc je na úrovni 5 μm . Prášok sa bežne využíva ako plnivo v plastikárskom priemysle [111]. Rovnako ako v prípade častíc Cu prášku, bol pre potreby skúmania morfológie častíc vyhotovený metalografický výbrus Fe prášku. Časť Fe prášku bola nanosená aj na uhlíkovú pásku a podrobená analýze pomocou SEM.

Na obr. 70 je zobrazená morfológia častíc vo výbruse Fe prášku. Počas metalografickej prípravy vzorky dochádzalo k vytrhávaniu častíc s menším priemerom zo živice, zatiaľ čo veľké častice boli postupne vybrúsené a mechanicky vyleštené. Obr. 71 zachytáva morfológiu častíc prášku čistého Fe, ktoré boli nanosené na uhlíkovú pásku. Častice majú podobne ako v prípade Cu sférickú morfológiu a opäť možno pozorovať zhľuky menších satelitných častíc. Bodová EDS analýza náhodne vybraných Fe častíc nepotvrdila prítomnosť kyslíka, čo poukazuje na vysokú čistotu prášku.

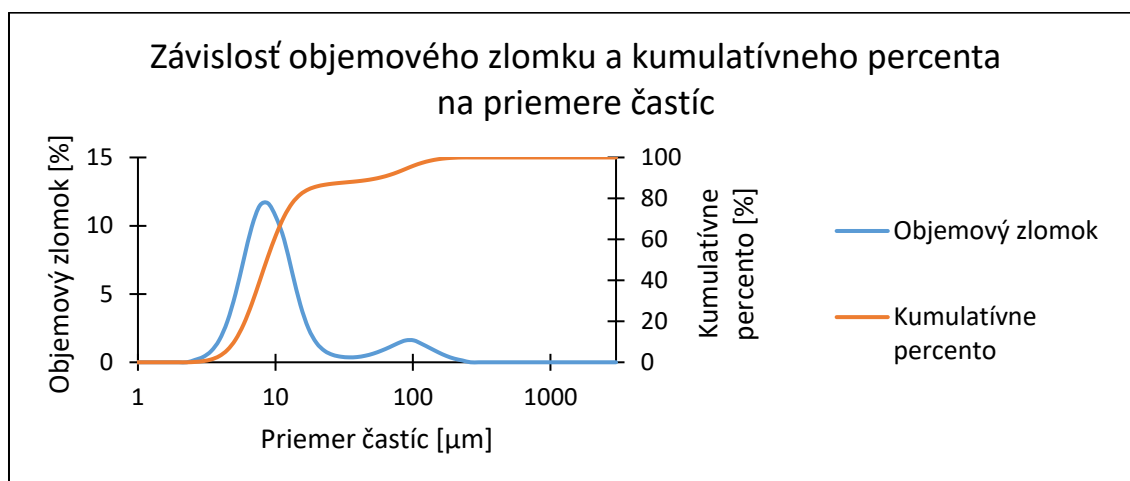


Obrázok 70 Morfológia prášku čistého Fe (výbrus) v SEM (detektor SE)



Obrázok 71 Morfológia prášku čistého Fe v SEM (detektor SE)

Na obr. 72 je zobrazený graf závislosti objemového zlomku a kumulatívneho percenta na priemere častíc Fe prášku. Analýza distribúcie veľkosti častíc bola realizovaná rovnakým spôsobom ako v prípade Cu prášku, s využitím prístroja Horiba LA-950.

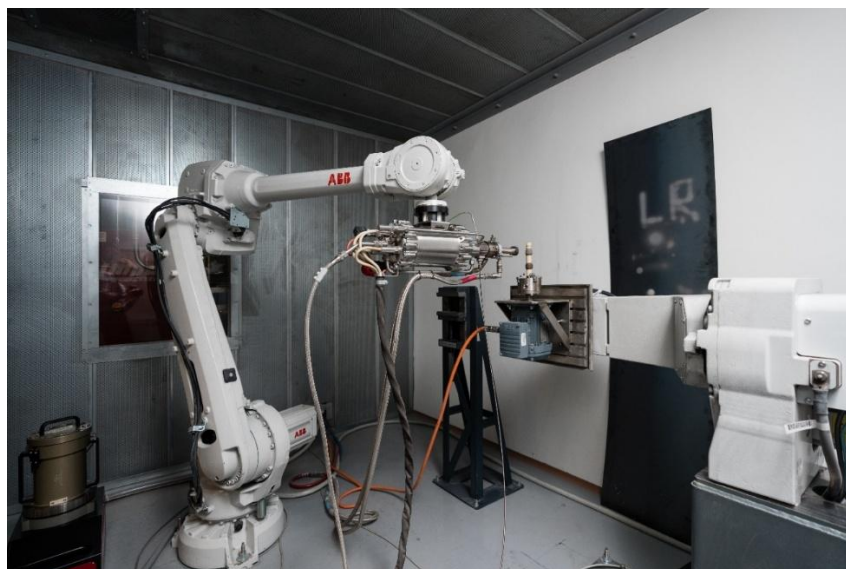


Obrázok 72 Distribúcia veľkosti častíc Fe prášku

V rámci analyzovanej vzorky najvyšší podiel predstavujú Fe častice s veľkosťou približne 9 μm . V oblasti približne 50 – 300 μm je možné pozorovať ďalší pík, ktorý zodpovedá nízkemu podielu väčších častíc. Jedná sa o aglomeráty, ktoré sú viditeľné na snímkach zo SEM (obr. 70 a 71). Kumulatívna krivka stúpa najprudšie v intervale veľkosti častíc do 11 μm . Väčšina častíc Fe prášku (približne 80 – 90 %) má veľkosť pod 11 μm , zvyšok tvoria väčšie častice s veľkosťou do približne 200 μm .

3.2 Parametre CS nástreku

Na depozíciu tenkých vrstiev Cu a Fe bolo použité CS zariadenie od spoločnosti Impact Innovations GmbH umiestnené v laboratóriách na Fakulte strojného inžinierstva Vysokého učení technického (obr. 73). Na obrázku vľavo dole je zobrazený podávač prášku. Na konci robotického ramena je umiestnená zbraň Impact Cold Spray Gun 5/8 Evo CSII. V tomto prípade sa jedná o vysokotlakové CS zariadenie.



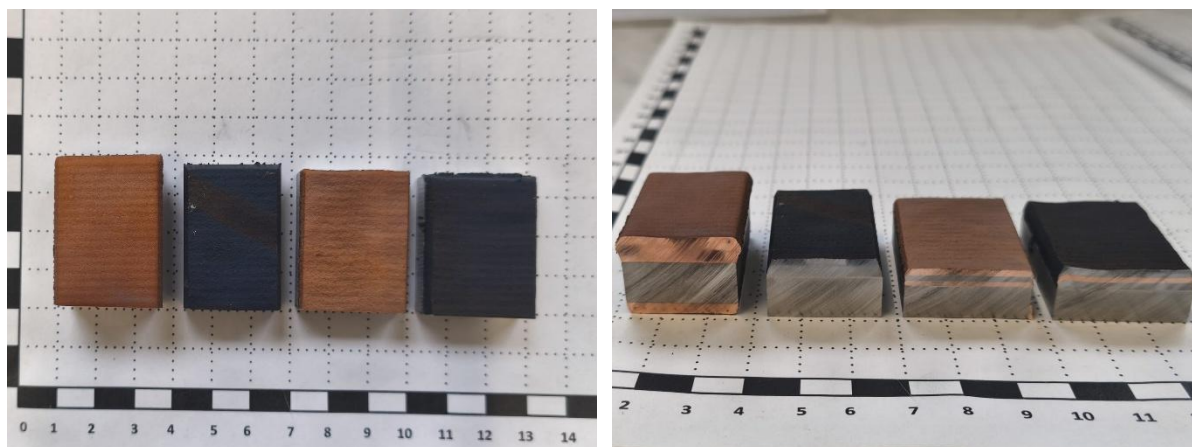
Obrázok 73 CS zariadenie umiestnené v priestoroch laboratórií VUT FSI

CS nástreky boli aplikované na substrát na báze hliníkovej zliatiny EN AW-6061. Cu prášok bol striekaný na substrát pri teplote 800 °C a tlaku 40 barov (4 MPa). Použitým nosným plynom bol dusík. Nástrek bol aplikovaný zo vzdialenosti 30 mm od povrchu substrátu. Trajektória bola zig-zag so vzdialenosťou medzi jednotlivými líniami na úrovni 1 mm. Rýchlosť pohybu trysky bola 200 mm/s. Prietok podávača prášku bol 5 m³/h. Fe prášok bol striekaný využitím rovnakých parametrov, avšak pri odlišnej teplote 900 °C.

3.3 Vzorky po CS nástreku

Nástrek Cu a Fe bol úspešne aplikovaný na hliníkový substrát EN AW-6061. V prípade Cu jedným prejazdom CS zbrane vznikol povlak s hrúbkou približne 400 μm. Pri nástreku Fe bola rovnakým spôsobom vytvorená vrstva s hrúbkou takmer 290 μm. Na vytvorenie finálnych CS vzoriek bolo v oboch prípadoch aplikovaných 15 prejazdov CS zbrane. Celková hrúbka Cu povlaku sa pohybovala okolo 6 mm, zatiaľ čo hrúbka Fe povlaku dosiahla približne 4,5 mm.

V rámci viacvrstvených laminátových kompozitov typu Fe–Cu–Fe a Cu–Fe–Cu (obr. 74) boli jednotlivé vrstvy vytvárané rôznym počtom prejazdov CS zbrane, čím sa dosiahli rozdielne hrúbky vrstiev (viď. tab. 4). Vzhľadom na potrebu prídavku na následné obrábanie bol počet prejazdov CS zbrane v prípade vrchných vrstiev laminátov mierne navýšený.



Obrázok 74 Vyhotovené CS vzorky viacvrstvených laminátov Fe a Cu

Tabuľka 4 Prehľad hrúbok vrstiev vytvorených jedným prejazdom CS zbrane, počtu aplikovaných vrstiev a výsledných celkových hrúbok jednotlivých vzoriek

	Fe-Cu-Fe			Cu-Fe-Cu		
	Fe (substrát)	Cu	Fe (voľný povrch)	Cu (substrát)	Fe	Cu (voľný povrch)
Priemerná hrúbka jednej vrstvy (jeden prejazd CS zbrane) [μm]	346	392	265	393	300	419
Počet prejazdov CS zbrane	5	3	7	3	5	4
Celková hrúbka vytvorenej vrstvy [mm]	1,73	1,18	1,86	1,18	1,50	1,68

3.4 Označovanie vzoriek

Vzorky Cu, Fe, Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu vyhotovené po CS procese (viď. kapitola 3.3) s využitím procesných parametrov popísaných v kap. 3.2 boli následne technológiou elektroerozívneho rezania drôtom (z angl. „Wire Electrical Discharge Machining“, EDM – bežné označenie „drôtorez“) rozrezané na menšie testovacie vzorky za účelom ďalších analýz a aplikácie tepelného spracovania. Rozmery jednotlivých vzoriek sú zaznačené v reznom pláne, obr. 75 - 78.

Z dôvodu zabezpečenia jednoznačnej interpretácie získaných výsledkov bolo nevyhnutné zaviesť systematické označovanie narezaných vzoriek. Každá vzorka bola špecificky označená tak, aby bolo umožnené určiť:

- typ materiálu,
- konkrétnu vzorku CS povlaku,
- poradie odobratia vzorky pomocou drôtorezu.

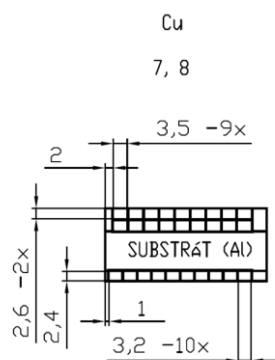
Príklad označenia vzorky: Fe 5.1

- „Fe“ označuje materiál povlaku,
- „5“ predstavuje jednu z dvoch vyhotovených CS vzoriek Fe povlakov,
- „1“ určuje poradie, v ktorom bola vzorka oddelená od substrátu a zvyšného povlaku pomocou drôtorezu.

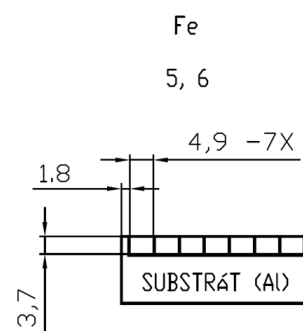
Rovnaký princíp bol použitý pri označovaní laminátových vzoriek Fe-Cu-Fe: č. 3 a 4 a Cu-Fe-Cu: č. 1 a 2. V prípade Cu povlakov boli vytvorené dve CS vzorky označené ako 7 a 8. Vzhľadom na skúmanie vplyvu vzdialenosti od substrátu na mechanické vlastnosti bola každá z nich ďalej rozdelená na menšie časti, pričom do označenia bola pridaná aj informácia o poradí vrstvy a o poradí rezu.

Príklad označenia vzorky: Cu 8.2.1

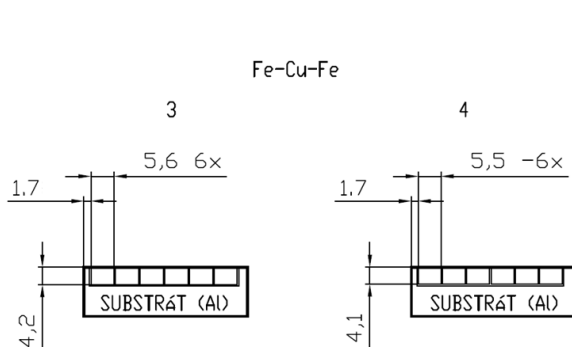
- „8“ označuje konkrétnu CS vzorku Cu povlaku,
- „2“ predstavuje poradie vrstvy smerom od substrátu,
- „1“ vyjadruje poradie, v ktorom bola táto časť oddelená pomocou drôtorezu.



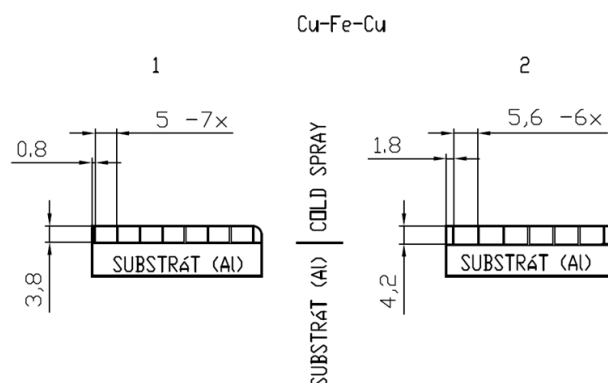
Obrázok 75 Rezný plán vzoriek Cu s označením 7 a 8



Obrázok 76 Rezný plán vzoriek Fe s označením 5 a 6



Obrázok 77 Rezný plán vzoriek Fe-Cu-Fe s označením 3 a 4



Obrázok 78 Rezný plán vzoriek Cu-Fe-Cu s označením 1 a 2

3.5 Skúška trojbodovým ohybom

Dôležitým vstupným parametrom pre skúšku trojbodovým ohybom sú rozmery skúšobných telies (tzv. trámčekov), ktoré sú uvedené v tab. 5 a 6 (príloha A a príloha B). Rozmery každej vzorky – hrúbka (h), šírka (b) a dĺžka (L) – boli premerané využitím digitálneho mikrometra a posuvného meradla trikrát: na oboch koncoch a v strede vzorky. Hrúbka skúšobných telies sa pohybovala v priemere od 3 do 4 mm, šírka od 4 do 5 mm a dĺžka dosahovala hodnoty v rozmedzí 24 - 27 mm.

Vzorky tvaru trámčekov boli podrobené kvázi-statickej mechanickej skúške trojbodovým ohybom za účelom stanovenia ohybovej pevnosti. Pred začiatkom skúšky boli vzorky z oboch strán prebrúsené brúsnym papierom so zrnitosťou P2000, aby sa eliminovali prípadné povrchové defekty. Následne boli vzorky umiestnené medzi dve podpery tak, aby boli voľne podporené. Počas skúšky boli zaťažované pomocou prítlačného trňa. Skúška trojbodovým ohybom bola realizovaná na skúšobnom zariadení Instron 8862, ktoré sa nachádza na Ústave fyziky materiálov Akadémie vied Českej republiky v. v. i.. Parametre skúšky boli nasledovné:

- snímač sily: maximálne zaťaženie 5 kN
- podpery a zaťažovací trň: rádius 2,5 mm
- rozpätie podpier: 16 mm
- testovacia rýchlosť: 0,5 mm/min.

Testované boli vzorky nástrekov Cu, Fe, Cu-Fe-Cu a Fe-Cu-Fe vo východiskovom stave a po tepelnom spracovaní pri teplote 700°C s dobou výdrže 1 hod. Vzorky Cu-Fe-Cu a Fe-Cu-Fe

boli v oboch stavoch analyzované počas skúšky trojbodovým ohybom metódou digitálnej obrazovej korelácie (z angl. „digital image correlation“, DIC). Na vyhodnotenie medze pevnosti v ohybe a modulu pružnosti v ohybe boli použité nasledovné vzťahy:

$$\sigma = \frac{3.F.L}{2.b.h^2} \quad (7) [112]$$

kde σ predstavuje pevnosť v ohybe [Pa], F je maximálne zaťaženie [N], L reprezentuje vzdialenosť medzi podporami [m], b je šírka [m] a h predstavuje hrúbku vzorky [m].

Tento vzorec je pôvodne odvodený pre homogénne materiály. V prípade kompozitov s laminátovou štruktúrou (Fe–Cu–Fe, Cu–Fe–Cu) bol použitý ako efektívny nástroj hodnotenia celkovej odolnosti kompozitu voči pôsobeniu ohybového napätia. Takto získaná hodnota pevnosti predstavuje efektívnu (makroskopickú) odpoveď materiálu ako celku – bez zohľadnenia rozdielnych mechanických vlastností jednotlivých vrstiev ani ich vzájomnej interakcie v rámci štruktúry. Napriek týmto obmedzeniam umožňuje tento prístup spoľahlivé porovnanie rôznych konfigurácií vrstvenia a posúdenie ich vplyvu na celkové mechanické správanie kompozitu. Modul pružnosti v ohybe je vyjadrený ako:

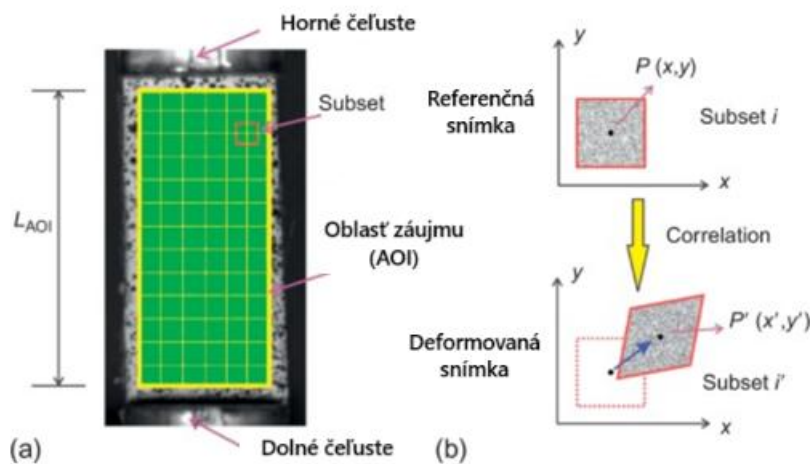
$$E = \frac{F.L^3}{4.w.h^3.\delta} \quad (8) [112]$$

kde E predstavuje predstavuje modul pružnosti v ohybe [Pa], F je maximálne zaťaženie [N], L reprezentuje vzdialenosť medzi podporami [m], w je šírka vzorky [m], h predstavuje hrúbku vzorky [m] a δ je priehyb nosníka pod silou F [m].

V prípade viacvrstvených laminátových vzoriek je takto určený modul pružnosti v ohybe potrebné interpretovať ako zjednodušenú, efektívnu hodnotu, ktorá nezohľadňuje rozdielne mechanické vlastnosti jednotlivých vrstiev ani ich vzájomnú interakciu v rámci kompozitnej štruktúry. Napriek týmto obmedzeniam umožňuje tento prístup porovnanie jednotlivých variantov vrstvenia a posúdenie vplyvu usporiadania vrstiev na celkové mechanické správanie kompozitu.

3.6 Digitálna obrazová korelácia (DIC)

Digitálna obrazová korelácia (DIC) je bezkontaktná optická technika na meranie deformácií a tvarových zmien povrchu, pôvodne vyvinutá v 80. rokoch 20. storočia. Využíva jednoduchý experimentálny setup pozostávajúci zo svetelného zdroja a zariadenia na snímanie obrazu vzorky, najčastejšie vysoko presnej a stabilnej kamery (napr. zrkadlovky alebo CCD kamery) s minimálnym optickým skreslením. Súčasťou metódy je aj softvér na spracovanie zaznamenaných snímok [113] [114].



Obrázok 79 (a) Oblasť záujmu (AOI) a subset v referenčnom obrázku; (b) subset pred deformáciou a po deformácii, upravené a prevzaté z [115]

Pri DIC je oblasť záujmu (z angl. „area of interest“, AOI) manuálne špecifikovaná a rozdelená do rovnomerne rozmiestnenej virtuálnej siete (obr. 79). Každý bod tejto siete obsahuje tzv. subset – malú množinu pixelov (napr. červený štvorec), ktorých posun je sledovaný medzi referenčnou snímkou (pred deformáciou) a snímkou po deformácii. Sledovanie subsetov prebieha pomocou korelačných algoritmov,

ako je krížová korelácia (z angl. „cross-correlation“, CC) alebo normalizovaná krížová korelácia (z angl. „normalized cross-correlation“, NCC). Zistené posuny jednotlivých subsetov sú následne numericky spracované – vyhladené a diferencované – za účelom určenia deformačných polí celého pozorovaného povrchu [115].



Obrázok 80 Experimentálny DIC setup – skúška trojbodovým ohybom (vľavo), vzorka nástreku vrstiev Cu-Fe-Cu položená na podpory (vpravo)

Metóda DIC bola realizovaná počas kvázi-statickej skúšky trojbodovým ohybom, obr. 80. Počas mechanického zaťažovania boli priebežne zhotovované série snímok jednotlivých vzoriek, ktoré následne slúžili ako vstupné dáta pre DIC analýzu. Pred samotnou skúškou bol na povrch vzoriek aplikovaný čierno-biely „speckle pattern“ pomocou spreja Dentaco Scan Spray Black & White. Rozmery skúšobných vzoriek sú uvedené v tab. 5 a 6 (príloha A a B), parametre skúšky v kapitole 3.2.

Snímky boli zachytené digitálnym fotoaparátom Nikon vo formáte NEF (z angl. „Nikon Electronic Format“) – bezstratový RAW formát obsahujúci všetky informácie o svetle, farbách a nastaveniach snímania. Pred spracovaním v softvéri Alpha od spoločnosti X-Sight bolo potrebné snímky konvertovať do formátu TIFF (z angl. „Tagged Image File Format“), nakoľko formát NEF nie je softvérom Alpha podporovaný. Pri snímaní bol použitý objektív Nikon AF-S VR Micro-Nikkor 105 mm f/2.8G IF-ED s ohniskovou vzdialenosťou 105 mm a svetelnosťou f/2.8. Je vhodný na detailné snímanie s reálnym zväčšením 1:1. Disponuje optickou stabilizáciou obrazu (VR) a vnútorným zaostrovaním (IF), čo zaručuje vysokú ostrosť a presnosť potrebnú pre DIC analýzu [116].

DIC analýza bola vykonaná v softvéri Alpha od firmy X-Sight, pričom bol sledovaný „Engineering Strain“. Softvér umožňuje analýzu deformácií aj vzniku mikrotrhlín. Využitá bola 2D DIC analýza so subset-based algoritmom, ktorý porovnáva malé oblasti medzi snímkami a je vhodný najmä pre malé až stredné deformácie. Importované snímky vo formáte TIFF mali rozlíšenie 4537×1539 px. Veľkosť subsetu bola 37×37 px, pričom vzdialenosť medzi výpočtovými bodmi (z angl. „step size“) zodpovedala fyzickej hodnote približne 0,154 mm. Rozsah, v ktorom sa hľadal zodpovedajúci posun bodu v ďalšej snímke (z angl. „search zone“), bol nastavený na 4 px/frame. Filter (z angl. „smoothing“) nebol aplikovaný (hodnota 0), čím sa zachovala plná lokálna presnosť deformácií. Výpočtová sieť typu „Quality Triangles“ obsahovala 4000 bodov a bola generovaná automaticky naprieč celým prierezom vzorky. Materiálové vlastnosti (modul pružnosti, Poissonovo číslo) neboli v softvéri zadávané.

Dôležitým vstupným parametrom analýzy bol počet snímkov za sekundu – FPS (z angl. „Frames Per Second“), ktorý bol vypočítaný podľa vzorca:

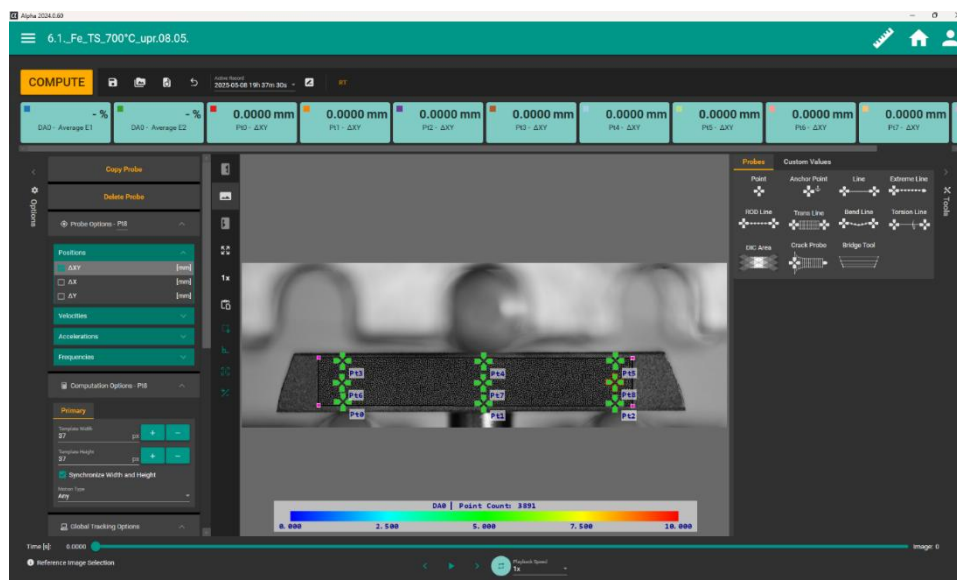
$$FPS = \frac{1}{\Delta t} \quad (9)$$

kde Δt reprezentuje priemerný čas snímania medzi dvoma po sebe nasledujúcimi snímkami [s].

Na výpočet tohto parametra bol vytvorený skript v jazyku Python (príloha C), ktorý pomocou nástroja ExifTool automaticky prechádzal NEF súbory a extrahoval údaje *DateTimeOriginal* a *SubSecTimeOriginal*, ktoré boli následne skombinované do presného časového údajia vo formáte *YYYY:MM:DD HH:MM:SS.ss* a uložené do textového súboru. Následne bol použitý skript v softvéri MATLAB (príloha D), ktorý pomocou funkcií *datetime* a *seconds* vypočítal časový rozdiel medzi prvou a poslednou snímkou. Zo známeho počtu snímkov bol určený priemerný interval medzi jednotlivými zábermi a vypočítaná výsledná hodnota FPS. Tento údaj je nevyhnutný pre presné časové priradenie deformácií v DIC analýze. Ďalším krokom DIC analýzy bola kalibrácia. Najprv bola do softvéru importovaná referenčná snímka, zaznamenaná v čase 0:00:00. Na tejto snímke sa nastavila známa rozmerová veličina (napr. hrúbka vzorky), čím sa zabezpečilo správne priestorové škálovanie. Následne bol zadaný vypočítaný údaj FPS a napokon boli nahraté všetky ďalšie snímky určené na analýzu. Skript vytvorený v jazyku Python (príloha C) spoločne so skriptom pre softvér MATLAB (príloha D) boli vytvorené s využitím nástroja umelej inteligencie ChatGPT ako podpora pri generovaní a ladení kódov.

Výsledné deformácie boli vyhodnocované ako funkcia času. Dáta zo softvéru Alpha boli exportované vo formátoch TSV (z angl. „Tab-Separated Values“) a CSV (z angl. „Comma-Separated Values“) a ďalej spracované v MS Excel. Takto získané závislosti deformácia–čas boli spárované s dátami zo skúšky trojbodovým ohybom. Prostredie softvéru Alpha je znázornené na obr. 81.

Okrem softvéru Alpha bola snaha o vyhodnotenie deformačného správania skúmaných CS vzoriek aj pomocou softvérov Ncorr a OpteCal. Ncorr pracuje v prostredí programu MATLAB a pri jeho použití nastalo opakované zlyhanie výpočtu, pravdepodobne v dôsledku vysokého počtu snímok (viac než 65) vo formáte TIFF s vysokým rozlíšením. Softvér nedokázal spracovať také veľké množstvo dát, čo viedlo k prerušeniu výpočtu. Softvér OpteCal nakoniec rovnako nebol použitý z dôvodu znemožneného načítania RAW súborov pre vykonanie analýzy.



Obrázok 81 Prostredie softvéru Alpha od X-Sight

3.7 Tepelné spracovanie

Tepelné spracovanie bolo realizované v peci s riadenou atmosférou, ktorá sa nachádza v laboratóriách na Fakulte strojného inžinýrství Vysokého učení technického. V rámci prvej fázy experimentov prebehlo tepelné spracovanie pri teplotách 600, 700 a 800°C s dobou výdrže 1 hodina. Na základe vyhodnotenej pórovitosti tepelne spracovaných vzoriek (kapitola 4.2.) bola pre ďalšiu fázu experimentov zvolená optimálna teplota 700°C s dobou výdrže 1 hodina. Tepelné spracovanie prebehlo v ochrannej atmosfére na báze argónu. Analyzovaná vzorka 3.4 Fe–Cu–Fe bola rozrezaná na tri rovnako veľké časti, pričom každý z odrezkov bol následne tepelne spracovaný pri inej teplote.

3.8 Metalografická príprava vzoriek

Metalografická príprava vybraných vzoriek po skúške trojbodovým ohybom zahŕňala delenie, zalisovanie, brúsenie, leštenie a leptanie. Vzorky boli zalisované do živice PolyFast na stroji Opal Xpress a označené pomocou gravírovacieho pera. Brúsenie prebiehalo na zariadení STRUERS LABOFORCE-50 pri 300 ot./min na brúsnych papieroch so zrnitosťou P320 až P4000. Následne bolo realizované mechanické leštenie diamantovými pastami (3 μm a 0,7 μm).

Pre potreby EBSD analýzy bolo aplikované vibračné leštenie koloidnou suspenziou kremíka Eposil M (0,06 μm , pH \approx 9,5). Viacvrstvené vzorky Cu–Fe–Cu a Fe–Cu–Fe, ktoré nebolo možné touto metódou dostatočne pripraviť, boli následne spracované iónovým odprašovaním vo firme Dormer Pramet s.r.o.. Záverečným krokom bolo chemické leptanie. Najprv sa použilo leptadlo Nital 2 % (10 ml HNO₃ + 490 ml etanolu), následne leptadlo pre Cu zliatiny (6,5 ml FeCl₃, 114

ml HCl, 379 ml etanolu). Po každom kroku boli vzorky opláchnuté etanolom, isopropanolom a vysušené.

3.9 Svetelná mikroskopia

Po metalografickej príprave boli naleptané aj nenaleptané povrchy vzoriek pozorované pomocou svetelného mikroskopu Olympus GX51. Tento inverzný mikroskop umožňuje pozorovanie v tmavom a svetlom poli, v polarizovanom svetle a pomocou interferenčného diferenciálneho kontrastu. Je vybavený digitálnou kamerou a softvérom NIS Elements na základnú obrazovú analýzu. Na dokumentáciu vývoja trhlín vo vzorkách Cu, Fe, Fe–Cu–Fe a Cu–Fe–Cu bol použitý stereomikroskop Zeiss Stemi 508.

3.10 Skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM)

Na pozorovanie vzoriek v rámci tejto diplomovej práce bol použitý skenovací elektrónový mikroskop Zeiss Ultra 55. Povrch vzoriek bol analyzovaný pomocou detektora SE2, ktorý sníma sekundárne elektróny a poskytuje detailné informácie o topografii. Na analýzu chemického zloženia bol použitý detektor energiovej disperznej spektroskopie (EDS) typu X-Max (plocha detektoru 20 mm²) od firmy Oxford Instruments. Okrem techniky EDS bola v rámci tejto práce použitá EBSD analýza s cieľom vytvorenia IPF máp, ktoré sú vhodným nástrojom na posúdenie preferenčnej orientácie či veľkosti zrn.

3.11 Pórovitosť

Na vyhodnotenie pórovitosti bol použitý softvér ImageJ, ktorý slúži na obrazovú analýzu. Softvér sa v oblasti materiálových vied využíva napríklad na úpravu kontrastu a jasú snímok, posúdenie pórovitosti a podobne. Analýza pórovitosti vychádzala zo snímok získaných pomocou svetelného mikroskopu Olympus GX 51.

3.12 Tvrdosť

Pre komplexné vyhodnotenie mechanických vlastností viacvrstvených laminátových kompozitov je nutné vykonať meranie tvrdosti. Pri hodnotení tvrdosti povlakov vytvorených technológiou CS sa bežne využívajú metódy mikroindentácie alebo nanoindentácie. Vhodnými metódami na stanovenie mikrotvrdosti sú skúšky podľa Vickersa (indentor tvaru pravidelného štvorbokého diamantového ihlanu) alebo Knoopu (indentor tvaru asymetrického ihlanu). V prípade nanoindentácie sa zväčša používa metóda Berkovich s indentorom tvaru trojbokého ihlana [117]. V rámci tejto práce bolo meranie mikrotvrdosti vzoriek vrstvených laminátov Fe a Cu realizované pomocou prístroja Qness Q10A CHD Master+. Zvolená bola metóda Vickers s aplikovaným zaťažením HV 0,2 (200 g).

3.13 Diferenciálna skenovacia kalorimetria (DSC)

Diferenciálna skenovacia kalorimetria (z angl. „Differential Scanning Calorimetry“, DSC) je technika, pri ktorej sa analyzuje rozdiel tepelných tokov medzi vzorkou a referenčným materiálom (prázdna miska). V rámci tejto práce bola použitá technika DSC s tepelným tokom, pri ktorej sa zaznamenáva rozdiel teplôt (ΔT) medzi DSC miskou so vzorkou a referenčnou DSC miskou počas kontrolovaného teplotného programu. Teplo sa z pece do misiek prenáša prevažne kondukciou pomocou platničky, vyrobenej z platiny alebo zo zliatiny platina – ródium. DSC misky môžu byť vyrobené z rôznych materiálov, ktoré sa volia podľa teplotného rozsahu prístroja a kompatibility so vzorkou [118] [119].

DSC technika bola využitá ako doplnková analytická metóda na posúdenie vplyvu tepelného spracovania na štruktúrne zmeny v kovových laminátoch (napr. rekryštalizácia). Pomocou DSC bolo možné identifikovať teploty fázových prechodov a porovnať rozdiely medzi žíhanými a nežíhanými vzorkami, čo prispelo k lepšiemu pochopeniu ich mechanického správania.

V rámci tejto práce boli DSC metódou analyzované vzorky Fe a Cu. Vyhodnocovacím prístrojom bolo zariadenie Setaram Setsys Evolution. Rýchlosť ohrevu vzoriek bola 10 K/min za použitia hélia ako inertnej atmosféry. Teplotný rozsah v prípade oboch vzoriek bol 100 – 1000 °C. Pre rozlíšenie rovnovážnej a nerovnovážnej reakcie boli prevedené 2 ohrevy. Hmotnosť vzorky Fe bola 26,3 mg a hmotnosť vzorky Cu bola na úrovni 154,5 mg. Tégliky boli vyrobené z Al_2O_3 a ako teplotný snímač bol použitý termočlánok typu S.

4 Zhodnotenie dosiahnutých experimentálnych výsledkov

Obsahom experimentálnej časti tejto diplomovej práce bolo využitie technológie CS na prípravu viacvrstvených laminátových vzoriek Fe–Cu–Fe a Cu–Fe–Cu spoločne so vzorkami samostatných CS nástrekov Fe a Cu. Cieľom bolo experimentálne zistiť ich mechanické vlastnosti. V rámci prvej fázy experimentov bola realizovaná skúška trojbodovým ohybom, po ktorej nasledovala metalografická príprava vzoriek, analýza lomových plôch a mikroštruktúr, zhotovenie IPF máp metódou EBSD, meranie tvrdosti podľa Vickersa a doplnková DSC metóda. Druhá fáza experimentov zahŕňala tepelné spracovanie vybraných vzoriek. Následne boli prevedené rovnaké experimenty ako v prípade tepelne nespracovaných vzoriek. Deformačné správanie vzoriek v priebehu skúšky trojbodovým ohybom bolo vo východiskovom aj žíhanom stave analyzované pomocou metódy DIC.

4.1 Svetelná mikroskopia

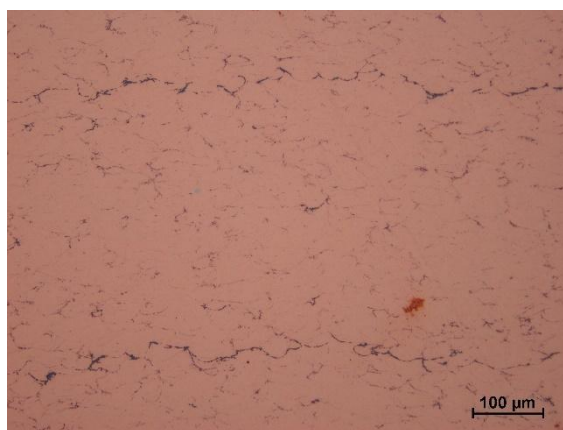
Šírenie trhliny a štruktúra vzoriek s nástrekom vrstiev Cu, Fe, Cu-Fe-Cu a Fe-Cu-Fe boli pozorované najprv využitím stereomikroskopu Zeiss Stemi 508. Následne po metalografickej príprave vzoriek boli detaily skúmané pomocou invertovaného svetelného mikroskopu Olympus GX 51. Analyzované boli najprv vzorky vo východiskovom stave a následne po aplikácii režimu tepelného spracovania 700°C / 1 hod. Snímky mikroštruktúr sú zachytené na obr. 82 – 89. Snímky znázorňujúce šírenie trhliny sú zobrazené na obr. 90 – 103.

Mikroštruktúra

Fotografie mikroštruktúr vzoriek CS nástrekov vo východiskovom stave aj v stave po tepelnom spracovaní boli zhotovené v neleptanom a leptanom stave. Na obr. 82 – 83 je zachytená typická vrstevnatá CS štruktúra s viditeľnými plasticky deformovanými splatmi, ktoré vznikajú po dopade častíc prášku na povrch substrátu. Výrazná je prítomnosť pórov a v prípade obr. 83 je možné pozorovať jasnú hranicu medzi jednotlivými vrstvami splatov.



Obrázok 82 Mikroštruktúra vzorky Fe nástreku s označením 5.7., neleptané, východiskový stav



Obrázok 83 Mikroštruktúra vzorky Cu nástreku s označením 8.1.5., neleptané, východiskový stav

Obr. 84 – 87 zachytávajú detailné snímky nástrekov v naleptanom stave. Leptaním je možné jasne stanoviť hranice medzi splatmi, ktoré reprezentujú miesta intenzívnej plastickej deformácie. Na obr. 84 – 85 sú viditeľné plasticky deformované zrná Fe prášku, ktorých veľkosť zodpovedá vykonanej analýze prášku (viď. kapitola 3.1.2.). Menšie zrná zodpovedajú časticiam s veľkosťou do 9 μm, zatiaľ čo väčšie zrná predstavujú pôvodné častice prášku s veľkosťou do 175 μm. Obr. 86 – 87 zaznamenávajú detaily CS mikroštruktúry Cu prášku.

Štruktúra je z hľadiska morfológie a veľkosti zŕn homogénna. Obr. 87 zachytáva naleptanú, výraznú jemnozrnnú subštruktúru v rámci jednotlivých Cu zŕn.



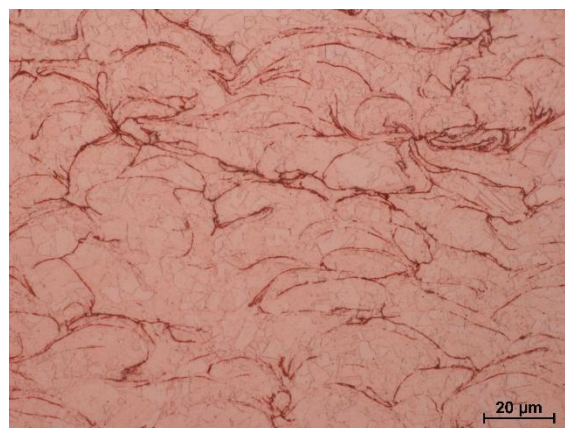
Obrázok 84 Detail štruktúry Fe vzorky s označením 2.6. Cu-Fe-Cu, leptané, východiskový stav



Obrázok 85 Detail štruktúry Fe vzorky s označením 4.6. Fe-Cu-Fe, leptané (detail), východiskový stav



Obrázok 86 Detail štruktúry Cu vzorky s označením 8.1.5. Cu, leptané, východiskový stav

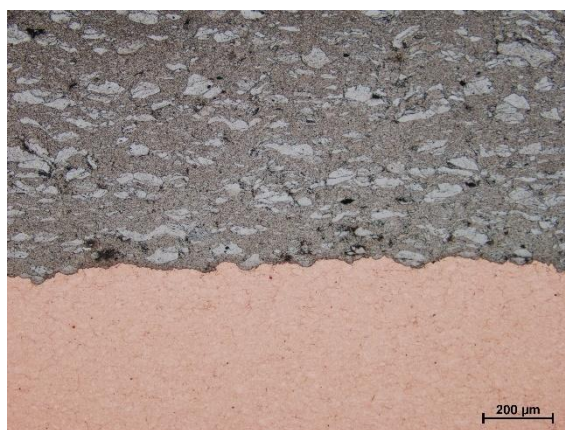


Obrázok 87 Detail štruktúry Cu vzorky s označením 8.1.5. Cu, leptané (detail), východiskový stav

Na obr. 88 – 89 je znázornené rozhranie medzi vrstvami nástrekov Fe a Cu. Rozhranie CS nástrekov Fe a Cu je výrazné a ostré. Keďže nanášanie CS vrstiev prebiehalo pod teplotou tavenia Fe a Cu, na rozhraní nedošlo k tvorbe intermetalických zlúčenín Fe-Cu. Na obr. 89 je jasne viditeľný jeden z mechanizmov metódy CS, tzv. mechanický interlocking. Na základe zaznamenaných snímok rozhrania Fe a Cu možno usúdiť, že v dôsledku nízkeho výskytu pórov a neprítomnosti mikrotrhlín bola voľba procesných parametrov CS nástreku zvolená správne, čo potvrdzuje dostatočnú adhéziu medzi jednotlivými vrstvami ľahšie plasticke deformovateľnej Cu a pevnejšieho Fe.



Obrázok 88 Rozhranie nástrekov Fe - Cu vzorky 4.6. Fe-Cu-Fe, východiskový stav



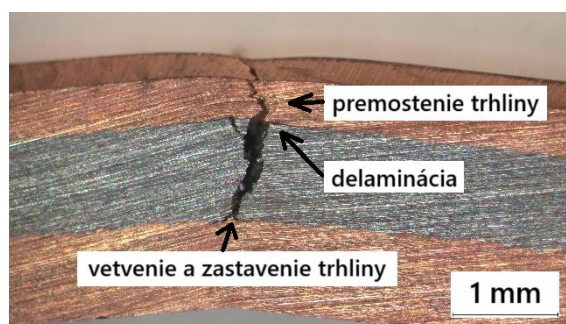
Obrázok 89 Rozhranie nástrekov Fe - Cu vzorky 4.6. Fe-Cu-Fe, východiskový stav

Sledovanie šírenia trhliny

Šírenie trhliny v jednotlivých vzorkách bolo pozorované pomocou invertovaného mikroskopu Olympus GX 51 a stereomikroskopu Zeiss Stemi 508. Vo východiskovom stave boli analyzované vzorky s označením:

- 2.6. Cu-Fe-Cu
- 4.6. Fe-Cu-Fe
- 5.7. Fe
- 8.1.9. Cu

Na obr. 90 - 91 je znázornené vetvenie trhliny vzorky 2.6. Cu-Fe-Cu s následnou delamináciou pozdĺž rozhrania vrstiev Cu a Fe. Trhlina sa šírila cez strednú vrstvu Fe a následne sa vetvila v oblasti medzifázového rozhrania. Po dosiahnutí spodnej (tlakovej) vrstvy Cu došlo k výraznému spomaleniu až zastaveniu ďalšieho šírenia trhliny v dôsledku vyššej tvárnosti Cu v porovnaní s Fe.

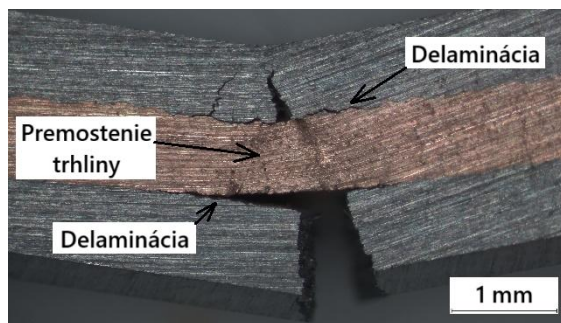


Obrázok 90 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 2.6 s nástrekom Cu-Fe-Cu



Obrázok 91 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 2.6. Cu-Fe-Cu, leptané

Obr. 92 - 93 zobrazuje vetvenie trhliny iniciovanej na ťahovej strane vzorky 4.6 Fe-Cu-Fe počas skúšky trojbodovým ohybom. Trhlina sa postupne šírila naprieč celým prierezom ťahovej vrstvy Fe, až kým nedosiahla rozhranie Fe-Cu. Na rozhraní medzi Fe a Cu došlo k delaminácii v dôsledku rozdielných mechanických vlastností. Cu vrstva plnila funkciu premostenia trhliny a dočasne spomalila jej šírenie. Následne však trhlina pokračovala ďalej cez tlakovú vrstvu Fe, kde došlo k takmer úplnému porušeniu vzorky.



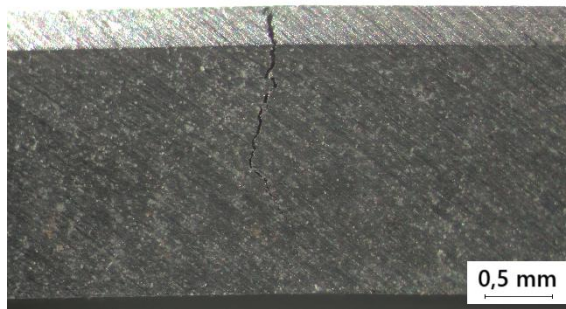
Obrázok 92 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 4.6 s nástrekom Fe-Cu-Fe



Obrázok 93 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 4.6. Fe-Cu-Fe, leptané

Obr. 94 - 95 znázorňuje mechanizmus šírenia trhliny vo vzorke CS vrstvy Fe s označením 5.7. Vzorka vykazuje z energetického hľadiska mechanizmus krehkého porušovania, čo je potvrdené zo záznamu skúšky trojbodovým ohybom (kapitola 4.3) a z pozorovania lomových

plôch. Na základe fraktografickej analýzy (kapitola 4.5.) je zrejmé, že trhlina sa prednostne šírila pozdĺž hraníc splatov. Prítomnosť pórov v CS nástreku mohla viesť k iniciácii a následnému vetveniu trhliny.



Obrázok 94 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 5.7. Fe



Obrázok 95 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 5.7. Fe, leptané

Na obr. 96 je znázornená snímka vzorky 8.1.9. Cu po skúške trojbodovým ohybom. Vzorka bola schopná pohltiť značné množstvo mechanickej energie a bola výrazne plasticky zdeformovaná, pričom bolo možné dosiahnuť vysoké hodnoty ohybového napätia na úrovni približne 600 MPa, čo značí o vysokej dislokačnej hustote. Na ťahovej strane vzorky sa pri pozorovaní pomocou SEM Zeiss Ultra 55 (kap. 4.5.) objavili jemné trhliny, ktoré boli lokálne izolované, krátke a nešírili sa naprieč prierezom vzorky, čo potvrdzuje vysokú húževnatosť a výbornú deformačnú schopnosť vrstvy Cu.



Obrázok 96 Vzorka 8.1.9. Cu po skúške trojbodovým ohybom

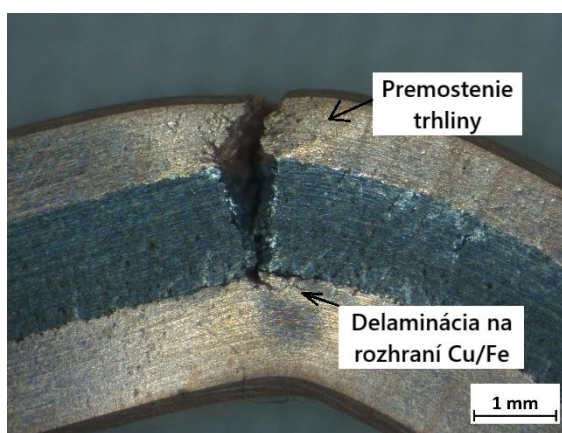
Obr. 97 - 103 znázorňujú šírenie trhlín vo vzorkách CS nástrekov po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod s označením:

- 1.2. Cu-Fe-Cu
- 3.1. Fe-Cu-Fe

- 6.1. Fe
- 8.2.4. Cu

V dôsledku aplikovaného tepelného spracovania možno pozorovať zvýšenie húževnatosti vo vrstvách Fe aj Cu. Dochádza k výraznému uvoľneniu zvyškových napätí, ktoré vznikli počas CS. Oba typy nástrekov prešli procesom rekryštalizácie, počas ktorého dochádza k zníženiu dislokačnej hustoty. Tento proces zlepšuje plastické vlastnosti nástrekov Fe aj Cu.

V prípade predĺženia doby výdrže na teplote tepelného spracovania nad 1 hod by mohlo dôjsť k nárastu veľkosti zŕn, čo by malo negatívny dopad na pevnostné mechanické vlastnosti. Prítomnosť väčších zŕn znamená menší počet hraníc zŕn, ktoré pôsobia ako bariéry pohybu dislokácií. Následne dochádza k poklesu pevnostných vlastností. Zachovanie jemnozrnej mikroštruktúry je pre dosiahnutie dobrých pevnostných mechanických vlastností zásadné, predovšetkým v aplikáciách, kde je požadovaná kombinácia vysokej pevnosti a húževnatosti.



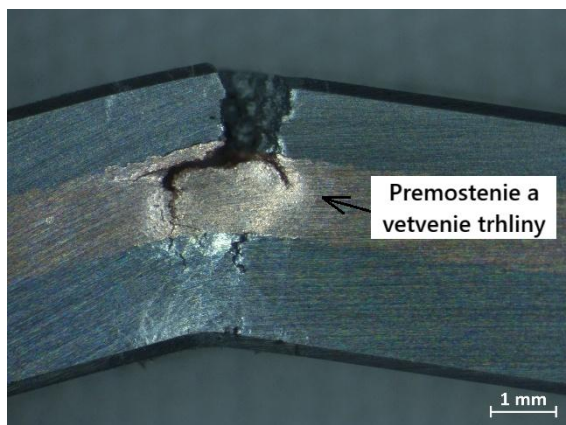
Obrázok 97 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 1.2. s nástrekom Cu-Fe-Cu



Obrázok 98 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 1.2. s nástrekom Cu-Fe-Cu, leptané

Obr. 97 a 98 znázorňujú pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 1.2. Cu-Fe-Cu. Rovnako ako v prípade netepelne spracovanej vzorky CS nástreku Cu-Fe-Cu s označením 2.6., došlo k iniciácii trhliny v strednej Fe CS vrstve. Následne bola trhlina vetvená smerom k ťahovej strane vzorky, pričom na rozhraní Fe-Cu bol pozorovaný počiatočný stav delaminácie. V porovnaní s nástrekmi vo východiskovom stave však bolo po tepelnom spracovaní možné

pozorovať výrazné zlepšenie húževnatosti vrstiev Fe aj Cu. Súčasne bola zaznamenaná aj vyššia ohybová pevnosť, ktorá v priemere vzrástla približne o 200 MPa.

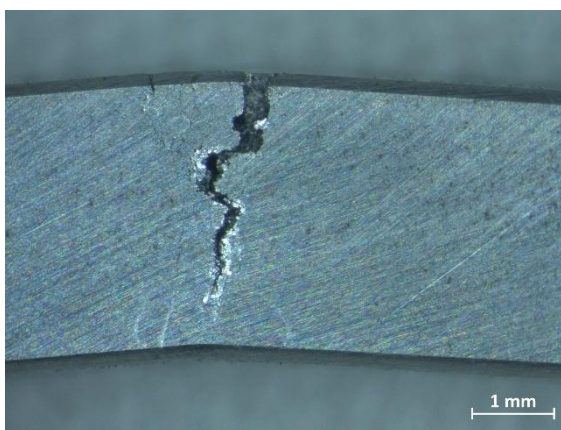


Obrázok 99 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 3.1. s nástrekom Fe-Cu-Fe



Obrázok 100 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 3.1. s nástrekom Fe-Cu-Fe, leptané

Na obr. 99 - 100 je znázornený priebeh šírenia trhliny vo vzorke CS nástreku typu Fe-Cu-Fe po tepelnom spracovaní pri 700 °C / 1 hod. Iniciácia trhliny nastala na ťahovej strane analyzovanej vzorky vo vrstve Fe. Vo vrstve Cu došlo k zreteľnému zakriveniu trhliny, ktorá sa začala odchyľovať od pôvodnej trajektórie. V dôsledku rekryštalizácie a zníženia dislokačnej hustoty vykazuje vrstva Cu zvýšenú húževnatosť a plasticitu, čo vedie k rozptýleniu napätového poľa v oblasti čela trhliny, čím sa znižuje energia potrebná na jej priame šírenie. Pozitívny dopad tepelného spracovania je pozorovateľný na rozhraní Fe-Cu, ktoré nevykazuje známky delaminácie. Na rozdiel od vzorky 4.6 Fe-Cu-Fe, kde došlo k delaminácii pozdĺž oboch rozhraní Fe-Cu, bola po žihaní pozorovaná zreteľne vyššia adhézna pevnosť.

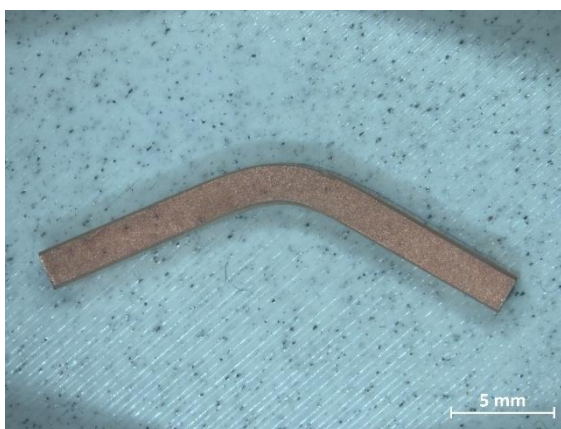


Obrázok 101 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 6.1. s nástrekom Fe



Obrázok 102 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 6.1. s nástrekom Fe, leptané

Obr. 101 a 102 zachytávajú snímky šírenia trhliny vzorky 6.1. Fe po tepelnom spracovaní. Tepelným spracovaním došlo k výraznému zlepšeniu húževnatosti CS nástreku Fe, čo potvrdzuje fraktografická analýza (kapitola 4.5.). Okrem zvýšenej húževnatosti došlo aj k výraznému zlepšeniu pevnosti v ohybe (kapitola 4.3.). Trhlina bola iniciovaná na ťahovej strane vzorky. Zakrivenie trhliny súvisí s prítomným tvárnym mechanizmom porušenia, pri ktorom dochádza k rozptýleniu lokálneho napätového poľa a odklonu trhliny od pôvodného smeru jej šírenia do oblasti s nižším odporom proti jej šíreniu.

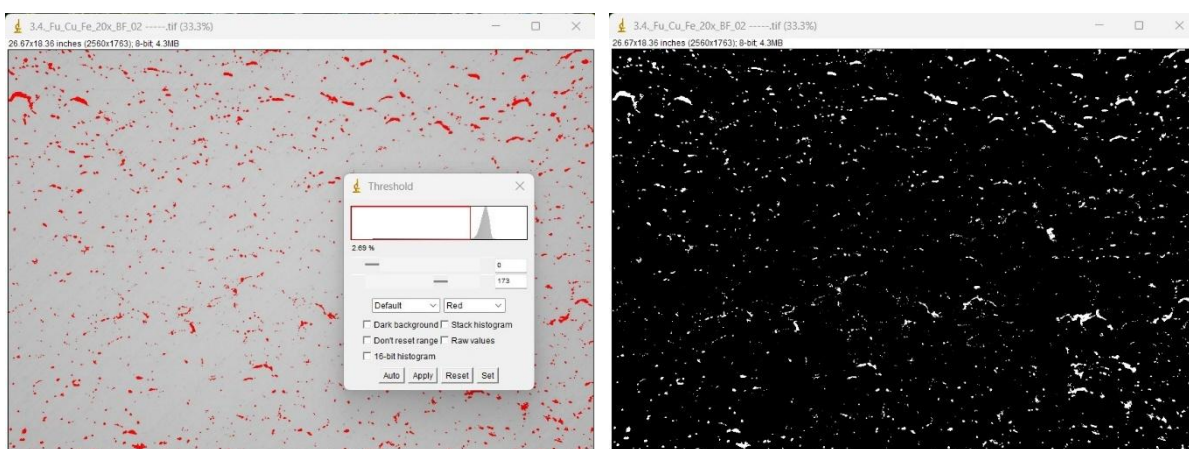


Obrázok 103 Pozorovanie šírenia trhliny vzorky s označením 8.2.4. s nástrekom Cu

V prípade vzorky 8.2.4 CS nástreku Cu po tepelnom spracovaní (obr. 103) bolo možné pozorovať výrazné zlepšenie tvárnosti. Pri analýze ťahovej strany vzorky pomocou SEM po skúške trojbodovým ohybom neboli identifikované žiadne mikrotrhliny.

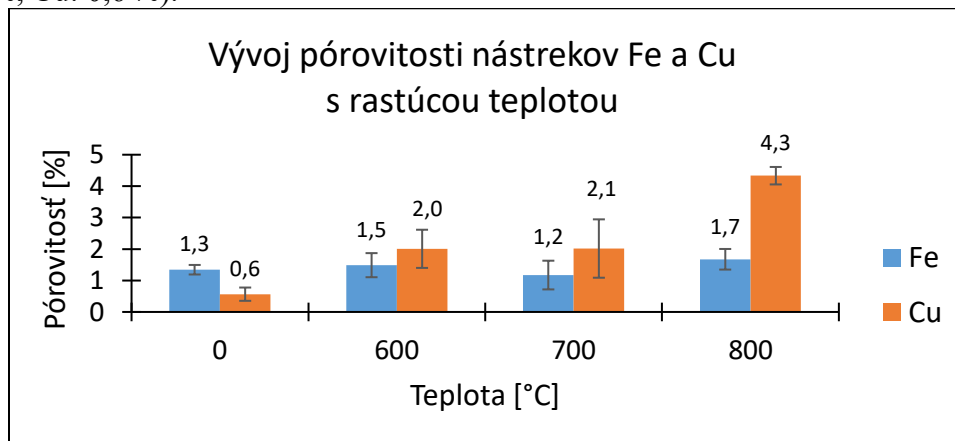
4.2 Pórovitosť

Pre stanovenie optimálnych parametrov tepelného spracovania, ktoré mali byť aplikované na ďalšiu sadu vzoriek nástrekov Fe, Cu, Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu, bolo najprv potrebné určiť vhodnú kombináciu teploty a doby výdrže. Hodnotenie prebehlo na základe postprocessingu snímok získaných svetelným mikroskopom Olympus GX51. Na analýzu a vyhodnotenie pórovitosti bol použitý softvér ImageJ. Pórovitosť bola vyhodnotená pre vzorky 3.4. Fe-Cu-Fe, pričom každá z nich bola tepelne spracovaná pri odlišných teplotách: 600, 700 a 800 °C / 1 hod. Pre každú teplotu a daný typ CS nástreku (Fe alebo Cu) boli analyzované snímky z troch rôznych oblastí. Rozmery analyzovaných snímok boli 2560 × 1763 px. Obr. 104 popisuje ukážku spracovania a prahovania obrazu v softvéri ImageJ za účelom vyhodnotenia pórovitosti.



Obrázok 104 Ukážka spracovania mikrosnímky v softvéri ImageJ – prahovanie obrazu za účelom vyhodnotenia pórovitosti

Výsledky analýzy sú zhrnuté v grafe závislosti pórovitosti na teplote tepelného spracovania, obr. 105, pričom uvedené údaje zahŕňajú priemerné hodnoty aj smerodajné odchýlky. V prípade vzoriek Fe sa pórovitosť pohybovala v rozsahu 1,2–1,7 %, pričom najnižšia hodnota bola zaznamenaná po tepelnom spracovaní pri 700 °C. Pri vzorkách Cu bol pozorovaný výraznejší nárast pórovitosti pri vyšších teplotách – najvyššia hodnota (4,3 %), bola nameraná pri 800 °C. Pórovitosť vzorky vo východiskovom stave bola priemerne nižšia ako po tepelnom spracovaní (Fe: 1,3 %, Cu: 0,6 %).



Obrázok 105 Graf závislosti pórovitosti na teplote tepelného spracovania

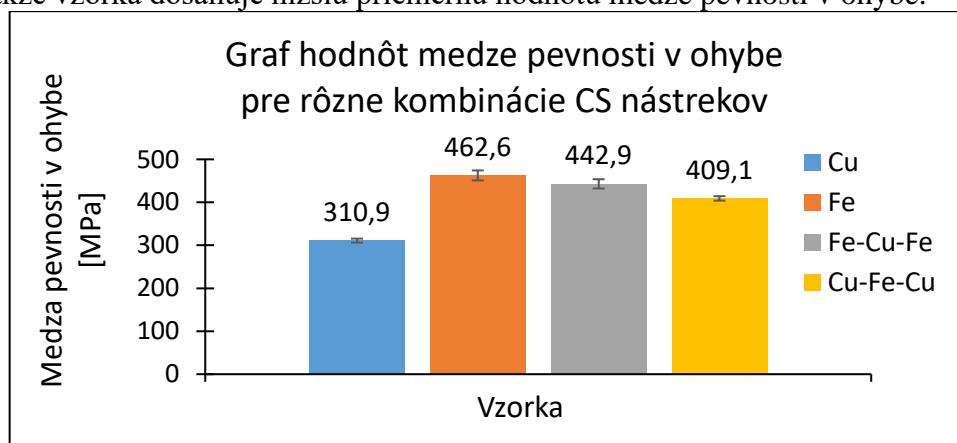
Z výsledkov je zrejmé, že v prípade Cu CS nástrekov dochádzalo so zvyšujúcou sa teplotou spracovania k výraznému nárastu pórovitosti. Pri Fe nástrekoch boli rozdiely medzi vzorkami menej výrazné. Smerodajné odchýlky boli vo všetkých prípadoch relatívne vysoké, čo je v súlade s očakávaniami vzhľadom na nehomogenitu CS nástrekov a nerovnomerné rozloženie pórov v ich objeme. Na základe analýzy pórovitosti a pozorovaní mikroštruktúry pomocou svetelného mikroskopu Olympus GX 51 boli zvolené optimálne parametre tepelného spracovania: teplota 700 °C s dobou výdrže 1 hod. Pri tejto teplote dochádzalo k účinnej rekryštalizácii bez výrazného nárastu pórovitosti (najmä u Cu nástrekov). Oproti teplote 600 °C bola rekryštalizácia efektívnejšia, zatiaľ čo pri 800 °C bolo možné pozorovať neželaný nárast pórovitosti.

4.3 Skúška trojbodovým ohybom

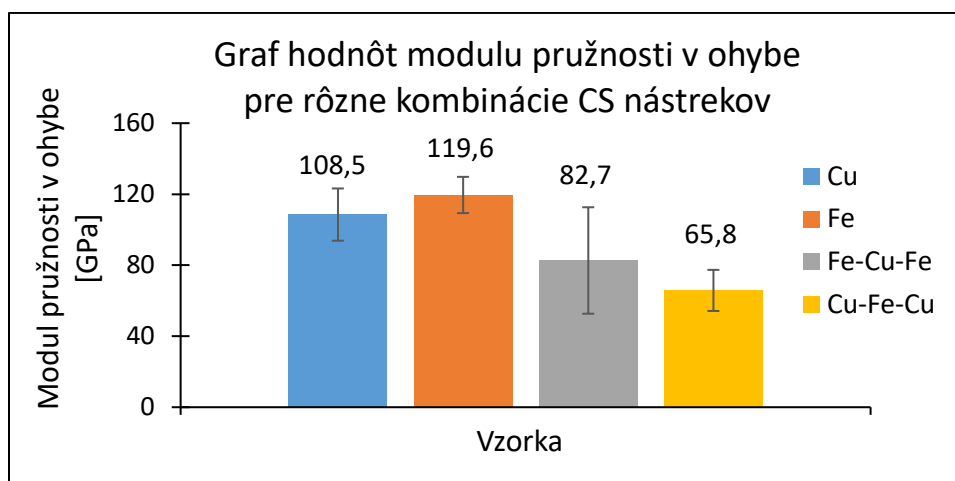
Grafy na obr. 106 – 107 a 109 - 110 zobrazujú výsledné hodnoty medze pevnosti v ohybe a modulu pružnosti v ohybe pre rôzne kombinácie CS nástrekov vo východiskovom stave a v stave po tepelnom spracovaní, získané na základe dát zo skúšky trojbodovým ohybom. Rozmery skúšobných vzoriek sú uvedené v prílohe A a B.

V grafe na obr. 106 sú zachytené priemerné hodnoty medze pevnosti v ohybe pre rozličné typy vzoriek CS nástrekov vo východiskovom stave (bez tepelného spracovania). Pre každú analyzovanú vzorku bola medza pevnosti stanovená ako najvyšší bod (maximum) na grafe závislosti ohybové napätie – deformácia. Najvyššia priemerná hodnota bola dosiahnutá pre CS nástrek Fe (približne 462,6 MPa), zatiaľ čo najnižšia bola zaznamenaná pre CS nástrek Cu (~ 310,9 MPa). Hodnoty pevnosti v ohybe viacvrstvených CS nástrekov boli približne 442,9 MPa pre Fe-Cu-Fe a 409,1 MPa pre Cu-Fe-Cu. Pre každý typ vzoriek (Fe, Cu, Fe-Cu-Fe, Cu-Fe-Cu) boli medza pevnosti v ohybe aj modul pružnosti v ohybe vo východiskovom stave aj v stave po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod vyhodnotené na základe troch reprezentatívnych meraní.

Rozdiel v ohybovej pevnosti medzi vzorkami Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu možno pripísať rozdielnemu usporiadaniu vrstiev, ktoré ovplyvňuje rozloženie normálových aj šmykových napätí počas skúšky trojbodovým ohybom. Pri skúške trojbodovým ohybom sú povrchové vrstvy vystavené pôsobeniu maximálneho normálového napätia; rozhrania sú vystavené pôsobeniu šmykového napätia. Laminát Fe-Cu-Fe má na povrchu pevnejší Fe, ktorý je vystavený pôsobeniu vyššieho normálového napätia, a stred tvárnejšieho CS nástreku Cu znižuje riziko delaminácie. Naopak, pri Cu-Fe-Cu leží povrchová vrstva tvárnej Cu v oblasti maximálneho normálového napätia, zatiaľ čo rozhranie Fe/Cu pracuje pri vyššom šmykovom napätí, takže vzorka dosahuje nižšiu priemernú hodnotu medze pevnosti v ohybe.



Obrázok 106 Graf hodnôt medze pevnosti v ohybe pre rôzne kombinácie CS nástrekov v stave bez tepelného spracovania

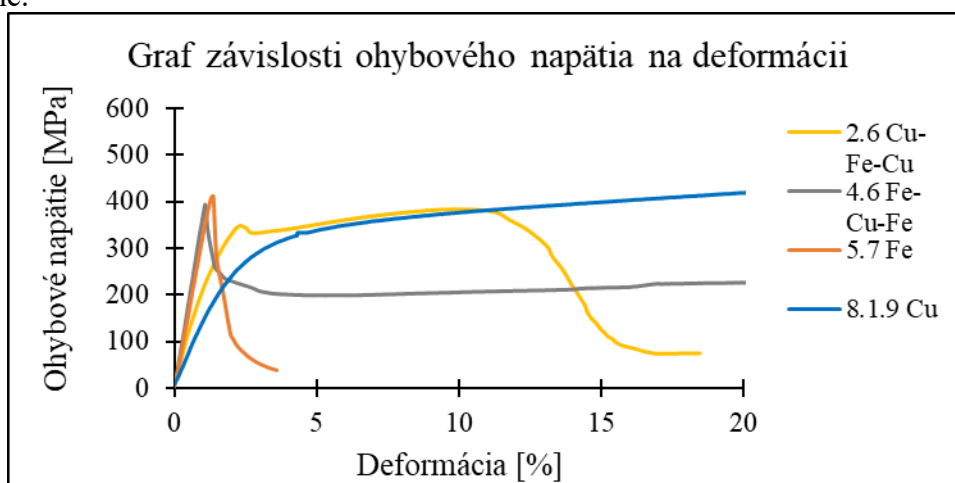


Obrázok 107 Graf hodnôt modulu pružnosti v ohybe pre rôzne kombinácie CS nástrekov v stave bez tepelného spracovania

Graf na obr. 107 znázorňuje priemerné hodnoty modulu pružnosti v ohybe pre rôzne kombinácie CS nástrekov vo východiskovom stave (bez tepelného spracovania). Modul pružnosti v ohybe bol stanovený ako priemerná hodnota (vzťah 8) v lineárnej oblasti krivky závislosti ohybové napätie – deformácia, konkrétne v rozsahu deformácií 0,0005-0,0025. Najvyššia hodnota modulu pružnosti v ohybe bola dosiahnutá v prípade CS nástreku Fe (~119,6 GPa); zatiaľ čo najnižšia priemerná hodnota bola dosiahnutá pre nástrek typu Cu-Fe-Cu (~65,8 GPa).

Na rozdiel od medze pevnosti v ohybe, v prípade ktorej bolo možné zaznamenať nízke smerodajné odchýlky, bol pri všetkých typoch CS nástrekov pozorovaný výrazný rozptyl hodnôt modulu pružnosti v ohybe. Tento jav možno pripísať vysokej citlivosti modulu pružnosti na charakter mikroštruktúry a mikroštruktúrne vlastnosti daných CS nástrekov. Významný vplyv majú najmä pórovitosť, rozloženie vrstiev a adhézna pevnosť medzi jednotlivými vrstvami (v prípade viacvrstvených laminátov Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu), ktoré môžu spôsobovať rozdiely v tuhosti a tým prispievať k zvýšenému rozptylu hodnôt.

Graf znázornený na obr. 108 zobrazuje závislosť ohybového napätia od deformácie. Detailná analýza píkov reprezentatívnych kriviek jednotlivých typov nástrekov je uvedená v kapitole 4.4. (DIC analýza). Zaznamenané rozdiely tvaru kriviek rovnakého typu vzoriek sú len minimálne.

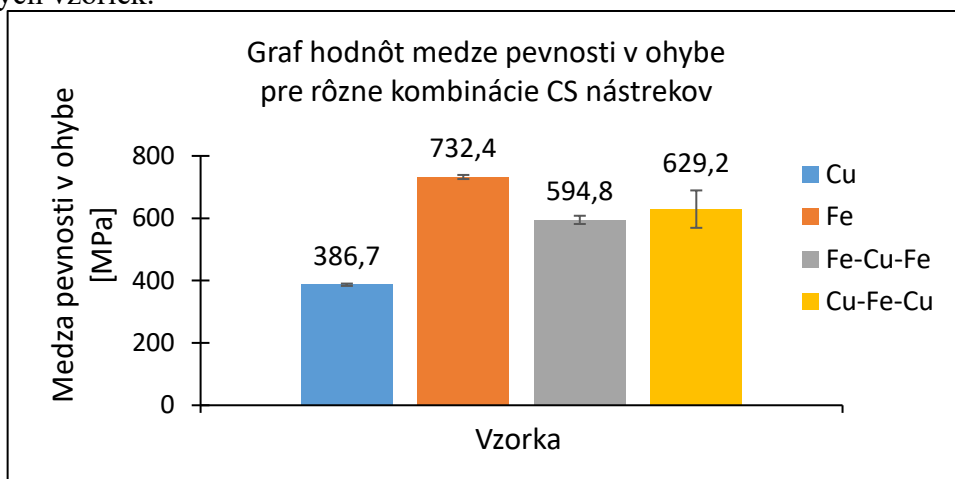


Obrázok 108 Graf závislosti ohybového napätia na deformácii vzoriek CS nástrekov vzoriek Cu, Fe, Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu vo východiskovom stave

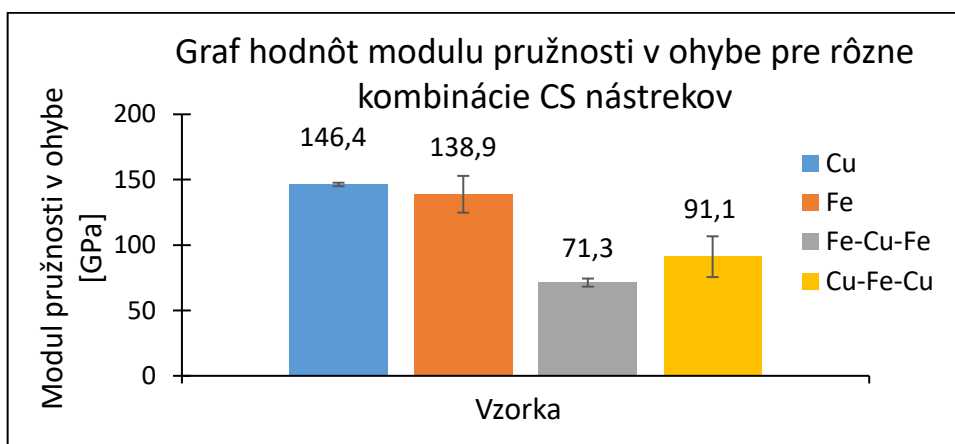
V grafe na obr. 109 sú zachytené priemerné hodnoty medze pevnosti v ohybe pre rozličné typy vzoriek CS nástrekov v stave po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod. Najvyššia priemerná hodnota bola dosiahnutá pre CS nástrek Fe (približne 732,4 MPa), zatiaľ čo najnižšia bola zaznamenaná pre CS nástrek Cu (~ 386,7 MPa). Hodnoty pevnosti v ohybe viacvrstvených CS nástrekov boli približne 594,8 MPa pre Fe-Cu-Fe a 629,2 MPa pre Cu-Fe-Cu.

Tepelné spracovanie viedlo k očakávanému zvýšeniu pevnosti v ohybe pri všetkých analyzovaných typoch nástrekov. Najvýraznejší nárast bol pozorovaný v prípade vzoriek CS nástreku typu Fe, kde sa medza pevnosti zvýšila oproti východiskovému stavu až o približne 270 MPa. Najmenší rozdiel bol zaznamenaný v prípade CS nástreku typu Cu, kde sa priemerná hodnota medze pevnosti v ohybe zvýšila len o približne 76 MPa.

Zvýšenie pevnosti CS nástrekov po tepelnom spracovaní možno pripísať najmä zlepšeniu adhéznej pevnosti medzi splotmi jednotlivých CS vrstiev a na rozhraní Fe/Cu. Počas skúšky trojbodovým ohybom sú povrchové vrstvy vystavené normálovému napätiu (ťah/tlak), zatiaľ čo v oblasti neutrálnej osi a na rozhraní Cu/Fe pôsobí šmykové napätie, ktoré môže viesť k delaminácii. Keďže po tepelnom spracovaní došlo k zvýšeniu adhéznej pevnosti rozhraní, nastal efektívnejší prenos šmykového napätia medzi vrstvami a tým sa znížilo riziko delaminácie. Smerodajné odchýlky boli vo väčšine prípadov nízke, výnimku tvorili vzorky typu Cu-Fe-Cu, čo je pravdepodobne spôsobené rozdielnou pórovitosťou vrstiev nástrekov jednotlivých vzoriek.



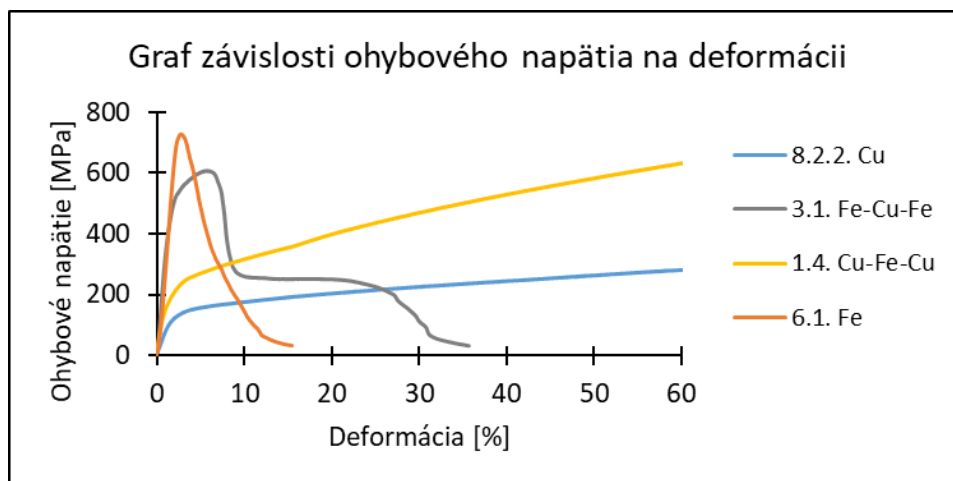
Obrázok 109 Graf hodnôt medze pevnosti v ohybe pre rôzne kombinácie CS nástrekov v stave po tepelnom spracovaní 700°C/1 hod



Obrázok 110 Graf hodnôt modulu pružnosti v ohybe pre rôzne kombinácie CS nástrekov v stave po tepelnom spracovaní 700°C/1 hod

V grafe na obr. 110 sú zobrazené priemerné hodnoty modulu pružnosti v ohybe pre rôzne typy CS nástrekov v stave po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod. Najvyššia priemerná hodnota bola dosiahnutá pre CS nástrek typu Cu (146,4 GPa), naopak najnižšia hodnota bola zaznamenaná v prípade CS nástreku Fe-Cu-Fe (71,3 GPa). V prípade nástreku Cu ide o výrazné zvýšenie oproti východiskovému stavu, kde bol modul pružnosti približne 108,5 GPa. Nárast o 37,9 GPa možno pripísať mikroštruktúrnym zmenám, ku ktorým došlo počas žihania. Pri tejto teplote prebehla rekryštalizácia a zjemnenie zrna, čo potvrdzuje aj EBSD analýza (kapitola 4.6.).

V prípade Fe je rovnako možné pozorovať zvýšenie modulu pružnosti v ohybe z pôvodných 119,6 GPa (východiskový stav) na hodnotu 138,9 GPa, čo predstavuje nárast o 19,3 GPa. Pri vicvrstvených laminátoch bol zaznamenaný výrazný nárast pre Cu-Fe-Cu, a to v priemere o 25,3 GPa. Naopak, v prípade Fe-Cu-Fe došlo po tepelnom spracovaní k miernemu poklesu modulu pružnosti o 11,4 GPa oproti východiskovej hodnote. V tomto prípade je však potrebné zohľadniť vysokú smerodajnú odchýlku, ktorá poukazuje na zvýšenú variabilitu medzi jednotlivými vzorkami a tým aj na zníženú reprodukovateľnosť merania.



Obrázok 111 Graf závislosti ohybového napätia na deformácii vzoriek CS nástrekov vzoriek Cu, Fe, Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod

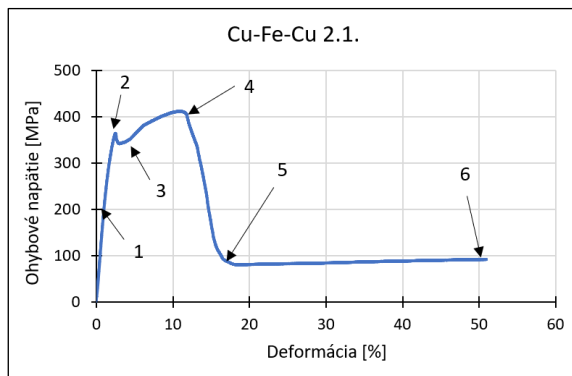
Na obr. 111 sú vykreslené krivky ohybové napätie – deformácia pre rôzne kombinácie CS nástrekov po tepelnom spracovaní. Jednotlivé píky na krivkách sú ďalej analyzované v rámci DIC metódy (kapitola 4.4.). Vzorky 1.4. Cu-Fe-Cu a 8.2.2. Cu nevykazovali úplné porušenie. Skúška prebiehala až do okamihu, kým plasticky zdeformované vzorky dosiahli mechanický kontakt s hornými valčekmi konštrukcie skúšobného zariadenia

4.4 Digitálna obrazová korelácia (DIC)

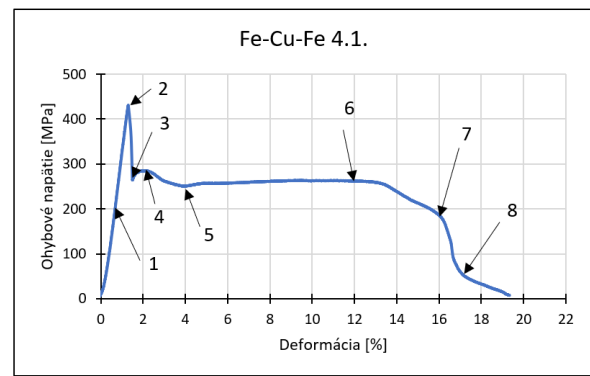
V rámci DIC analýzy boli vyhodnotené konkrétne body na napät'ovo-deformačných krivkách nasledovných vzoriek:

- 2.1. Cu-Fe-Cu (východiskový stav)
- 4.1. Fe-Cu-Fe (východiskový stav)
- 1.4. Cu-Fe-Cu (stav po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod)
- 3.1. Fe-Cu-Fe (stav po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod)

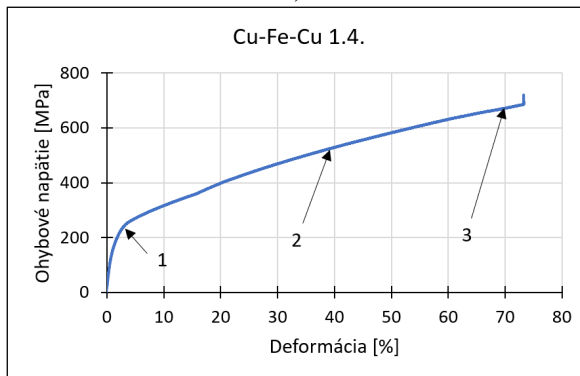
Pomocou tejto metódy bolo možné popísať časovo závislé správanie ohybového napätia a deformácie na základe sekvencie snímok, ktoré boli vyhotovené v priebehu skúšky trojbodovým ohybom. Výsledky sú znázornené na obr. 112 a v prílohe E-H.



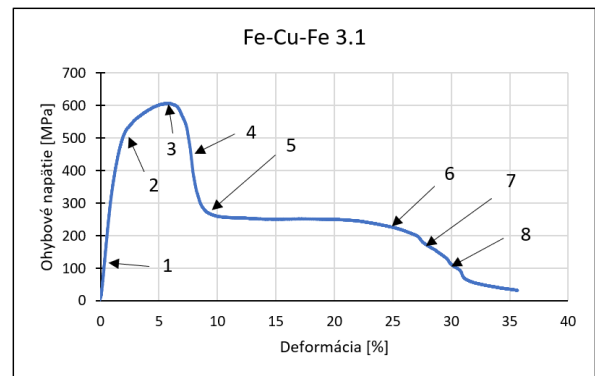
a)



b)



c)



d)

Obrázok 112 Vyznačené body napäťovo-deformačných kriviek vzoriek vyhodnocovaných DIC analýzou

Analýza vzorky 2.1. Cu-Fe-Cu

Výsledky z DIC analýzy vzorky 2.1. Cu-Fe-Cu vo východiskovom stave sú uvedené v prílohe E. V rozmedzí bodov 0 - 2 sa nachádza oblasť elastickej deformácie. Bod číslo 2 popisuje okamih lokálneho maximálneho ohybového napätia, pričom dochádza k počiatku krehkého porušovania Fe. V rozmedzí bodov 3 - 4 dochádza k lokálnej plastickej deformácii vo vzorke a šíreniu trhliny v CS vrstve Fe, ktoré nastalo pravdepodobne v dôsledku dosiahnutia kritickej úrovne normálového napätia. Bod 4 zodpovedá maximálnej hodnote ohybového napätia – 409,69 MPa pri deformácii 11,41 % (70 s), čo predstavuje medzu pevnosti v ohybe tejto vzorky. Oblasť medzi bodmi 4 - 5 reprezentuje fázu počiatku šírenia trhliny do vrstvy Cu. Za bodom 5 dochádza k úplnému porušeniu vonkajšej vrstvy Cu na ťahovej strane vzorky. Medzi bodmi 5 a 6 dochádza k pokročilému štádiu porušovania s výraznou delamináciou pozdĺž rozhrania Fe-Cu na tlakovej strane vzorky. Táto delaminácia bola vyvolaná pôsobením šmykového napätia v kombinácii s nedostatočnou adhéznou pevnosťou medzi CS vrstvami.

Analýza vzorky 4.1. Fe-Cu-Fe

Výsledky z DIC analýzy netepelne spracovanej vzorky 4.1. Fe-Cu-Fe sú znázornené v prílohe F. Rozmedzie bodov 0 - 2 zachytáva oblasť elastickej deformácie. Bod 2 predstavuje maximálnu hodnotu ohybového napätia, teda medze pevnosti v ohybe 431,18 MPa pri deformácii 1,30 % a čase 15,09 s. V rozmedzí bodov 3-4 je viditeľný vznik zárodka trhliny s následným šírením na ťahovej strane Fe vrstvy. Medzi bodmi 4 - 5 vplyvom premostujúceho mechanizmu Cu vrstvy (s vyššou plasticitou oproti Fe) k vzniku a následnému šíreniu trhliny na tlakovej strane vzorky. Body 6 až 8 zobrazujú ďalší postup trhliny smerom k tlakovej strane vzorky vo vrstve Fe a postupné porušenie. Cu vrstva je v tejto fáze výrazne plasticke zdeformovaná, čo znamená, že je schopná absorbovať časť deformačnej energie.

Analýza vzorky 1.4. Cu-Fe-Cu

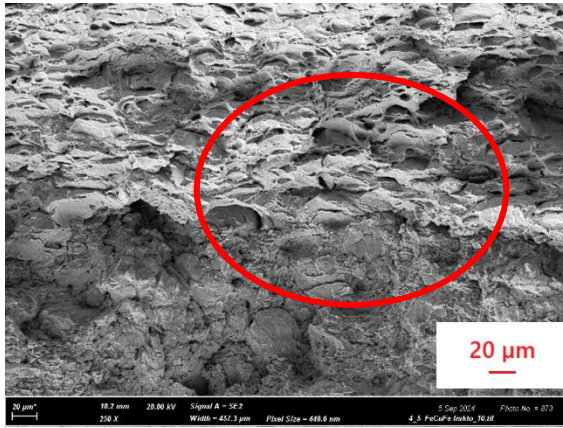
Výsledky z DIC analýzy vzorky 1.4. Cu-Fe-Cu v stave po tepelnom spracovaní 700°C/1 hod sú znázornené v prílohe G. Tepelným spracovaním došlo k výraznému zlepšeniu adhéznej pevnosti na rozhraní Fe-Cu. Vo vzorke počas priebehu skúšky trojbodovým ohybom nebolo možné detekovať iniciáciu trhliny, čo je dokázané DIC analýzou. Povrchové vrstvy odolali pôsobeniu maximálneho normálového napätia bez známok porušenia. Zároveň bolo šmykové napätie pôsobiace na rozhraní Fe-Cu prenášané rovnomerne jednotlivými vrstvami vďaka zlepšenej adhéznej pevnosti po žíhaní. Na rozhraní medzi Fe a Cu nedošlo k vzniku delaminácie. Najvyššia hodnota ohybového napätia – medza pevnosti v ohybe – bola dosiahnutá pri deformácii 73,25 %.

Analýza vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe

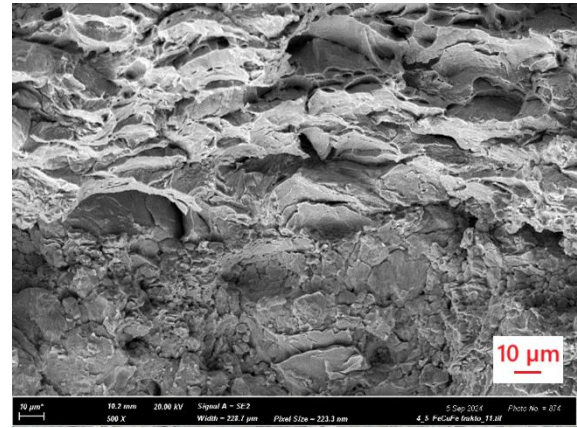
Výsledky z DIC analýzy vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe v stave po tepelnom spracovaní 700°C/1 hod sú znázornené v prílohe H. Medzi bodmi 0 – 2 je zachytená oblasť elastickej deformácie. Medzu pevnosti v ohybe pre túto vzorku (bod 3) predstavuje hodnota 603,91 MPa, ktorú zachytáva snímka vyhotovená v čase 44,81s. Je znázornená bodom 3, pričom v tomto bode dochádza k počiatočnej lokalizácii zárodka trhliny. Od bodu 3 až 5 dochádza najprv k iniciácii a neskôr postupnému šíreniu trhliny naprieč CS vrstvami Fe v dôsledku pôsobenia kombinovaného normálového a šmykového napätia. Medzi bodmi 5 a 6 dochádza k výraznej plastickej deformácii strednej húževnatej vrstvy Cu, ktorá vďaka zvýšenej plasticite po tepelnom spracovaní dokáže absorbovať časť deformačnej energie a napomáha prenosu šmykového napätia medzi Fe vrstvami. Tento jav vedie k zmene trajektórie šírenia trhliny. Ďalšie štádiá (body 6-8) vykazujú pokročilú plastickej deformáciu všetkých CS vrstiev. Porovnaním s DIC záznamom vzorky 4.1. (východiskový stav) je možné potvrdiť pozitívny vplyv tepelného spracovania na zvýšenie húževnatosti Fe vrstiev. Oblasť medzi bodmi 0 až 3 naznačuje zvýšenú odolnosť Fe vrstvy proti plastickej deformácii pred dosiahnutím maximálneho ohybového napätia. Oproti tomu v prípade vzorky 4.1. je možné pozorovať strmý a prudký nárast ohybového napätia pri nízkej deformácii.

4.5 Skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM)

Po vykonaní skúšky trojbodovým ohybom a pozorovaní vybraných vzoriek pomocou svetelnej mikroskopie nasledovala analýza lomových plôch jednotlivých CS nástrekov. Vzorky boli pred pozorovaním v SEM Zeiss Ultra 55 ponorené do acetónu a čistené v ultrazvuku po dobu 15 min. Najskôr boli zaznamenané snímky lomových plôch vzoriek vo východiskovom stave a následne v stave po tepelnom spracovaní.

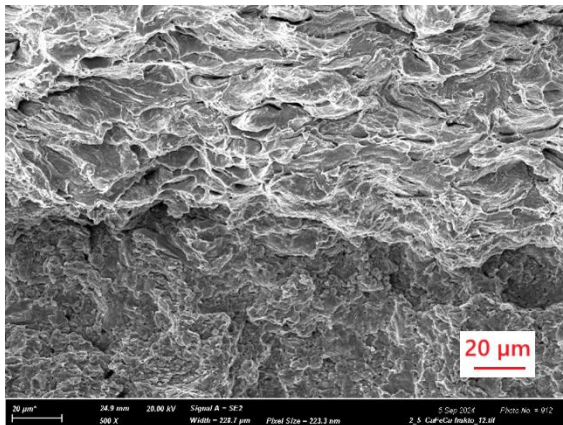


Obrázok 113 Lomová plocha vzorky s označením 4.5 Fe-Cu-Fe

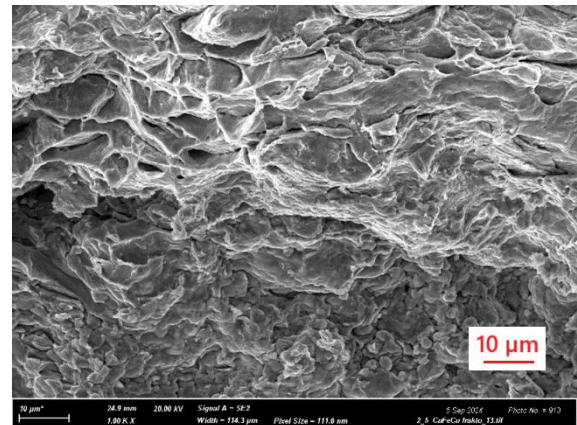


Obrázok 114 Lomová plocha vzorky s označením 4.5 Fe-Cu-Fe (detail)

Na obr. 113 – 114 je znázornené rozhranie medzi vrstvou Fe a Cu vzorky 4.5. nástreku Fe-Cu-Fe. Vrchná časť snímok zodpovedá lomovej ploche Cu, ktorá vykazuje znaky tvárneho porušenia, charakteristického prítomnosťou plasticky deformovaných oblastí – takzvaných dutín. Spodná časť snímok predstavuje lomovú plochu vrstvy Fe, kde sú jasne viditeľné presekuté splaty – dôkaz o krehkom mechanizme porušenia. Lomová plocha Fe je charakteristická jemnozrnnou štruktúrou, čo potvrdzuje analýza veľkosti častíc CS prášku. Rozhranie medzi Fe a Cu vrstvami lokálne nevykazuje známky delaminácie, čo poukazuje na výbornú lokálnu adhéziu pevnosť medzi splatmi jednotlivých vrstiev. Napriek tomu toto rozhranie môže predstavovať kritickú oblasť, v ktorej dochádza k zmene trajektórie šírenia trhliny v dôsledku rozdielnych mechanických vlastností Cu a Fe. Zvyškové napätia vznikajúce v jednotlivých vrstvách počas procesu CS môžu slúžiť ako iniciačné miesta pre vznik trhlín na rozhraní vrstiev.

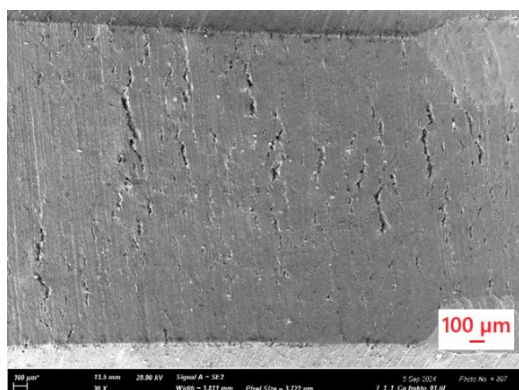


Obrázok 115 Lomová plocha vzorky s označením 4.5 Fe-Cu-Fe

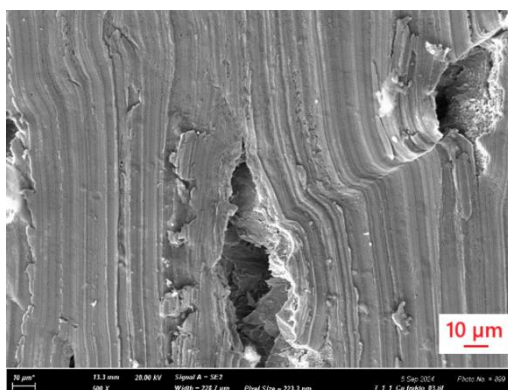


Obrázok 116 Lomová plocha vzorky s označením 4.5 Fe-Cu-Fe (detail)

Obr. 115 – 116 zobrazujú rozhranie lomovej plochy vzorky CS nástreku typu Fe-Cu-Fe. V prípade vrstvy Cu (horná časť snímok) je možné sledovať medzisplátový tvárny mechanizmus porušovania. Lomová plocha vrstvy Fe je charakteristická prítomnosťou veľmi malých častíc, občas sa objavujú častice väčšej veľkosti.

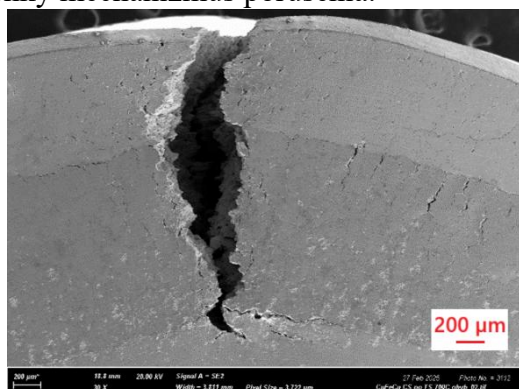


Obrázok 117 Lomová plocha vzorky s označením 7.1.1. Cu

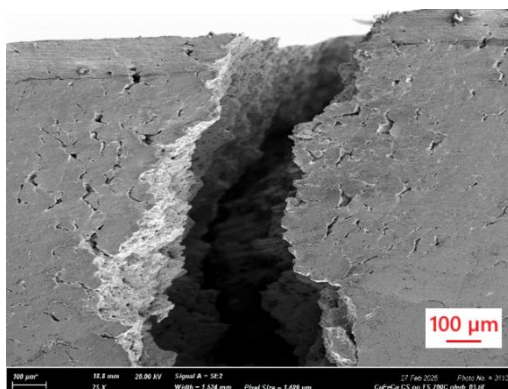


Obrázok 118 Lomová plocha vzorky s označením 7.1.1. Cu (detail)

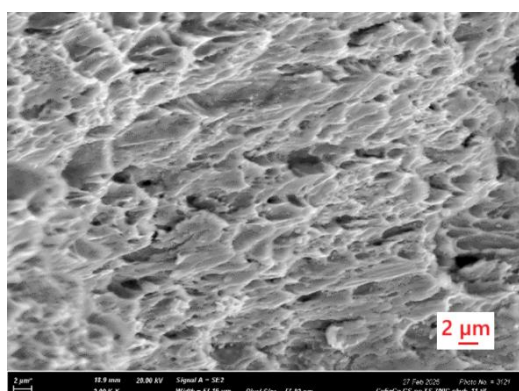
Obr. 117 – 118 znázorňuje výskyt jemných trhlín na ťahovej strane vzorky 7.1.1. Cu. Vzorka vykazuje vysokú húževnatosť, a preto by na vznik kontinuálnych trhlín bolo potrebné, aby absorbovala väčšie množstvo energie. Z hľadiska mechanizmu sa jedná o tvárny vysokoenergetický lom. Po tepelnom spracovaní vzorky 1.2. Cu-Fe-Cu pri teplote 700 °C počas 1 hod bolo možné na lomovej ploche (obr. 119 - 122) pozorovať výrazné zmeny, najmä v oblasti strednej vrstvy Fe. V prípade Fe vrstvy je možné čiastočne pozorovať jamkovú morfológiu, ktorá je typická pre tvárny mechanizmus porušenia. Prítomnosť plasticke deformovaných oblastí a mikrojamiek poukazuje na zvýšenú schopnosť materiálu absorbovať deformačnú energiu. Viditeľné sú aj oblasti, v prípade ktorých došlo k preseknutiu splatov, čo indikuje krehký mechanizmus porušenia.



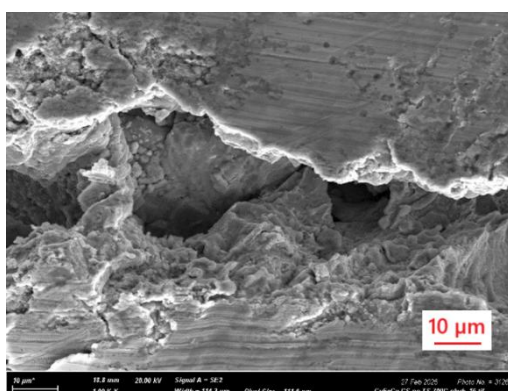
Obrázok 119 Lomová plocha vzorky s označením 1.2. Cu-Fe-Cu



Obrázok 120 Lomová plocha vzorky s označením 1.2. Cu-Fe-Cu (detail)



Obrázok 121 Lomová plocha vzorky 1.2. Cu-Fe-Cu (detail vrstvy Fe)



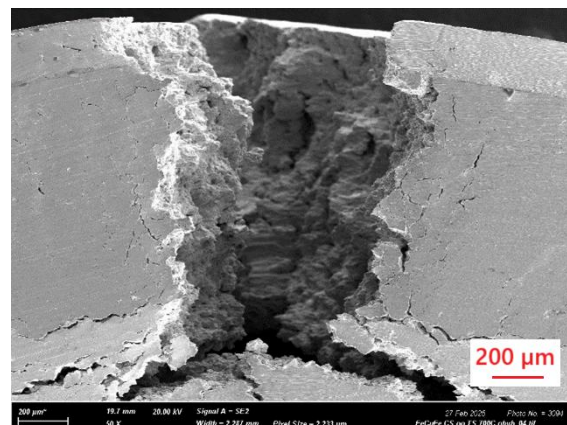
Obrázok 122 Lomová plocha vzorky 1.2. Cu-Fe-Cu (detail vrstvy Fe)

Z obr. 123 je možné pozorovať zatáčanie a rozvetvenie trhliny pri prechode medzifázovým rozhraním Fe-Cu, čo naznačuje zmenu v mechanizme porušovania v závislosti od pevnostných

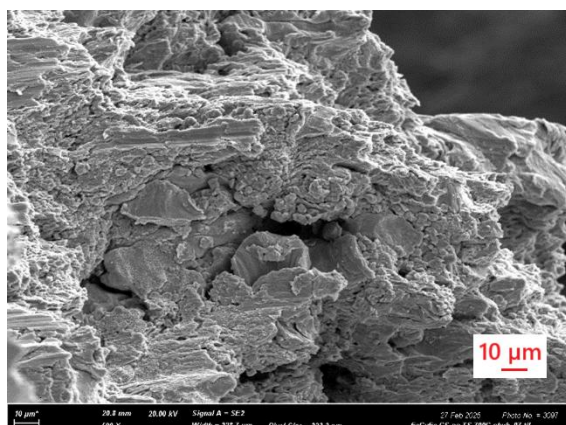
a plastických vlastností jednotlivých vrstiev. Rozhranie medzi materiálmi s odlišnou plasticitou a pevnosťou pôsobí ako bariéra alebo preferenčná dráha pre šírenie trhlín, čo sa prejavuje aj v prípade vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe. Rovnako ako v prípade 1.2. Cu-Fe-Cu, je možné v Fe vrstvách pozorovať kombinovaný charakter lomu – na niektorých miestach sa vyskytuje jamková morfológia, ktorá poukazuje na tvárny lom, zatiaľ čo v iných oblastiach je zjavné preseknutie splatov, ktoré poukazuje na lokálne oslabenie väzieb medzi časticami. Cu vrstva vykazuje výrazne homogénnejšiu lomovú plochu s dominantným tvárnym mechanizmom porušenia, ktorý sa prejavuje výraznou jamkovou morfológiou, pričom je charakteristická vysokou húževnatosťou a plastickým správaním.



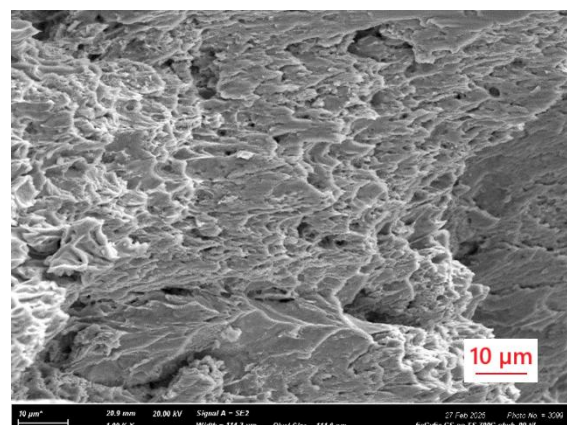
Obrázok 123 Lomová plocha vzorky s označením 3.1. Fe-Cu-Fe



Obrázok 124 Lomová plocha vzorky s označením 3.1. Fe-Cu-Fe (detail Fe vrstvy)



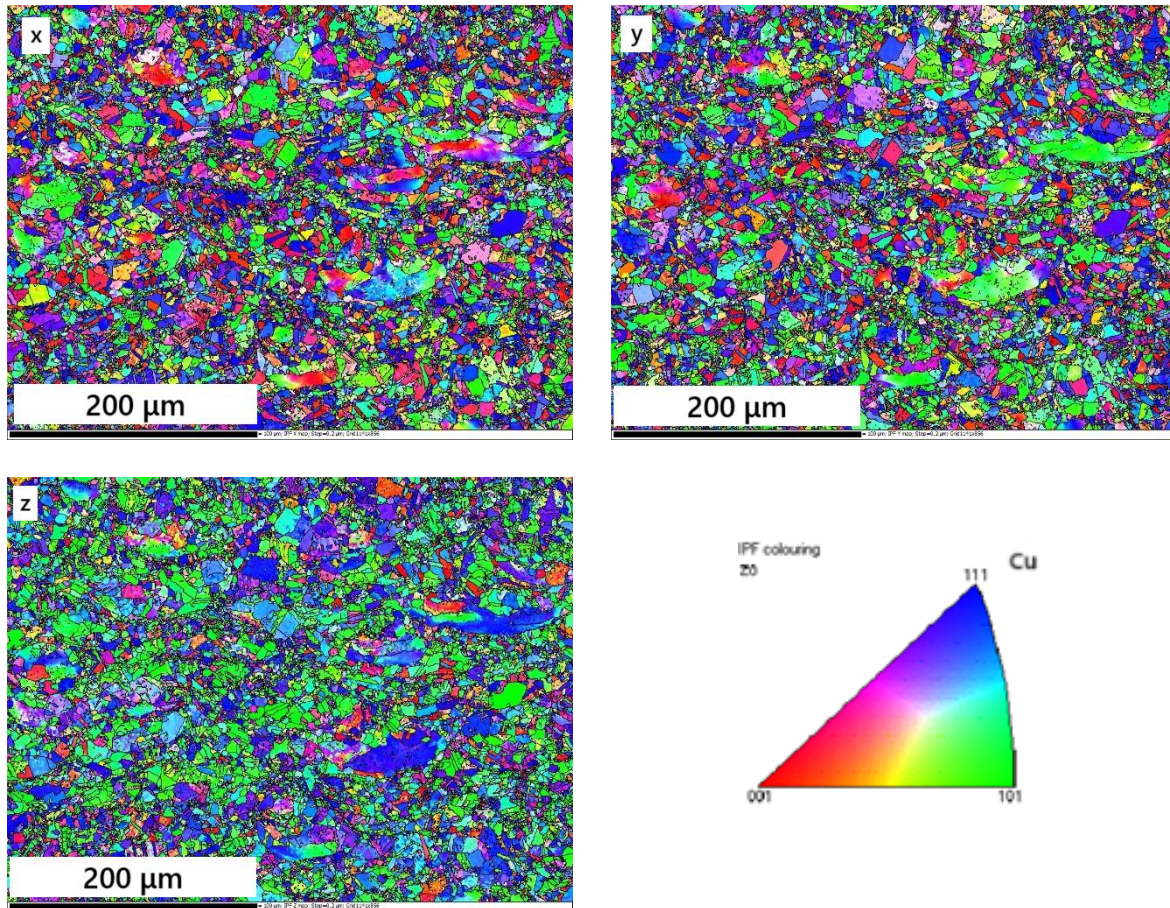
Obrázok 125 Lomová plocha vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe (detail Cu vrstvy)



Obrázok 126 Lomová plocha vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe (detail Cu vrstvy)

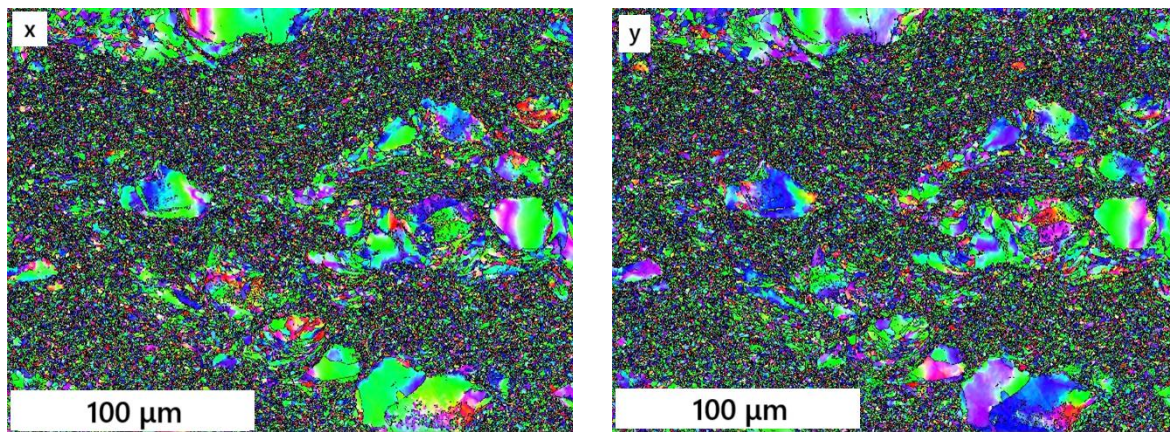
4.6 Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD)

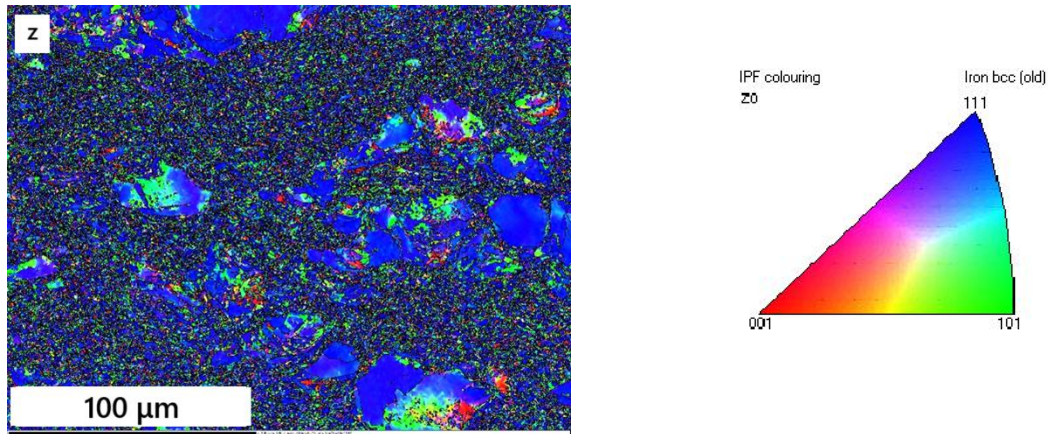
EBSD metóda je vhodná na posúdenie miery rekryštalizácie v CS vrstvách po aplikácii tepelného spracovania. Poskytuje detailné informácie o zrnách, ich orientácii, rekryštalizácii a deformačnom správaní CS nástrekov, čo umožňuje vyhodnotiť ako tepelné spracovanie ovplyvňuje štruktúru a vlastnosti daného materiálu [120]. V rámci tejto kapitoly je skúmaná orientácia zrn v Cu a Fe vrstvách vo východiskovom stave a v stave po tepelnom spracovaní (700°C / 1 hod) a zmena veľkostí zrn v rámci analyzovaných oblastí, čo poukazuje na prítomný efekt rekryštalizácie.



Obrázok 127 IPF mapa Cu CS vrstvy

IPF mapa znázornená na obr. 127 bola nasnímaná s rozlíšením 0,2 μm na ploche 230 × 170 μm. Vzorka s označením 3.4 Fe-Cu-Fe bola analyzovaná vo východiskovom stave bez tepelného spracovania. Z IPF mapy orientácie zŕn vyplýva, že v smeroch osí x a y je orientácia prevažne náhodná, bez výraznej kryštalografickej textúry. V smere osi z je však možné pozorovať zvýšený výskyt zŕn s orientáciami blízkymi <101> a <111>, čo sa na zázname prejavuje zvýšeným výskytom zelených a modrých oblastí. Táto orientačná preferencia v smere osi z súvisí s procesom vytvárania vrstiev počas tvorby povlaku metódou CS.

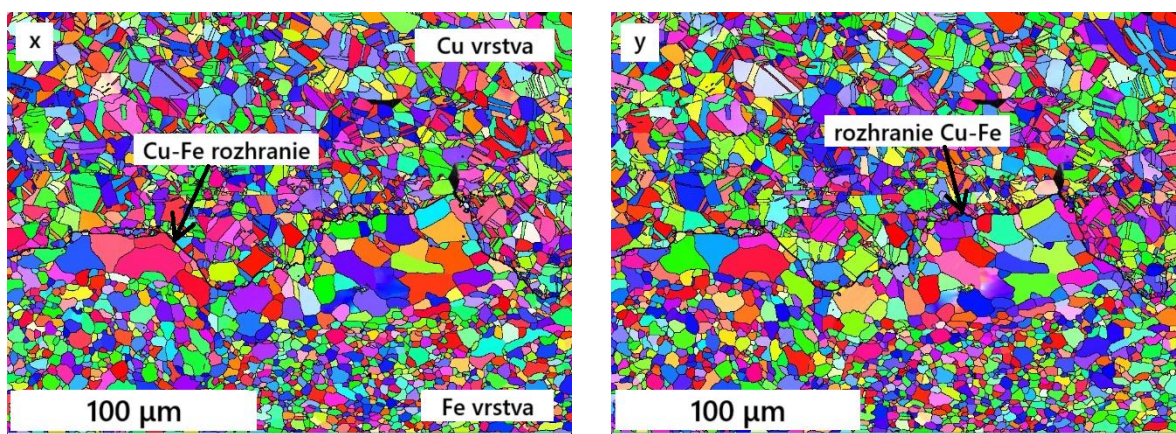


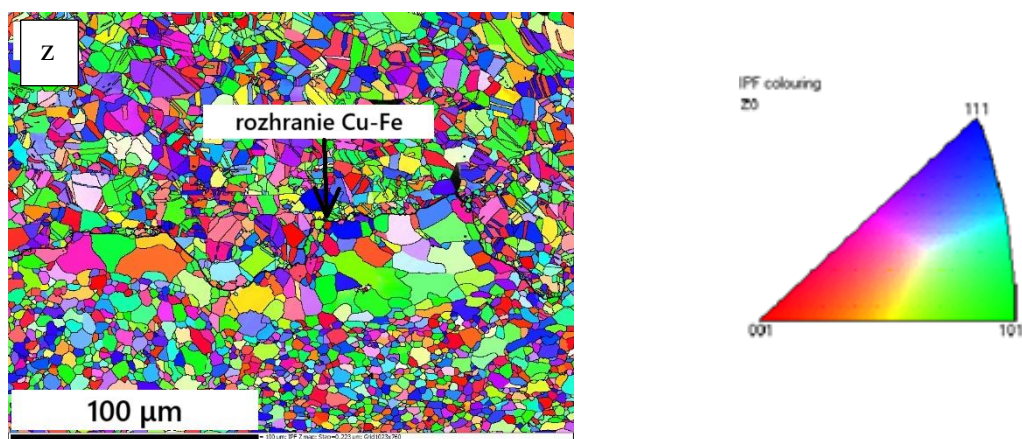


Obrázok 128 IPF mapa Fe CS vrstvy

IPF mapa znázornená na obr. 128 bola nasnímaná s rozlíšením $0,15 \mu\text{m}$ na ploche $230 \times 170 \mu\text{m}$. Vzorka s označením 3.4 Fe-Cu-Fe bola analyzovaná vo východiskovom stave bez tepelného spracovania. V smeroch osí x a y je možné pozorovať široké spektrum farieb, čo naznačuje prevažne náhodnú orientáciu zŕn bez výraznej kryštalografickej textúry. Naopak, v smere osi z dominuje modrá farba s čiastočným výskytom zelenej, čo zodpovedá zvýšenému podielu zŕn orientovaných približne v $\langle 111 \rangle$ a $\langle 101 \rangle$ smeroch. Táto orientačná preferencia v smere rastu vrstvy je rovnako ako v prípade CS vrstvy Cu dôsledok smerového usporiadania častíc počas CS nástreku. Zároveň je možné pozorovať široké rozpätie veľkostí častíc – od jednotiek mikrometrov až po približne $60 \mu\text{m}$.

Obr. 129 popisuje IPF mapu rozhrania Fe-Cu po tepelnom spracovaní pri $700^\circ\text{C} / 1 \text{ hod.}$ IPF mapa bola nasnímaná s rozlíšením $0,223 \mu\text{m}$ na ploche 1023×760 pixelov. Na základe snímok v smere jednotlivých osí je viditeľné, že po tepelnom spracovaní došlo k rekryštalizácii, ktorá sa prejavuje neprítomnosťou preferovanej orientácie v žiadnom zo smerov x, y a z. Pôvodne deformované zŕná po procese CS sú nahradené rovnomerne orientovanými zŕnami, čo sa prejavuje na zmene mechanických vlastností. V zŕnách CS nástreku Cu je viditeľná prítomnosť žihacích dvojčiat. V dôsledku tepelného spracovania došlo k eliminácii hraníc medzi splatmi, ktoré v CS nástrekoch predstavujú slabé miesta. Efekt tepelného spracovania prispel k následnému zvýšeniu pevnosti.





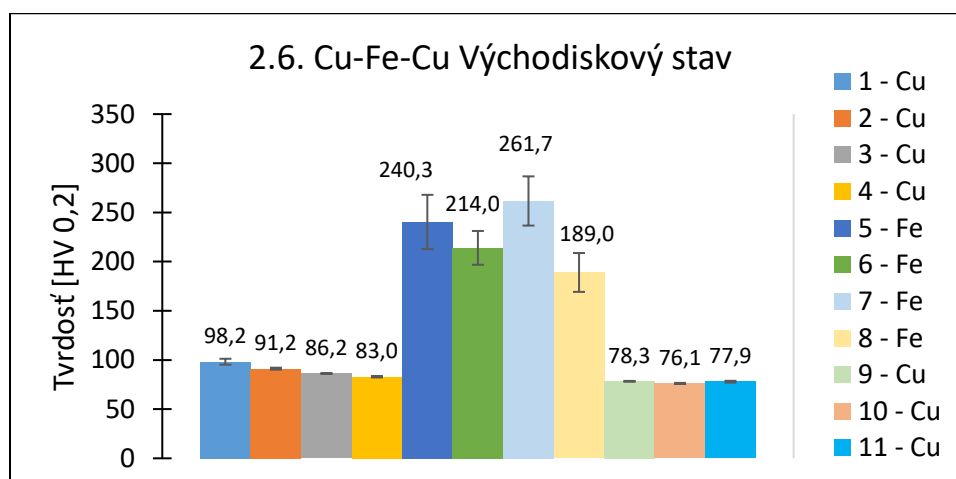
Obrázok 129 IPF mapa rozhrania CS vrstiev Cu-Fe

4.7 Tvrdosť

Meranie tvrdosti bolo realizované na nasledovných vzorkách:

- 2.6. Cu-Fe-Cu (východiskový stav)
- 4.6. Fe-Cu-Fe (východiskový stav)
- 2.1. Cu-Fe-Cu (stav po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod)
- 3.1. Fe-Cu-Fe (stav po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod)

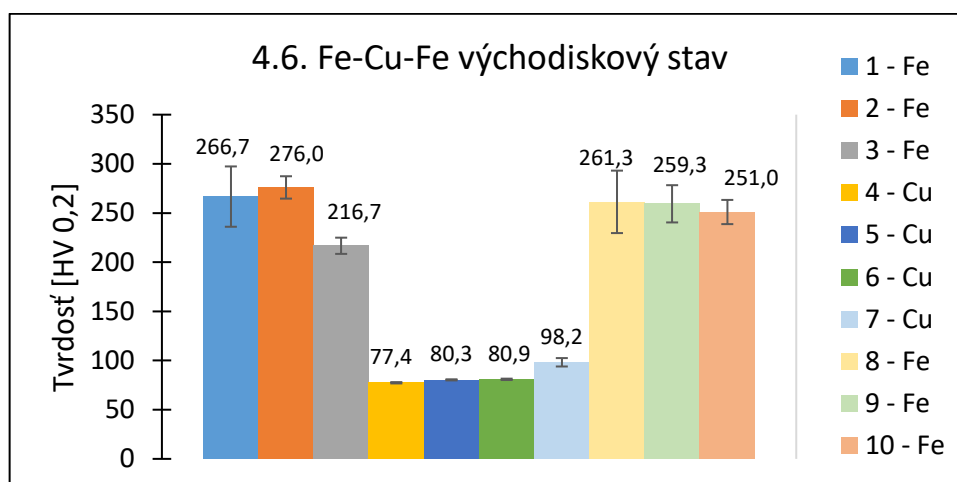
Mikrotvrdosť HV 0,2 bola meraná naprieč všetkými troma vrstvami Cu a Fe v jednotlivých vzorkách. V prípade všetkých analyzovaných vzoriek boli vytvorené tri paralelné línie vtlačkov, ktoré prechádzali naprieč celým prierezom vzorky. Výsledky všetkých troch meraní boli následne spriemerované, pričom boli vyčíslené aj smerodajné odchýlky. Kompletne výsledky sú zaznamenané na obr. 130 - 133. Termíny „horná strana vzorky“ a „dolná strana vzorky“ označujú orientáciu vzorky počas skúšky trojbodovým ohybom. Horná strana zodpovedá tlakovej strane vzorky, zatiaľ čo dolná strana predstavuje stranu namáhanú ťahom. Merania mikrotvrdoosti boli vykonané na okrajoch vzorky, teda v oblastiach mimo pôsobenia ohybového napätia, kde nedošlo k deformačnému spevneniu nástrekov.



Obrázok 130 Graf nameraných hodnôt mikrotvrdoosti HV 0,2 vzorky 2.6. Cu-Fe-Cu vo východiskovom stave

Obr. 130 znázorňuje graf nameraných hodnôt mikrotvrdoosti HV 0,2 vzorky 2.6. Cu-Fe-Cu vo východiskovom stave. Z grafu je zrejmé, že vrstvy Cu vykazujú nižšiu tvrdosť v porovnaní s vrstvou Fe. Priemerná hodnota mikrotvrdoosti Cu vrstvy na dolnej strane vzorky (označenie Cu

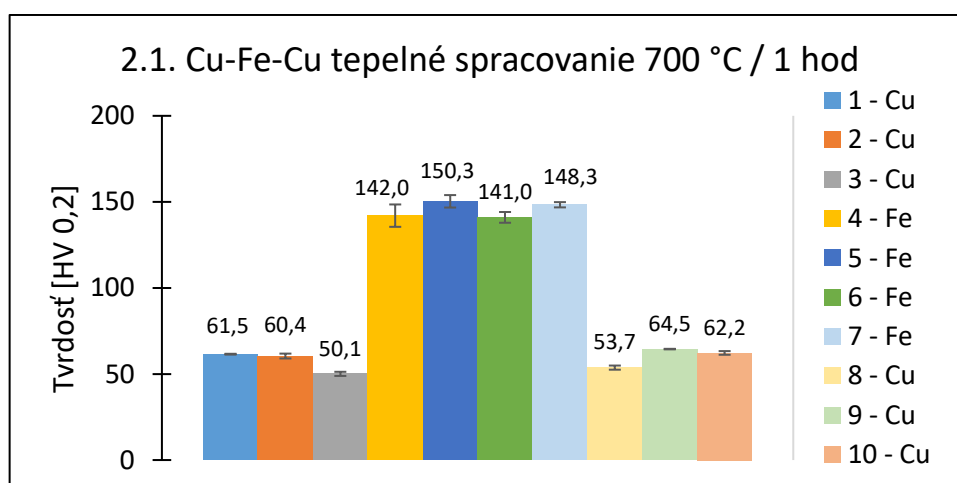
1-4) dosahuje 90 HV 0,2, zatiaľ čo stredná Fe vrstva vykazuje výrazne vyššiu priemernú hodnotu 226 HV 0,2. Cu vrstva na hornej strane (označenie Cu 9-11) má priemernú mikrotvrdosť 77,4 HV 0,2. V prípade Fe vrstvy je možné pozorovať výrazný rozptyl hodnôt mikrotvrdosti, čo možno pripísať prítomnosti pórov a hraníc medzi splatmi, ktoré spôsobujú lokálne rozdiely v pevnostných vlastnostiach počas indentácie.



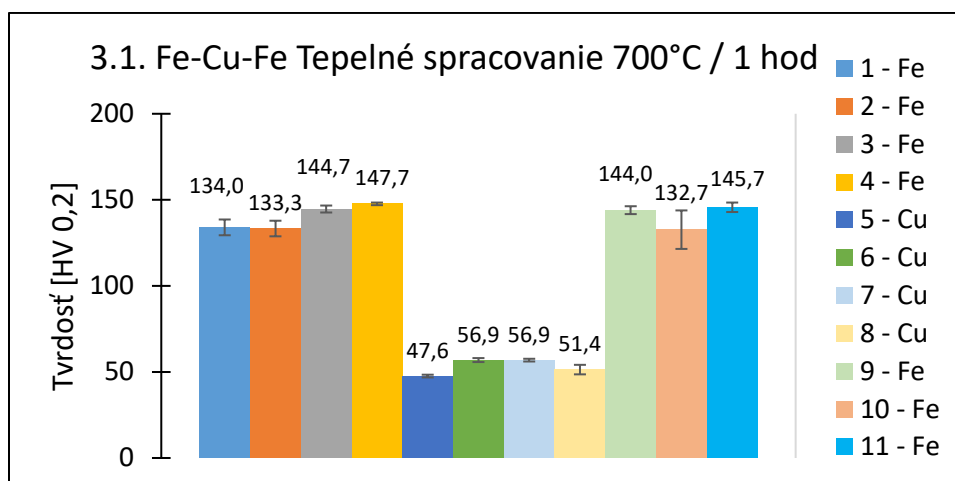
Obrázok 131 Graf nameraných hodnôt mikrotvrdosti HV 0,2 vzorky 4.6. Fe-Cu-Fe vo východiskovom stave

Na základe obr. 131 je zrejmé, že podobne ako v prípade vzorky 2.6. Cu-Fe-Cu, najvyššie hodnoty mikrotvrdosti boli dosiahnuté v prípade vrstiev Fe, na dolnej strane (označenie Fe 1-3) priemerne 253 HV 0,2, na hornej strane priemerne 257 HV 0,2 (označenie Fe 8-10). Stredná vrstva Cu dosahuje priemernú mikrotvrdosť na úrovni 84 HV 0,2. V prípade nameranej mikrotvrdosti HV 0,2 je možné pozorovať viditeľný rozptyl v rámci smerodajnej odchýlky podobne ako v prípade mikrotvrdosti vrstvy Fe vzorky 2.6. Cu-Fe-Cu.

Grafy na obr. 132 a 133 znázorňujú vývoj mikrotvrdosti nástrekov Fe a Cu po tepelnom spracovaní pri teplote 700 °C počas 1 hod. Po tepelnom spracovaní bola najvyššia hodnota mikrotvrdosti dosiahnutá vo vrstve Fe vzorky 2.1 Cu-Fe-Cu, a to na úrovni približne 145,4 HV 0,2. Naopak, najnižšia priemerná mikrotvrdosť bola zaznamenaná v dolnej vrstve Cu vzorky (označenie Cu 1-3) 3.1 Fe-Cu-Fe, kde dosiahla približne 57 HV 0,2. Mikrotvrdosť HV 0,2 v hornej vrstve vzorky (označenie Cu 8-10) bola dosiahnutá na úrovni približne 60 HV 0,2.



Obrázok 132 Graf nameraných hodnôt mikrotvrdosti HV 0,2 vzorky 2.1. Cu-Fe-Cu v stave po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod



Obrázok 133 Graf nameraných hodnôt mikrotvrdoosti HV 0,2 vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe v stave po tepelnom spracovaní 700°C / 1 hod

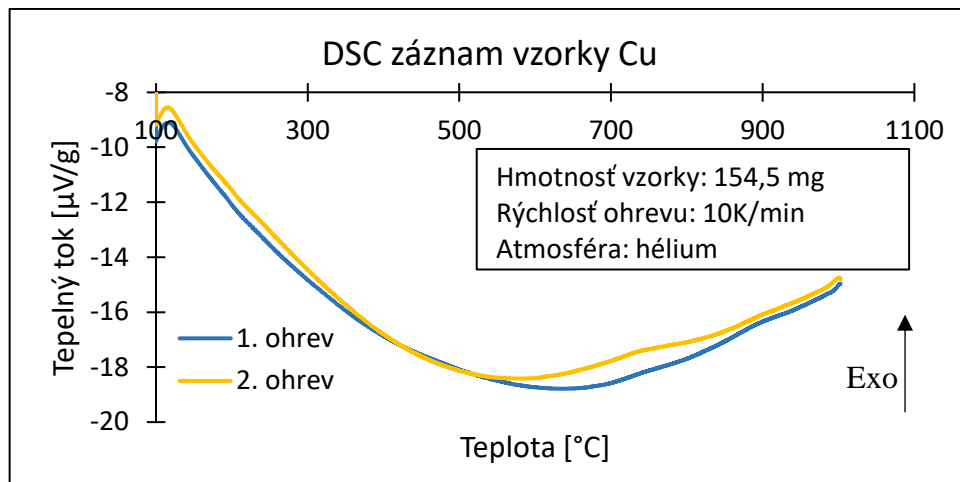
V prípade vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe (obr. 133) bola dosiahnutá priemerná najvyššia hodnota mikrotvrdoosti na dolnej strane vzorky (označenie 1-4 Fe) na úrovni 140 HV 0,2. Najnižšia priemerná mikrotvrdoosť bola vyhodnotená v prípade vrstvy Cu na úrovni cca 53,2 HV 0,2.

Tepelné spracovanie viedlo k lokálnemu zníženiu pevnostných vlastností oboch materiálov – Fe aj Cu. Najvýraznejší pokles bol zaznamenaný vo vrstve Fe. V porovnaní s východiskovým stavom vzorky 2.6 Cu-Fe-Cu, kde bola priemerná mikrotvrdoosť vrstvy Fe 226 HV 0,2, došlo po tepelnom spracovaní k poklesu na hodnotu približne 145 HV 0,2 (vzorka 2.1. Cu-Fe-Cu). Rozdiel predstavuje 81 HV 0,2. V prípade vrstvy Cu vzorky 4.6 Fe-Cu-Fe bola pred tepelným spracovaním nameraná priemerná mikrotvrdoosť 84 HV 0,2. Po tepelnom spracovaní však vrstva Cu vo vzorke 3.1 Fe-Cu-Fe dosiahla len 53 HV 0,2, čo je rozdiel na úrovni približne 31 HV 0,2.

Na základe výsledkov mechanických skúšok možno skonštatovať pozitívny vplyv tepelného spracovania na pevnostné vlastnosti CS nástrekov Fe a Cu, ako aj viacvrstvených laminátov typu Fe–Cu–Fe a Cu–Fe–Cu. Výsledky skúšky trojbodovým ohybom preukázali zvýšenie pevnosti nielen v prípade samostatných vrstiev Fe a Cu, ale aj v prípade viacvrstvených laminátov. Fraktografická analýza odhalila, že po tepelnom spracovaní dominoval tvárny mechanizmus porušovania. V Fe vrstvách bol zároveň lokálne pozorovaný aj výskyt preseknutých splatov, čo naznačuje prítomnosť lokálneho krehkého mechanizmu porušovania. Analýza mikrotvrdoosti (HV 0,2) poukázala na pokles tvrdosti v dôsledku zníženia dislokačnej hustoty a uvoľnenia zvyškových napätí. Tento jav bol pozorovaný vo všetkých analyzovaných prípadoch, pričom sa prejavil vo všetkých typoch CS nástrekov.

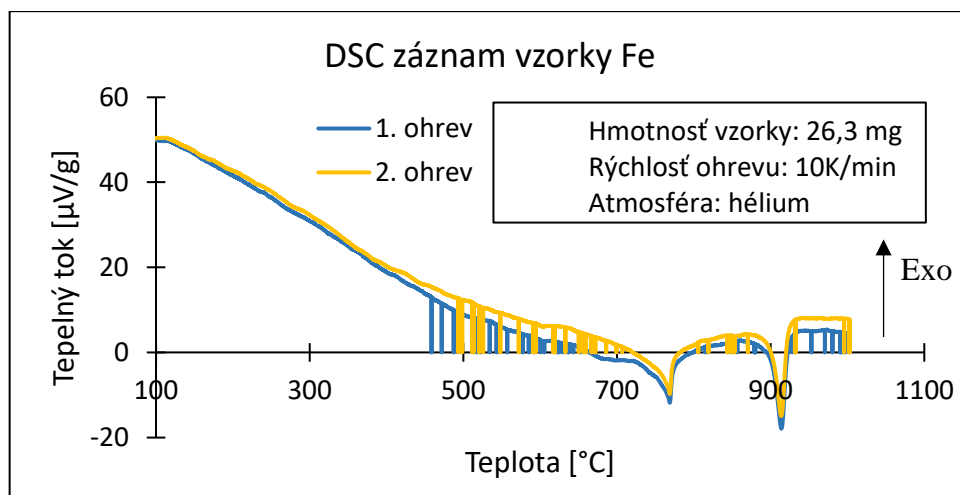
4.8 Diferenciálna skenovacia kalorimetria (DSC)

DSC analýza bola vykonaná na vzorkách Cu a Fe s cieľom získať informácie o ich správaní počas riadeného ohrevu. Pre zabezpečenie presnosti a reprodukovateľnosti výsledkov boli vykonané dva ohrevy. Modré krivky znázorňujú prvý ohrev, zatiaľ čo žlté krivky reprezentujú druhý ohrev. V prípade vzorky Cu s hmotnosťou 154,5 mg je možné pozorovať takmer identický konvexný tvar oboch kriviek (obr. 134), čo naznačuje, že nedochádza k žiadnej výraznej fázovej premene alebo reakcii. Krivky vykazujú endotermický charakter, čo znamená, že počas analýzy došlo k zahrievaniu a následnému taveniu skúšobnej vzorky.

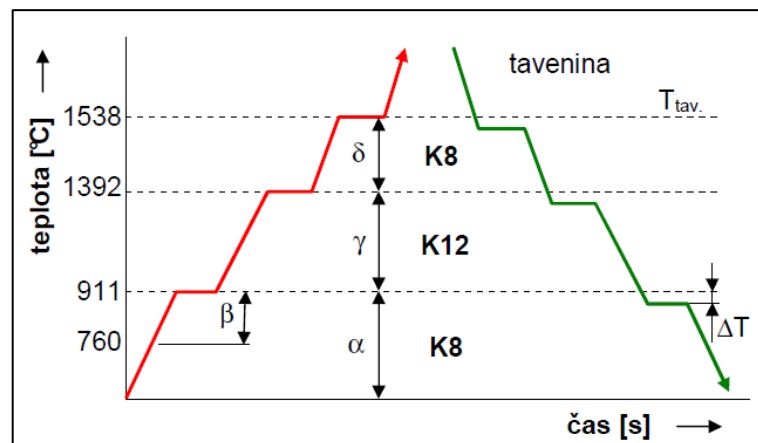


Obrázok 134 DSC analýza vzorky Cu

V prípade vzorky Fe s hmotnosťou 26,3 mg sú na DSC zázname (obr. 135) viditeľné dva výrazné píky. Na teplote 768,85 °C je znázornený λ pík, ktorý je charakteristický pre fázové transformácie druhého druhu a v tomto prípade indikuje prechod z α -Fe na β -Fe (Curieho teplota a zmena magnetických vlastností). Druhý pík, ktorý sa vyskytuje pri teplote 913,97 °C označuje skokový prechod z α -Fe na γ -Fe, teda fázovú premenu prvého druhu a zmenu kryštálovej mriežky z K8 na K12 (obr. 136). V oboch prípadoch sa jedná o endotermické píky - dochádza k taveniu analyzovanej vzorky a teplo je vzorkou absorbované.



Obrázok 135 DSC analýza vzorky Fe



Obrázok 136 Krivky ohrevu a ochladzovania technicky čistého Fe [121]

DISKUSIA

Experimentálna časť diplomovej práce bola zameraná na posúdenie vplyvu tepelného spracovania na zmenu mikroštruktúry a mechanických vlastností vrstiev CS nástrekov Fe a Cu spoločne s viacvrstvenými laminátmi Fe-Cu-Fe a Cu-Fe-Cu.

Výsledky analýz mikroštruktúr, mechanických vlastností a lomových plôch poukazujú na pozitívny vplyv tepelného spracovania na vlastnosti CS nástrekov Fe a Cu. CS nástreky vo východiskovom stave sa vyznačujú vysokou dislokačnou hustotou, nahromadením zvyškových napätí a výraznou heterogenitou (póry a hranice medzi splatmi). Po aplikovaní rekryštalizačného žihania pri 700 °C počas 1 hod došlo k výraznej zmene mikroštruktúry – najmä k vzniku rovnoosých zŕn a výraznému zlepšeniu integrity rozhrania medzi splatmi vďaka difúznemu spojeniu a rastu zŕn cez toto rozhranie [96] [94]. Tieto mikroštruktúrne zmeny sa priamo prejavili na náraste pevnosti v ohybe, zvýšenej húževnatosti a zníženej prítomnosti delaminácie na rozhraní Fe–Cu.

Mikroštruktúrna analýza CS nástrekov vo východiskovom stave a v stave po tepelnom spracovaní poukázala na ich zásadné rozdiely. CS nástreky v stave po depozícii sú charakteristické plasticky deformovanými splatmi s vysokou dislokačnou hustotou a nahromadením zvyškových napätí, ktoré vznikajú v dôsledku nárazu častíc na povrch substrátu. Na základe EBSD IPF máp bolo možné pozorovať v prípade oboch vrstiev Fe aj Cu po tepelnom spracovaní prítomnosť rovnoosých rekryštalizovaných zŕn, ktoré vznikli v dôsledku preskupenia a následnej anihilácie dislokácií počas rekryštalizácie, čo vedie k uvoľneniu vnútorných napätí a celkovému zotaveniu štruktúry CS nástreku [122] [123] [124].

V prípade vrstvy Cu rekryštalizácia prebieha už pri teplote okolo 673 K (~400 °C) [94], zatiaľ čo pre Fe CS nástrek platí, že účinná rekryštalizácia nastáva pri teplote nižšej ako 800 °C [96]. Zvolená teplota rekryštalizácie 700°C bola zvolená s ohľadom na oba typy nástrekov – Cu aj Fe. Pri tejto teplote dochádza k rekryštalizácii, avšak bez výrazného rastu zŕn, čo by podľa Hall-Petchovej rovnice znamenalo nežiaduci pokles pevnostných vlastností [125] [126].

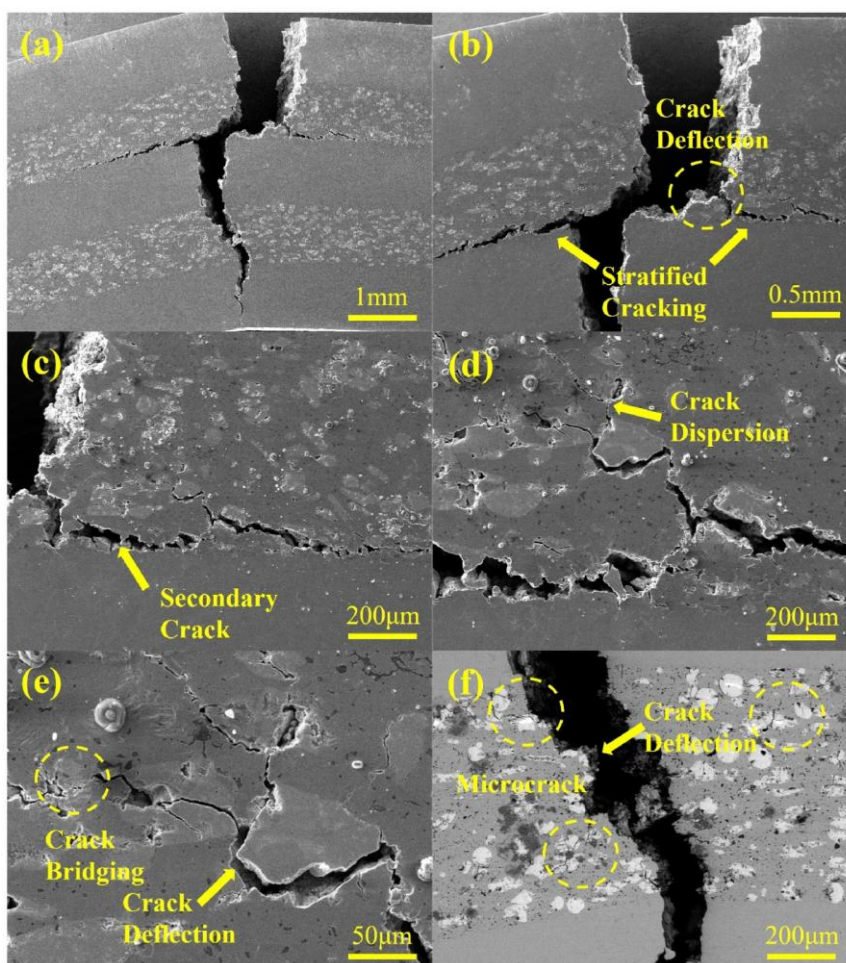
Tepelné spracovanie 700°C / 1 hod viedlo k zlepšeniu ohybovej pevnosti všetkých analyzovaných typov CS nástrekov. Najvyšší rozdiel medzi východiskovým stavom (462,6 MPa) a stavom po tepelnom spracovaní (732,4 MPa) bol zaznamenaný v prípade vzorky CS nástreku Fe. Tepelným spracovaním došlo k výraznému zlepšeniu integrity rozhrania medzi splatmi vďaka difúznemu spojeniu a rastu zŕn cez toto rozhranie, zníženiu dislokačnej hustoty a uvoľneniu zvyškových napätí. Na snímkach lomových plôch vyhotovených prostredníctvom SEM bolo možné po tepelnom spracovaní pozorovať tvárny mechanizmus, charakteristickou prítomnosťou plasticky deformovaných oblastí a jamkovitou morfológiou. Miestami sa však vyskytovali aj preseknuté splaty, ktoré svedčia o prítomnosti krehkého mechanizmu porušovania. Pevnosť v ťahu CS nástrekov Fe vo východiskovom stave vykazuje približne 192 MPa [96]. Tento výsledok však s dosiahnutou pevnosťou v ohybe nie je možné priamo porovnať v dôsledku pôsobenia odlišného typu zaťaženia, ktorý je kritický vzhľadom na prítomnosť pórov v štruktúre CS nástrekov.

V prípade viacvrstvených laminátov bol najvyšší nárast pevnosti v ohybe pozorovaný pre CS nástrek typu Cu-Fe-Cu, kde sa ohybová pevnosť zvýšila z pôvodných 409,1 MPa na 629,2 MPa, čo predstavuje nárast o približne 220 MPa. Tento nárast je možné pripísať pozitívnemu vplyvu rekryštalizácie, poklesu dislokačnej hustoty a zníženia zvyškových napätí. Na rozhraní Fe/Cu došlo k zlepšeniu adhézneho pevnosti. Po žihaní nebolo možné na rozhraní Fe/Cu zaznamenať

takmer žiadnu prítomnosť delaminácie, ktorá je spôsobená pôsobením šmykového napätia. Pred žíhaním bola delaminácia jedným z hlavných mechanizmov porušenia vzoriek Cu–Fe–Cu. Zlepšenie adhéznej pevnosti medzi jednotlivými vrstvami po tepelnom spracovaní viedlo k účinnejšiemu prenosu šmykového napätia a minimalizácii delaminácie.

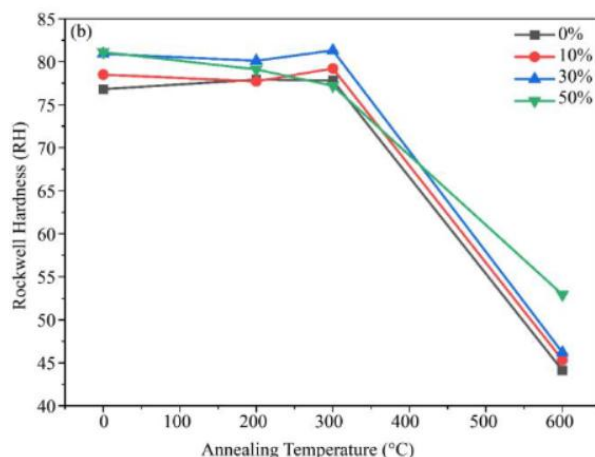
Výsledky DIC analýzy poskytli detailný pohľad na deformačné správanie skúmaných viacvrstvových CS laminátov počas trojbodového ohybu. Pomocou tejto metódy bolo možné identifikovať kľúčové body na napätovo-deformačných krivkách a zároveň časovo lokalizovať iniciáciu trhliny, priebeh jej šírenia a delamináciu na rozhraní Fe/Cu. V prípade vzoriek typu Fe–Cu–Fe došlo k iniciácii trhliny na ťahovej strane Fe vrstvy, a to v dôsledku presiahnutia kritickej hodnoty normálového napätia. Pri prechode trhliny do húževnatejšej vrstvy Cu došlo k jej zakriveniu, vetveniu, respektíve lokálnemu zastaveniu, čo potvrdzuje schopnosť vrstvy Cu rozptýliť napätové pole. V netepelne spracovaných vzorkách bolo možné pozorovať výraznú delamináciu na rozhraní Fe/Cu v dôsledku koncentrácie šmykového napätia v tejto oblasti. Po žíhaní došlo k zlepšeniu adhéznej pevnosti rozhraní Fe/Cu, čo sa prejavilo kontinuálnym prenosom napätia cez prierez vzorky bez zaznamenananej delaminácie. Vrstva Cu premoštuje pôsobenie prítomných napätí a mení smer šírenia trhliny.

Obr. 137 popisuje vplyv pôsobenia jednotlivých vrstiev laminátovej štruktúry na báze NbC/Fe na delamináciu a rozvoj trhliny počas skúšky trojbodovým ohybom [127]. Tento princíp je porovnateľný s pozorovaním šírenia trhliny a vzniku delaminácie viacvrstvových laminátov Fe–Cu–Fe a Cu–Fe–Cu vo východiskovom stave.



Obrázok 137 Vetvenie trhliny 5-vrstvového kompozitu na báze NbC/Fe, prevzaté z [127]

V rámci tejto práce bolo vykonané meranie mikrotvrdości HV 0,2 pre vzorky typu Cu-Fe-Cu a Fe-Cu-Fe vo východiskovom stave a v stave po žíhaní. Najvýraznejší pokles bol zaznamenaný vo vrstve Fe. V porovnaní s východiskovým stavom vzorky 2.6 Cu-Fe-Cu, kde bola priemerná mikrotvrdość vrstvy Fe 226 HV 0,2, došlo po tepelnom spracovaní k poklesu na hodnotu približne 145 HV 0,2. Tento efekt je spôsobený vďaka pozitívnemu vplyvu rekryštalizácie, poklesu dislokačnej hustoty a zníženiu zvyškových napätí. Výrazné zníženie mikrotvrdości HV 0,2 bolo možné zaznamenať aj v prípade vrstiev Cu. Vo východiskovom stave to bola hodnota priemerne 85 HV 0,2, pričom v stave po žíhaní nastal pokles na hodnotu priemerne 56,5 HV0,2. Tento výsledok je potvrdený porovnaním s literatúrou, obr. 138 [128].



Obrázok 138 Graf závislosti tvrdosti podľa Rockwella so zvyšujúcou sa teplotou rekryštalizácie CS nástrekov Cu s neredukovanou hrúbkou a redukovanou hrúbkou nástrekov o 10, 30 a 50%, prevzaté z [128]

V rámci prípadných budúcich experimentov by bolo vhodné charakterizovať prítomné napätia v priereze CS nástrekov. Takáto analýza by mohla poskytnúť detailnejší pohľad na napät'ové pole v stave pred a po tepelnom spracovaní, čo by významne prispelo k lepšiemu pochopeniu mechanizmov ovplyvňujúcich celkové mechanické správanie viacvrstvových CS povlakov.

V rámci budúcich experimentov by bolo možné vyskúšať aplikáciu CS vrstiev Cu a Fe s vytvorením väčšieho počtu vrstiev podobne ako v prípade [129], kedy boli procesom ARB vytvorené Cu a Fe lamináty s počtom vrstiev 3, 7, 50, 100 a 1000. So zvyšujúcim sa počtom vrstiev a znižujúcou hrúbkou jednotlivých vrstiev nastalo postupné zvýšenie tvrdosti v dôsledku výrazného zjemnenia zŕn viditeľného na snímkach IPF EBSD máp.

ZÁVER

Cieľom diplomovej práce bolo komplexne posúdiť mechanické vlastnosti viacvrstvených laminátov Fe a Cu vyhotovených metódou CS a posúdiť vplyv rekryštalizačného žihania na zmenu ich vlastností, mikroštruktúry a mikrotvrdosti. Hlavné výsledky práce sú nasledovné:

- Tepelné spracovanie 700 °C / 1 hod výrazne zlepšuje adhéznú pevnosť na rozhraní Fe–Cu a znižuje náchylnosť na delamináciu viacvrstvených laminátov pri namáhaní trojbodovým ohybom.
- Rekryštalizačným žiňaním došlo k homogenizácii mikroštruktúry Fe aj Cu v dôsledku uvoľnenia zvyškových napätí a zníženia dislokačnej hustoty. V dôsledku toho bolo možné pozorovať pokles mikrotvrdosti tepelne spracovaných nástrekov Fe aj Cu oproti východiskovému stavu.
- Po tepelnom spracovaní bola na lomových plochách vrstiev Fe pozorovaná jamková morfológia, čo naznačuje zvýšenú húževnatosť. DIC analýza potvrdila, že vrstva Fe na ťahovej strane vzorky Fe–Cu–Fe odolala vyššiemu ohybovému napätiu (až o približne 200 MPa) pri výraznej plastickej deformácii oproti východiskovému stavu.
- Plastickej deformácii strednej vrstvy Cu, ktorá v dôsledku tepelného spracovania nadobudla vyššiu tvárnosť, prispela k spomaleniu šírenia trhliny počas ohybového zaťaženia viacvrstvových laminátov. Táto vrstva dokázala absorbovať časť deformačnej energie a rozptýliť napätia v oblasti rozhrania Fe/Cu, čo viedlo k zmene trajektórie trhliny a oneskoreniu jej rastu. Tento mechanizmus významne prispel k zvýšeniu celkovej odolnosti laminátov voči porušeniu.

ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV

- [1] PAPYRIN, A. N., V. KOSAREV, S. KLINKOV, A. P. ALKHIMOV a V. M. FOMIN. *Cold spray technology*. Amsterdam: Elsevier, 2007. ISBN 978-0-08-045155-8.
- [2] CAVALIERE, P., ed. *Cold-Spray Coatings* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2018 [cit. 2025-01-26]. ISBN 978-3-319-67182-6. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-67183-3
- [3] MELENTIEV, R., N. YU a G. LUBINEAU. Polymer metallization via cold spray additive manufacturing: A review of process control, coating qualities, and prospective applications. *Additive Manufacturing* [online]. 2021, **2021**(vol. 48), 1-27 [cit. 2025-01-26]. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2021.102459
- [4] What is Cold Spray? *VRC Metal Systems* [online]. 2024 [cit. 2025-01-26]. Dostupné z: <https://vrcmetalsystems.com/what-is-cold-spray/>
- [5] IRISSOU, E., J.-G. LEGOUX, A. N. RYABININ, B. JODOIN a Ch. MOREAU. Review on Cold Spray Process and Technology: Part I—Intellectual Property. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2008, **17**(4), 495-516 [cit. 2025-01-26]. ISSN 1059-9630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-008-9203-3
- [6] SINGH, H., T. S. SIDHU, S. B. S. KALSI a J. KARTHIKEYAN. Development of cold spray from innovation to emerging future coating technology. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering* [online]. 2013, **35**(3), 231-245 [cit. 2025-01-26]. Dostupné z: doi:10.1007/s40430-013-0030-1
- [7] LI, C.-J., H.-T. WANG, Q. ZHANG, G.-J. YANG, W.-Y. LI a H. L. LIAO. Influence of Spray Materials and Their Surface Oxidation on the Critical Velocity in Cold Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2010, **19**(1-2), 95-101 [cit. 2025-01-26]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-009-9427-x
- [8] CHAMPAGNE, V. K., ed. *The Cold Spray Materials Deposition Process*. Woodhead Publishing, 2007. ISBN 978-1-84569-181-3.
- [9] BELOSHENKO, V. A., V. Yu. DMITRENKO a V. V. CHISHKO. Modifying the structure and properties of Cu-Fe composites by the methods of pressure formation. *The Physics of Metals and Metallography* [online]. 2015, **116**(5), 456-466 [cit. 2025-02-16]. Dostupné z: doi:10.1134/S0031918X1505004X
- [10] ASLAN, N., M. TOPUZ, B. AKSAKAL a B. DIKICI. Production technique–structure relationship in bioceramic-coated scaffold applications. In: *Advanced Ceramic Coatings for Biomedical Applications* [online]. Elsevier, 2023, s. 165-196 [cit. 2025-01-27]. ISBN 978-0-323-99626-6. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-323-99626-6.00005-6
- [11] MORIDI, A., S. M. HASSANI-GANGARAJ, M. GUAGLIANO a M. DAO. Cold spray coating: review of material systems and future perspectives. *Surface Engineering* [online]. 2014, **30**(6), 369-395 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1179/1743294414Y.0000000270
- [12] KUMAR, S., M. KUMAR a N. JINDAL. Overview of cold spray coatings applications and comparisons: a critical review. *World Journal of Engineering* [online]. 2020, **17**(1), 27-51 [cit. 2025-01-27]. ISSN 1708-5284. Dostupné z: doi:10.1108/WJE-01-2019-0021
- [13] KAY, C.M. a J. KARTHIKEYAN, ed. *High Pressure Cold Spray: Principles and Applications*. Materials Park: ASM International, 2016, 300 s. ISBN 978-1-62708-096-5.

- [14] EL-ESKANDARANY, M. S. Utilization of ball-milled powders for surface protective coating. In: *Mechanical Alloying* [online]. Third edition. Elsevier, 2020, s. 309-334 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-818180-5.00012-1
- [15] HUANG, R. a H. FUKANUMA. Future trends in cold spray techniques. In: *Future Development of Thermal Spray Coatings* [online]. Woodhead Publishing, 2015, s. 143-162 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-85709-769-9.00006-3
- [16] VILLAFUERTE, J. Current and future applications of cold spray technology. *Metal Finishing* [online]. 2010, **108**(1), 37-39 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/S0026-0576(10)80005-4
- [17] TINASHE, S. E. *Conceptual Design of a Low Pressure Cold Gas Dynamic Spray (LPCGDS) System*. Johannesburg, 2010. Dissertation Thesis. University of the Witwatersrand, Johannesburg.
- [18] HEINRICH, P., T. STOLTENHOFF, P. RICHTER, H. KREYE a H. RICHTER. *Method and system for cold gas spraying*. USA. US 7,143,967 B2. Přihlášeno Nov. 26, 2003. Uděleno Dec. 5, 2006.
- [19] IMPACT INNOVATIONS. *Cold Spray Equipment* [online]. [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: https://www.fst.nl/images/downloads/system/2020system/Impact_Innovations_Cold_Spray_Equipment-V2-2018.pdf
- [20] IMPACT INNOVATIONS GMBH. *Cold Spray Technology* [online]. 2025 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: <https://impact-innovations.com/en/technology/>
- [21] IMPACT INNOVATIONS GMBH. *Cold Spray Guns* [online]. 2025 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: <https://impact-innovations.com/en/portfolio-item/cold-spray-guns/>
- [22] WALKER, M. Microstructure and bonding mechanisms in cold spray coatings. *Materials Science and Technology* [online]. 2018, **34**(17), 2057-2077 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1080/02670836.2018.1475444
- [23] SILVA, F. S., N. CINCA, S. DOSTA, I. G. CANO, J. M. GUILMANY a A. V. BENEDETTI. Cold gas spray coatings applications: Basic principles corrosion protection and applications. *Eclética Química Journal* [online]. 2017, **42**(1), 09-32 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.26850/1678-4618eqj.v42.1.2017.p09-32
- [24] ZHANG, Z., Y. XU, W. LI, J. YANG a Ch. HUANG. Effect of Powder Particle Size on Microstructure and Mechanical Properties of Cold-Sprayed Pure Nickel Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2024, **33**(1), 341-350 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-023-01703-1
- [25] HUSSAIN, T., S. YUE a C.-J. LI. Characteristics of Feedstock Materials. In: VILLAFUERTE, Julio, ed. *Modern Cold Spray* [online]. Springer International Publishing, 2015, s. 73-105 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-16772-5_3
- [26] LIMA, R.S., J. KARTHIKEYAN, C.M. KAY, J. LINDEMANN a C.C. BERNDT. Microstructural characteristics of cold-sprayed nanostructured WC–Co coatings. *Thin Solid Films* [online]. 2002, **416**(1-2), 129-135. Dostupné z: doi:10.1016/S0040-6090(02)00631-4
- [27] KARTHIKEYAN, J. The advantages and disadvantages of the cold spray coating process. In: *The Cold Spray Materials Deposition Process* [online]. Woodhead Publishing, 2007, s. 62-71 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1533/9781845693787.1.62

- [28] VILLAFUERTE, J., ed. *Modern cold spray: materials, process, and applications*. Springer, 2015. ISBN 978-3-319-16772-5. Dostupné také z: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/techlib-ebooks/detail.action?docID=4068034>
- [29] TIAMIYU, A. A., Y. SUN, K. A. NELSON a Ch. A. SCHUH. Site-specific study of jetting, bonding, and local deformation during high-velocity metallic microparticle impact. *Acta Materialia* [online]. 2021, -(vol. 202), 159-169 [cit. 2025-01-27]. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2020.10.057
- [30] ASSADI, H., F. GÄRTNER, T. STOLTENHOFF a H. KREYE. Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia* [online]. 2003, **51**(15), 4379-4394 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-6454(03)00274-X
- [31] HASSANI-GANGARAJ, M., D. VEYSSET, V. K. CHAMPAGNE, K. A. NELSON a Ch. A. SCHUH. Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray. *Acta Materialia* [online]. 2018, **158**(-), 430-439 [cit. 2025-01-27]. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2018.07.065
- [32] LI, W.-Y., Ch.-J. LI a H. LIAO. Significant influence of particle surface oxidation on deposition efficiency, interface microstructure and adhesive strength of cold-sprayed copper coatings. *Applied Surface Science* [online]. 2010, **256**(16), 4953-4958 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2010.03.008
- [33] HUSSAIN, T., D. G. MCCARTNEY, P. H. SHIPWAY a D. ZHANG. Bonding Mechanisms in Cold Spraying: The Contributions of Metallurgical and Mechanical Components. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2009, **18**(3), 364-379 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-009-9298-1
- [34] VAN STEENKISTE, T.H., J.R. SMITH a R.E. TEETS. Aluminum coatings via kinetic spray with relatively large powder particles. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2002, **154**(2-3), 237-252 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(02)00018-X
- [35] GHELICHI, R. a M. GUAGLIANO. Coating by the Cold Spray Process: a state of the art. *Frattura ed Integrità Strutturale* [online]. 2009, **3**(8), 30-44 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.3221/IGF-ESIS.08.03
- [36] VAN STEENKISTE, T.H., J.R. SMITH a R.E. TEETS. Aluminum coatings via kinetic spray with relatively large powder particles. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2002, **154**(2-3), 237-252 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(02)00018-X
- [37] SINGH, H., T. S. SIDHU, S. B. S. KALSI a J. KARTHIKEYAN. Development of cold spray from innovation to emerging future coating technology. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering* [online]. 2013, **35**(3), 231-245 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1007/s40430-013-0030-1
- [38] KOSAREV, V., S. KLINKOV a A. SOVA. Recently Patented Facilities and Applications in Cold Spray Engineering. *Recent Patents on Engineering* [online]. 2007, **1**(1), 35-42 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.2174/187221207779814716
- [39] SCHMIDT, T., H. ASSADI, F. GÄRTNER, H. RICHTER, T. STOLTENHOFF, H. KREYE a T. KLASSEN. From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2009, **18**(5), 794-808 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-009-9357-7
- [40] FAUCHAIS, P. L., J. V. R. HEBERLEIN a M. I. BOULOS. *Thermal Spray Fundamentals* [online]. Boston, MA: Springer US, 2014 [cit. 2025-04-24]. ISBN 978-0-387-28319-7. Dostupné z: doi:10.1007/978-0-387-68991-3

- [41] MARPLE, B. R., Ch. MOREAU, C.-J. LI, W.-Y. LI, Y.-Y. WANG a H. FUKANUMA. Effect of Spray Angle on Deposition Characteristics in Cold Spraying. In: *Thermal Spray, International Thermal Spray, Conference Proceedings* [online]. Orlando, Florida, USA: ASM International, 2003, s. 91-96 [cit. 2025-01-27]. ISBN -. ISSN -. Dostupné z: doi:10.31399/asm.cp.itsc2003p0091
- [42] VARGUS, E. P., ed. *New Research on Electrochemistry*. New York, USA: Nova Science Publishers, 2007. ISBN 9781600213045.
- [43] LI, W.-Y., C. ZHANG, X.P. GUO, G. ZHANG, H.L. LIAO, C.-J. LI a C. CODDET. Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying. *Materials & Design* [online]. 2008, **29**(2), 297-304 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2007.02.005
- [44] LI, Ch.-J. a W.-Y. LI. Deposition characteristics of titanium coating in cold spraying. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2003, **167**(2-3), 278-283 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(02)00919-2
- [45] LIMA, R. S., A. KUCUK, C. C. BERNDT, J. KARTHIKEYAN, C. M. KAY a J. LINDEMANN. Deposition efficiency, mechanical properties and coating roughness in cold-sprayed titanium. *Journal of Materials Science Letters* [online]. 2002, **21**(-), 1687–1689 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1023/A:1020833011448
- [46] KUMAR, S., G. BAE a Ch. LEE. Deposition characteristics of copper particles on roughened substrates through kinetic spraying. *Applied Surface Science* [online]. 2009, **255**(6), 3472-3479 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2008.10.060
- [47] KOIVULUOTO, H., J. LARJO, D. MARINI, G. PULCI a F. MARRA. Cold-Sprayed Al6061 Coatings: Online Spray Monitoring and Influence of Process Parameters on Coating Properties. *Coatings* [online]. 2020, **10**(4), 1-16 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.3390/coatings10040348
- [48] BALANI, K., A. AGARWAL, S. SEAL a J. KARTHIKEYAN. Transmission electron microscopy of cold sprayed 1100 aluminum coating. *Scripta Materialia* [online]. 2005, **53**(7), 845-850 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1016/j.scriptamat.2005.06.008
- [49] SUTTON, G. P. *Rocket Propulsion Elements: An Introduction to the Engineering of Rockets*. 6th ed. Wiley-Interscience, 1992. ISBN 978-0471529385.
- [50] JEANDIN, M., H. KOIVULUOTO a S. VEZZU. Coating Properties. In: VILLAFUERTE, Julio, ed. *Modern Cold Spray* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2015, s. 107-224 [cit. 2025-02-02]. ISBN 978-3-319-16771-8. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-16772-5_4
- [51] ROKNI, M. R., S. R. NUTT, Ch. A. WIDENER, G. A. CRAWFORD a V. K. CHAMPAGNE. Structure–Properties Relations in High-Pressure Cold-Sprayed Deposits. In: CAVALIERE, Pasquale, ed. *Cold-Spray Coatings* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2018, s. 143-192 [cit. 2025-02-02]. ISBN 978-3-319-67182-6. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-67183-3_5
- [52] LEE, C. a J. KIM. Microstructure of Kinetic Spray Coatings: A Review. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2015, **24**(4), 592-610 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-015-0223-5
- [53] SIRVENT, P., M. A. GARRIDO, C. J. MÚNEZ, P. POZA a S. VEZZU. Effect of higher deposition temperatures on the microstructure and mechanical properties of Al

- 2024 cold sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, **337**, 461-470 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2018.01.055
- [54] JEANDIN, M., G. ROLLAND, L. L. DESCURNINGES a M. H. BERGER. Which powders for cold spray? *Surface Engineering* [online]. 2014, **30**(5), 291-298 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1179/1743294414Y.0000000253
- [55] KIM, K. H., M. WATANABE, J. KAWAKITA a S. KURODA. Grain refinement in a single titanium powder particle impacted at high velocity. *Scripta Materialia* [online]. 2008, **59**(7), 768-771 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1016/j.scriptamat.2008.06.020
- [56] MCCUNE, R.C., W.T. DONLON, O.O. POPOOLA a E.L. CARTWRIGHT. Characterization of Copper Layers Produced by Cold Gas-Dynamic Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2000, **9**(1), 73-82 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1361/105996300770350087
- [57] CORTÉS, R., M.A. GARRIDO, A. RICO, C.J. MÚNEZ, P. POZA, A.M. MARTOS, S. DOSTA a I.G. CANO. Effect of processing conditions on the mechanical performance of stainless steel cold sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2020, **394** [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125874
- [58] GLASS, S. W., M. R. LANCHE, M. S. PROWANT, J. D. SUTER, J. P. LAREAU, X. JIANG a K. A. ROSS. Cold spray NDE for porosity and other process anomalies. In: *44TH ANNUAL REVIEW OF PROGRESS IN QUANTITATIVE NONDESTRUCTIVE EVALUATION* [online]. Provo, Utah, USA: AIP Conf. Proc., 2018, 020010- [cit. 2025-02-02]. ISSN 020010. Dostupné z: doi:10.1063/1.5031507
- [59] KESLOVÁ, A., Š. HOUDKOVÁ, M. VOSTŘÁK a J. ANTOŠ. *Comparison of Microstructure and Erosion Wear Resistance of HVOF and Cold Sprayed Coatings* [online]. In: . 2020, s. 776-781 [cit. 2025-03-09]. Dostupné z: doi:10.37904/metal.2020.3551
- [60] FISCHER-CRIPPS, A. C. *Introduction to Contact Mechanics* [online]. 2.edition. Boston, MA: Springer US, 2007 [cit. 2025-04-02]. Mechanical Engineering Series. ISBN 978-0-387-68187-0. Dostupné z: doi:10.1007/978-0-387-68188-7
- [61] CHAVAN, N. M., B. KIRAN, A. JYOTHIRMAYI, P. S. PHANI a G. SUNDARARAJAN. The Corrosion Behavior of Cold Sprayed Zinc Coatings on Mild Steel Substrate. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2013, **22**(4), 463-470 [cit. 2025-04-02]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-013-9893-z
- [62] ASTM INTERNATIONAL. *Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings*. C633 – 13 (Reapproved 2017).
- [63] SABARD, A., P. MCNUTT, H. BEGG a T. HUSSAIN. Cold spray deposition of solution heat treated, artificially aged and naturally aged Al 7075 powder. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2020, **385** [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2020.125367
- [64] GOLDBAUM, D., J. M. SHOCKLEY, R. R. CHROMIK, A. REZAEIAN, S. YUE, J.-G. LEGOUX a E. IRISSOU. The Effect of Deposition Conditions on Adhesion Strength of Ti and Ti6Al4V Cold Spray Splats. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2012, **21**(2), 288-303 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-011-9720-3
- [65] AGARWAL, A., G. BOLELLI, A. CONCUSTELL, et al. A Novel Coaxially Laser-Assisted (COLA) Cold Spray System. In: *Thermal Spray 2015* [online]. Long Beach,

- CA, USA: Proceedings from the International Thermal Spray Conference, 2015, s. 210-216 [cit. 2025-02-02]. Dostupné z: doi:10.31399/asm.cp.itsc2015p0210
- [66] ISO 27307:2015. *Thermal spraying — Evaluation of adhesion/cohesion of thermal sprayed ceramic coatings by transverse scratch testing* [online]. 2015 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: <https://www.iso.org/standard/51692.html>
- [67] C1624 – 22: *Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing* [online]. 2015 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: <https://www.astm.org/c1624-22.html>
- [68] G171 *Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus* [online]. [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: <https://www.astm.org/g0171-03r17.html>
- [69] VÁZ, R. F., A. SILVELLO, P. D. CAVALIÈRE, S. DOSTA, I. G. CANO, L. CAPODIECI, A. RIZZO a D. VALERINI. Fretting Wear and Scratch Resistance of Cold-Sprayed Pure Cu and Ti. *Metallography, Microstructure, and Analysis* [online]. 2021, **10**(4), 496-513 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1007/s13632-021-00758-2
- [70] LAHIRI, D., J. KARP, A. K. KESHRI, Ch. ZHANG, G. S. DULIKRAVICH, L. J. KECSKES a A. AGARWAL. Scratch induced deformation behavior of hafnium based bulk metallic glass at multiple load scales. *Journal of Non-Crystalline Solids* [online]. 2015, **410**, 118-126 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnoncrysol.2014.12.010
- [71] SUNDARARAJAN, G., N. M. CHAVAN, G. SIVAKUMAR a P. SUDHARSHAN PHANI. Evaluation of Parameters for Assessment of Inter-Splat Bond Strength in Cold-Sprayed Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2010, **19**(6), 1255-1266 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-010-9527-7
- [72] SIDDIQUI, S. A., G. FAVARO a M. BERKES MAROS. Investigation of the Damage Mechanism of CrN and Diamond-Like Carbon Coatings on Precipitation-Hardened and Duplex-Treated X42Cr13/W Tool Steel by 3D Scratch Testing. *Journal of Materials Engineering and Performance* [online]. 2022, **31**(10), 7830-7842 [cit. 2025-03-09]. Dostupné z: doi:10.1007/s11665-022-06812-6
- [73] POZA, P. a M. Á. GARRIDO-MANEIRO. Cold-sprayed coatings: Microstructure, mechanical properties, and wear behaviour. *Progress in Materials Science* [online]. 2022, **123** [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1016/j.pmatsci.2021.100839
- [74] Characterization Of Thermal Spray Coatings Adhesion. *Rtec Instruments* [online]. 2021 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: <https://rtec-instruments.com/indentation-and-scratch-testers/indentation-and-scratch-tester-applications/scratch-testing-of-thermal-spray-coatings/>
- [75] IRISSOU, E., J.-G. LEGOUX, A. N. RYABININ, B. JODOIN a Ch. MOREAU. Review on Cold Spray Process and Technology: Part I—Intellectual Property. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2008, **17**(4), 495-516 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-008-9203-3
- [76] Khibkin, M. Y., M. W. NICHOLSON a S. A. HATHAWAY. *Development of an Experimental Optimization Method in Laser-Assisted Cold Spray: A Major Qualifying Project* [online]. In: . Worcester Polytechnic Institute, 2017, s. 1-44 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: https://digital.wpi.edu/concern/student_works/r207tr023?locale=it
- [77] LIEBERSBACH, P., A. FOELSCHE, V. K. CHAMPAGNE, M. SIOPIIS, A. NARDI a D. P. SCHMIDT. CFD Simulations of Feeder Tube Pressure Oscillations and Prediction of Clogging in Cold Spray Nozzles. *Journal of Thermal Spray Technology*

- [online]. 2020, **29**(1-2), 400-412 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-020-00992-0
- [78] LIU, Y., J. HUANG, X. FENG a H. LI. Thermal-Sprayed Photocatalytic Coatings for Biocidal Applications: A Review. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2021, **30**(1-2), 1-24 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-020-01118-2
- [79] GÄRTNER, F., T. STOLTENHOFF, T. SCHMIDT a H. KREYE. The Cold Spray Process and Its Potential for Industrial Applications. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2006, **15**(2), 223-232 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1361/105996306X108110
- [80] KIM, H.-J., Ch.-H. LEE a S.-Y. HWANG. Fabrication of WC–Co coatings by cold spray deposition. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2005, **191**(2-3), 335-340 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2004.04.058
- [81] ZOU, Y., W. QIN, E. IRISSOU, J.-G. LEGOUX, S. YUE a J. A. SZPUNAR. Dynamic recrystallization in the particle/particle interfacial region of cold-sprayed nickel coating: Electron backscatter diffraction characterization. *Scripta Materialia* [online]. 2009, **61**(9), 899-902 [cit. 2025-01-28]. Dostupné z: doi:10.1016/j.scriptamat.2009.07.020
- [82] CALLISTER, W. D. *Materials science and engineering: an introduction*. 7th ed. New York, NY: John Wiley, 2007. ISBN 0471736961.
- [83] FLINN, R. A. a P. K. TROJAN. *Engineering Materials and Their Applications*. 4th Edition. John Wiley & Sons, 1990. ISBN 978-0471125082.
- [84] DUBEY, D., S. P. SINGH a B. K. BEHERA. Review: additive manufacturing of fiber-reinforced composites. *Journal of Materials Science* [online]. 2024, **59**(27), 12219-12256 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-024-09925-6
- [85] BIRMAN, V. a G. A. KARDOMATEAS. Review of current trends in research and applications of sandwich structures. *Composites Part B: Engineering* [online]. 2018, **142**, 221-240 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1016/j.compositesb.2018.01.027
- [86] MEI, J., J. LIU a J. LIU. A novel fabrication method and mechanical behavior of all-composite tetrahedral truss core sandwich panel. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* [online]. 2017, **102**, 28-39 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: doi:10.1016/j.compositesa.2017.07.020
- [87] HOLZ, J.M., L. NIEMEYER a D. PUCKETT. Lightweight laminated composite heat sink developed for printed circuit boards. *Technical Support Package. GSC-14142. Goddard Space Flight Center*. [online]. 2000 [cit. 2025-03-16]. Dostupné z: <https://www.techbriefs.com/component/content/article/tb/techbriefs/materials/6720>
- [88] YANG, Y. H., G. Y. LIN, D. D. CHEN, X. Y. WANG, D. Z. WANG a H. C. YU. Interfacial characteristics of Cu–Fe laminate fabricated by solid state welding. *Materials Science and Technology* [online]. 2014, **30**(4), 476-480 [cit. 2025-02-04]. Dostupné z: doi:10.1179/1743284713Y.0000000383
- [89] WU, H.-Y., S. LEE a J.-Y. WANG. Solid-state bonding of iron-based alloys, steel–brass, and aluminum alloys. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 1998, **75**(1-3), 173-179 [cit. 2025-02-07]. Dostupné z: doi:10.1016/S0924-0136(97)00323-3
- [90] CALVO, F. A., A. UREÑA, J. M. GOMEZ DE SALAZAR, F. MOLLEDA a A. J. CRIADO. Solid-state transformations during diffusion bonding of copper to iron. *Journal of Materials Science* [online]. 1988, **23**(4), 1231-1236 [cit. 2025-02-07]. Dostupné z: doi:10.1007/BF01154583

- [91] KOGA, N., S. TOMONO a O. UMEZAWA. Low-temperature tensile properties of Cu-Fe laminated sheets with various number of layers. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2021, **811** [cit. 2025-02-08]. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2021.141066
- [92] KURAMOTO, E., Y. AONO a K. KITAJIMA. Thermally activated slip deformation of high purity iron single crystals between 4.2 K and 300 K. *Scripta Metallurgica* [online]. 1979, **13**(11), 1039-1042 [cit. 2025-02-08]. Dostupné z: doi:10.1016/0036-9748(79)90199-6
- [93] KESTENS, L. A. I. a H. PIRGAZI. Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures. *Materials Science and Technology* [online]. 2016, **32**(13), 1303-1315 [cit. 2025-02-09]. Dostupné z: doi:10.1080/02670836.2016.1231746
- [94] FUKUMOTO, S., K. OHTA, T. YANAGIMOTO, Y. KASHIBA, M. KIKUCHI, M. MATSUSHIMA a K. FUJIMOTO. Characteristics and Microstructural Development of Cold-Sprayed Copper Coating on Aluminum. *MATERIALS TRANSACTIONS* [online]. 2019, **60**(4), 602-610 [cit. 2025-03-09]. Dostupné z: doi:10.2320/matertrans.M2018295
- [95] Resistivity and Temperature Coefficient at 20 °C. *Georgia State University* [online]. [cit. 2025-05-14]. Dostupné z: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/Tables/rstiv.html>
- [96] ITO, K. a Y. ICHIKAWA. Characterization and Modification of Tensile Strength Property of Cold-Sprayed Pure Iron Coating with Fine Crystal Grains. *MATERIALS TRANSACTIONS* [online]. 2023, **64**(6), 1210-1216 [cit. 2025-03-23]. Dostupné z: doi:10.2320/matertrans.MT-T2022004
- [97] AZOM. *An Introduction to Iron* [online]. 2001 [cit. 2025-05-14]. Dostupné z: <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=619>
- [98] SCUTARU, M. L., C. ITU, M. MARIN a H. - Ş. GRIF. Bending Tests Used to Determine the Mechanical Properties of the Components of a Composite Sandwich Used in Civil Engineering. *Procedia Manufacturing* [online]. 2019, **32**, 259-267 [cit. 2025-05-10]. ISSN 23519789. Dostupné z: doi:10.1016/j.promfg.2019.02.212
- [99] ABDELBARY, A. a L. CHANG. Tribology of nonmetals. In: *Principles of Engineering Tribology* [online]. Elsevier, 2023, s. 235-294 [cit. 2025-05-09]. ISBN 9780323991155. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-323-99115-5.00008-6
- [100] BOND, T., B. SOUSA, N. RAHBAR, D. COTE, K. TSAKNOPOULOS a W. SOBOYEJO. Fatigue and delamination of 6061 aluminum cold spray on a similar wrought substrate. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2024, **913** [cit. 2025-05-09]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2024.147024
- [101] STEGMANN, J. a E. LUND. *STRUCTURAL ANALYSIS OF COMPOSITE SHELL STRUCTURES* [online]. Institute of Mechanical Engineering Aalborg University, 2001, 1-87 [cit. 2025-05-15]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/265678243_STRUCTURAL_ANALYSIS_OF_COMPOSITE_SHELL_STRUCTURES
- [102] JONES, R. M. *Mechanics of Composite Materials* [online]. 2nd edition. CRC Press, 2018 [cit. 2025-05-15]. ISBN 9781315272986. Dostupné z: doi:10.1201/9781498711067
- [103] *Classical Laminate Theory* [online]. [cit. 2025-05-16]. Dostupné z: https://archive.nptel.ac.in/content/storage2/courses/101104010/lecture16/16_3.htm

- [104] REDDY, J. N. *Theory and Analysis of Elastic Plates and Shells* [online]. 2nd edition. CRC Press, 2006 [cit. 2025-05-16]. ISBN 9780429127601. Dostupné z: doi:10.1201/9780849384165
- [105] REDDY, J. N. A Simple Higher-Order Theory for Laminated Composite Plates. *Journal of Applied Mechanics* [online]. 1984, **51**(4), 745-752 [cit. 2025-05-16]. ISSN 0021-8936. Dostupné z: doi:10.1115/1.3167719
- [106] LI, D. Layerwise Theories of Laminated Composite Structures and Their Applications: A Review. *Archives of Computational Methods in Engineering* [online]. 2021, **28**(2), 577-600 [cit. 2025-05-16]. ISSN 1134-3060. Dostupné z: doi:10.1007/s11831-019-09392-2
- [107] CARRERA, E. Historical review of Zig-Zag theories for multilayered plates and shells. *Applied Mechanics Reviews* [online]. 2003, **56**(3), 287-308 [cit. 2025-05-16]. ISSN 0003-6900. Dostupné z: doi:10.1115/1.1557614
- [108] LIEW, K.M., Z.Z. PAN a L.W. ZHANG. An overview of layerwise theories for composite laminates and structures: Development, numerical implementation and application. *Composite Structures* [online]. 2019, **216**, 240-259 [cit. 2025-05-16]. ISSN 02638223. Dostupné z: doi:10.1016/j.compstruct.2019.02.074
- [109] PRODUCT DATASHEET. Copper 99,95 %. *SAFINA* [online]. [cit. 2025-02-01]. Dostupné z: <https://www.safina.cz/wp-content/uploads/2022/02/datasheet-powder-cu-9995-4515-micr.pdf>
- [110] HORIBA INSTRUMENTS, INC. THE LA-950 LASER DIFFRACTION TECHNIQUE. *LA-950 Technique* [online]. 2009 [cit. 2025-02-12]. Dostupné z: <https://www-origin.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/Documents/PSA/TN159.pdf>
- [111] Iron (Fe) Micron Powder, Purity: 99 %, Size: 5 μm . *Nanografi* [online]. 2024 [cit. 2025-02-01]. Dostupné z: <https://nanografi.com/microparticles/iron-fe-micron-powder-purity-99-99-size-5-m/>
- [112] HIBBELER, R. C. *Statics and mechanics of materials*. 2nd ed. Upper Saddle River: Pearson College Div, 2004. ISBN 978-0130281272.
- [113] MA, S., J. PANG a Q. MA. The systematic error in digital image correlation induced by self-heating of a digital camera. *Measurement Science and Technology* [online]. 2012, **23**(2) [cit. 2025-02-23]. ISSN 0957-0233. Dostupné z: doi:10.1088/0957-0233/23/2/025403
- [114] HASSAN, G. M. Deformation measurement in the presence of discontinuities with digital image correlation: A review. *Optics and Lasers in Engineering* [online]. 2021, **137** [cit. 2025-02-23]. ISSN 01438166. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlaseng.2020.106394
- [115] MOBASHER, B. Textile fiber composites. In: *Textile Fibre Composites in Civil Engineering* [online]. Elsevier, 2016, s. 101-150 [cit. 2025-02-23]. ISBN 9781782424468. Dostupné z: doi:10.1016/B978-1-78242-446-8.00006-9
- [116] FOTOŠKODA. NIKON 105 mm f/2,8 G ED AF-S VR MICRO. *FotoŠkoda* [online]. 2025 [cit. 2025-05-08]. Dostupné z: <https://www.fotoskoda.cz/nikon-105-2-8-g-af-s-vr-ii-micro/>
- [117] KUHN, H. a D. MEDLIN, ed. *ASM handbook*. Volume 8, Mechanical testing and evaluation. Materials Park: ASM International, 2000. ISBN 0-87170-389-0.
- [118] GABBOTT, P., ed. *Principles and applications of thermal analysis*. Oxford: Blackwell, 2008. ISBN 978-1-4051-3171-1.

- [119] DRIENOVSKÝ, M., J. KRAJČOVIČ a M. PALCUT. *Metódy skúmania štruktúry a vlastností materiálov - Termická analýza*. Trnava: AlumniPress, 2017. ISBN 978-80-8096-250-0.
- [120] INKSON, B.J. Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization. In: *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods* [online]. Elsevier, 2016, s. 17-43 [cit. 2025-05-25]. ISBN 9780081000403. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X
- [121] MORAVČÍK, R., M. HAZLINGER, M. HUDÁKOVÁ, M. MARTINKOVIČ a R. ČIČKA. *Náuka o materiáloch I*. Trnava: AlumniPress, 2010. ISBN 978-80-8096-123-7.
- [122] HUMPHREYS, J., G. S. ROHRER a A. ROLLETT. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Third edition. Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 2017. ISBN 978-0-08-098269-4. Dostupné také z: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/natl-ebooks/detail.action?docID=4924517>
- [123] XIE, Y., Ch. CHEN, M.-P. PLANCHE, S. DENG, R. HUANG, Z. REN a H. LIAO. Strengthened Peening Effect on Metallurgical Bonding Formation in Cold Spray Additive Manufacturing. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2019, **28**(4), 769-779 [cit. 2025-05-25]. ISSN 1059-9630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-019-00854-4
- [124] LUZIN, V., K. SPENCER, M. ZHANG, N. MATTHEWS, J. DAVIS a M. SALEH. Residual Stresses in Cold Spray Coatings. In: CAVALIERE, P., ed. *Cold-Spray Coatings* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2018, s. 451-480 [cit. 2025-05-25]. ISBN 978-3-319-67182-6. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-67183-3_16
- [125] HALL, E. O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B* [online]. 1951, **64**(9), 747-753 [cit. 2025-05-25]. ISSN 0370-1301. Dostupné z: doi:10.1088/0370-1301/64/9/303
- [126] PETCH, N. J. The Cleavage Strength of Polycrystal. *Journal of the Iron and Steel Institute*. 1953, **174**, 25-28.
- [127] YU, Y., S. ZHANG, L. ZHONG, Ch. DENG, R. SHAN, Y. WANG, J. PENG a Y. XU. Study on microstructure and bending properties of NbC/Fe cluster-reinforced steel-based laminated composite. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2024, **29**, 1824-1833 [cit. 2025-05-23]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2024.01.196
- [128] RAHMAN, M. S. a R. AHMED JOY. Analysis of Microstructure, Recrystallization, and Hardness of Copper Metal Based on Cold Working and Annealing Processes. *International Journal of Material Science and Engineering* [online]. 2024, **10**(3), 1-7 [cit. 2025-05-23]. ISSN 23948884. Dostupné z: doi:10.14445/23948884/IJMSE-V10I3P101
- [129] KOGA, N., W. ZHANG, S. TOMONO a O. UMEZAWA. Microstructure and Low Temperature Tensile Properties in Cu-50 mass%Fe Alloy. *MATERIALS TRANSACTIONS* [online]. 2021, **62**(1), 57-61 [cit. 2025-02-08]. Dostupné z: doi:10.2320/matertrans.MT-M2020260
- [130] TANGSATHITKULCHAI, C. Acceleration of particle breakage rates in wet batch ball milling. *Powder Technology* [online]. 2002, **124**(1-2), 67-75 [cit. 2025-01-27]. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-5910(01)00477-6

PRÍLOHY

Príloha A, Tabuľka 5 Rozmery tepelne nespracovaných skúšobných vzoriek použitých pri skúške trojbodovým ohybom

nežíhané	h [mm]	b [mm]
CS_CuFeCu_2.1	3,923	5,554
CS_CuFeCu_2.2	3,912	5,538
CS_CuFeCu_2.3	3,909	5,554
CS_CuFeCu_2.4	3,917	5,541
CS_FeCuFe_4.1	4,043	5,450
CS_FeCuFe_4.2	4,013	5,444
CS_FeCuFe_4.3	3,999	5,446
CS_FeCuFe_4.4	3,997	5,458
CS_Cu_7.1.1	2,560	3,471
CS_Cu_7.1.9	2,575	3,462
CS_Cu_7.2.1	2,556	3,481
CS_Cu_7.2.9	2,549	3,468
CS_Cu_8.1.8	2,575	3,481
CS_Cu_8.1.9	2,579	3,475
CS_Cu_7.3.1	2,283	3,435
CS_Cu_7.3.2	2,274	3,475
CS_Cu_7.3.3	2,276	3,479
CS_Cu_7.3.4	2,276	3,482
CS_Cu_7.3.6	2,271	3,482
CS_Cu_7.3.7	2,280	3,482
CS_Cu_7.3.8	2,281	3,483
CS_Cu_7.3.9	2,283	3,463
CS_Fe_5.1	3,416	4,894
CS_Fe_5.2	3,411	4,879
CS_Fe_5.3	3,386	4,887
CS_Fe_5.4	3,381	4,880
CS_Fe_5.5	3,382	4,884
CS_Fe_5.6	3,393	4,816
CS_Fe_5.7	3,414	4,831

Príloha B, Tabuľka 6 Rozmery tepelne spracovaných skúšobných vzoriek použitých pri skúške trojbodovým ohybom

žihané (700°C / 1 hod)	h [mm]	b [mm]
CS_CuFeCu_1.1	3,816	4,946
CS_CuFeCu_1.2	3,804	4,951
CS_CuFeCu_1.3	3,807	4,947
CS_CuFeCu_1.4	3,804	4,955
CS_FeCuFe_3.1	4,208	5,560
CS_FeCuFe_3.2	4,181	5,565
CS_FeCuFe_3.3	4,169	5,551
CS_FeCuFe_3.4	4,163	5,562
CS_Cu_8.2.1	2,042	3,517
CS_Cu_8.2.2	2,040	3,501
CS_Cu_8.2.3	2,039	3,499
CS_Cu_8.2.4	2,040	3,491
CS_Fe_6.1	3,532	4,855
CS_Fe_6.2	3,499	4,839
CS_Fe_6.3	3,484	4,833
CS_Fe_6.4	3,482	4,831

Príloha C Python skript na získanie presného času zhotovenia NEF snímok pomocou ExifTool

```
import subprocess
import os
from glob import glob

# Nastavenie priečinka so súbormi (ZMEŇTE NA SPRÁVNU CESTU)
directory = r"C:\Users\Admin\Desktop\diplomovka\experimenty\RAW
4.4"
output_file = "nef_timestamps_exiftool.txt"

# Overenie, či priečinkov existuje
if not os.path.isdir(directory):
    print(f" Chyba: Priečinkov {directory} neexistuje.")
    exit()

# Získanie všetkých NEF súborov v priečinku
nef_files = glob(os.path.join(directory, "*.nef"))

# Ak nie sú žiadne NEF súbory, ukončíme skript
if not nef_files:
    print(" V priečinku sa nenašli žiadne NEF súbory.")
    exit()

# Funkcia na získanie presného času vytvorenia snímky
def get_exif_timestamp(file_path):
    try:
        # Spustenie ExifTool na získanie dátumu + stotín sekúnd
        command = ['exiftool', '-DateTimeOriginal', '-SubSecTimeOriginal', file_path]
        result = subprocess.run(command, capture_output=True, text=True)

        # Ak ExifTool vráti chybu
        if result.returncode != 0:
            return f"Chyba pri EXIF: {result.stderr}"

        # Spracovanie výstupu ExifTool
        output_lines = result.stdout.strip().split("\n")
        date_time_original = ""
        subsec_time_original = ""

        for line in output_lines:
            if "Date/Time Original" in line:
                date_time_original = line.split(":",
1)[1].strip()
            elif "Sub Sec Time Original" in line:
                subsec_time_original = line.split(":",
1)[1].strip()
```

```

# Ak chýbajú údaje, použijeme predvolené hodnoty
if not date_time_original:
    return "Nepodarilo sa načítať DateTimeOriginal."
if not subsec_time_original:
    subsec_time_original = "00" # Ak chýbajú stotiny
sekúnd, použijeme 00

# Spojenie času do formátu YYYY-MM-DD HH:MM:SS.ss
precise_time =
f"{date_time_original}.{subsec_time_original}"
    return precise_time
except Exception as e:
    return f"Chyba: {e}"

# Otvoríme výstupný súbor a zapíšeme výsledky
with open(output_file, "w", encoding="utf-8") as f:
    for nef_file in nef_files:
        timestamp = get_exif_timestamp(nef_file)
        f.write(f"{os.path.basename(nef_file)} - {timestamp}\n")

print(f" Výsledky boli uložené do {output_file}")

```

Príloha D MATLAB skript na zistenie priemerného času snímania medzi dvoma snímkami

```
% Definovanie časov prvej a poslednej snímky
first_image_time = '2025:02:04 15:21:43.28'; % Čas prvej snímky
last_image_time = '2025:02:04 15:23:19.63'; % Čas poslednej
snímky

% Nastavenie formátu dátumu a času
time_format = 'yyyy:MM:dd HH:mm:ss.SS';

% Prevod reťazca na datetime objekty
dt_first = datetime(first_image_time, 'InputFormat',
time_format);
dt_last = datetime(last_image_time, 'InputFormat', time_format);

% Výpočet rozdielu medzi časmi
time_diff = dt_last - dt_first;

% Výpis výsledku v sekundách a stotínach sekundy
time_diff_seconds = seconds(time_diff);
%time_diff_stotiny = time_diff_seconds * 100;

fprintf('Rozdiel medzi prvou a poslednou snímkou je %.2f stotiny
sekundy.\n', time_diff_seconds);

% Zadajte celkový čas v stotínach sekúnd
celkovy_cas_stotiny = 9635;

% Zadajte počet snímok
pocet_snimok = 70;

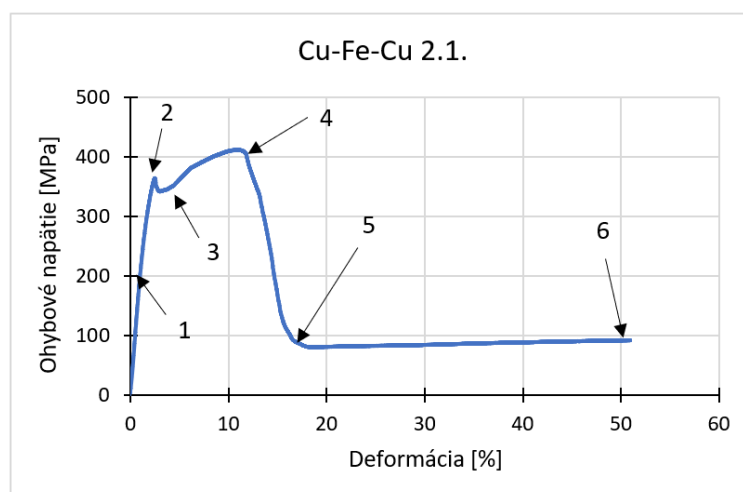
% Výpočet času na jednu snímku v stotínach sekúnd
cas_na_snimku = celkovy_cas_stotiny / pocet_snimok;


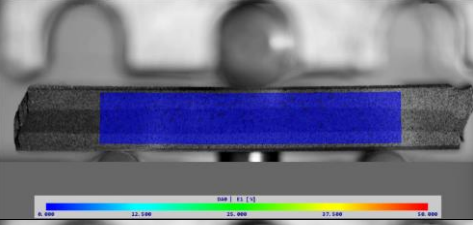

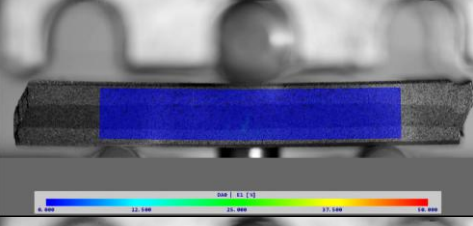

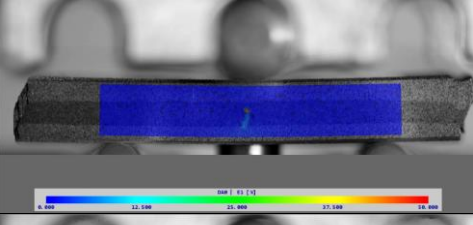

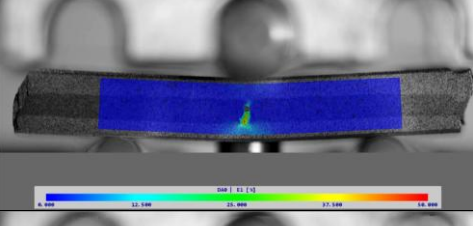

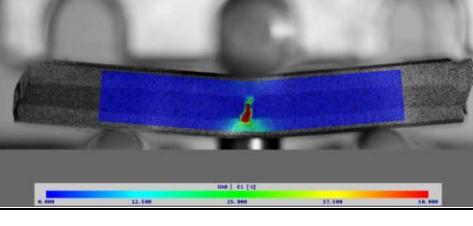
% Zobrazenie výsledku
disp(['Priemerný čas medzi dvoma snímkami je: ',
num2str(cas_na_snimku), ' stotín sekúnd']);


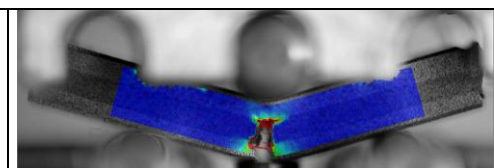
% Výpočet FPS
FPS = (1/cas_na_snimku)*100;

% Zobrazenie výsledku FPS
disp(['FPS je: ', num2str(FPS)]);
```

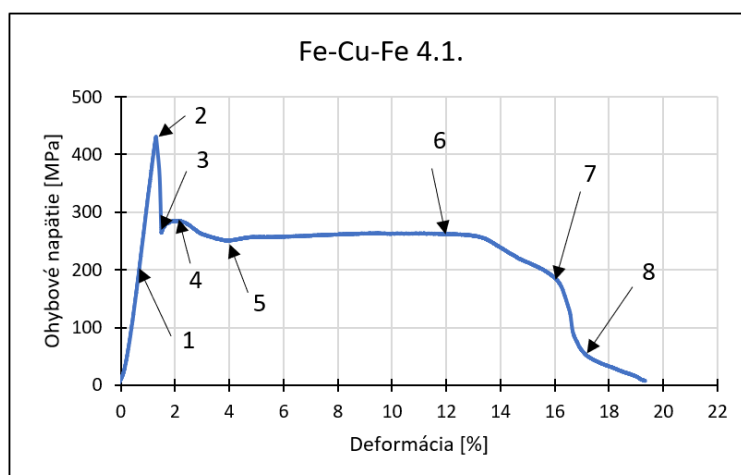
Príloha E Popis vybraných bodov napätovo-deformačnej krivky vzorky 2.1. Cu-Fe-Cu na základe výsledkov DIC analýzy

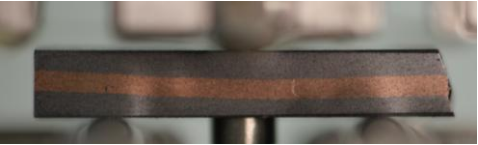
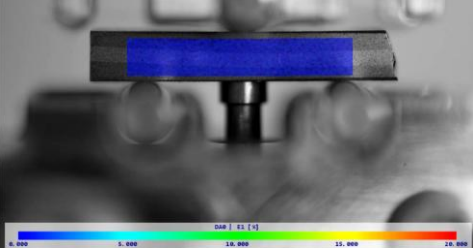
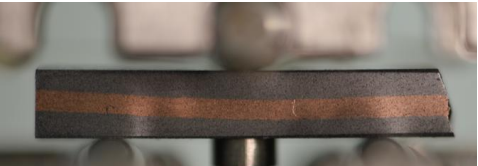
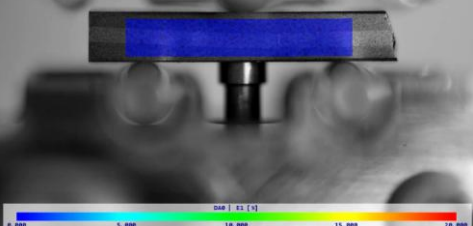
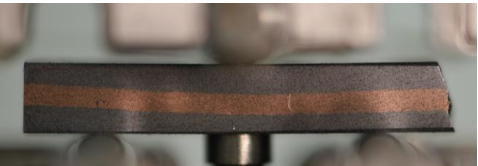
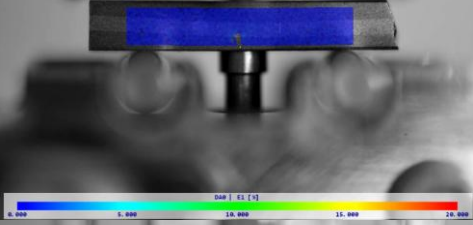
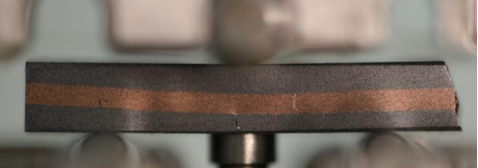
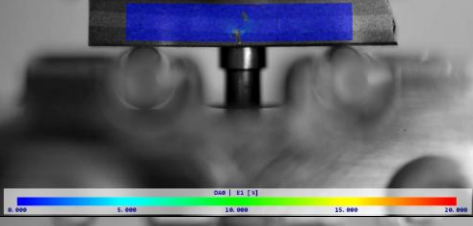
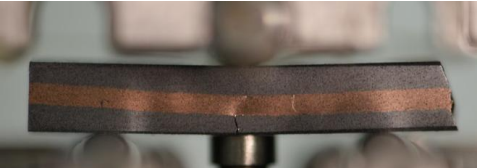
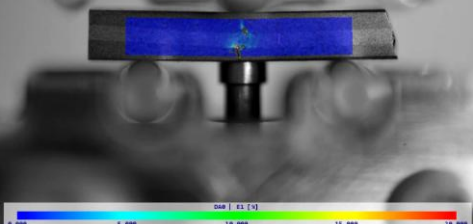


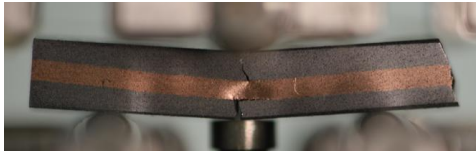
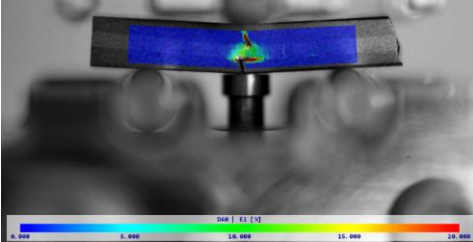

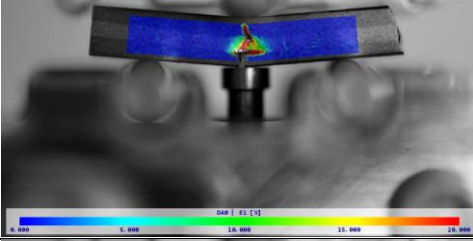

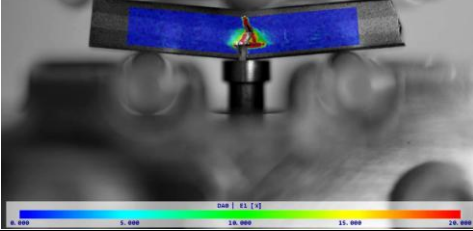
Snímka	DIC mapa	Čas [s]	Ohybové napätie [MPa]	Deformácia [%]
 1. DSC 8544		10,02	213,65	1,05
 2. DSC 8552		20,03	348,57	2,66
 3. DSC 8554		23,92	343,06	3,32
 4. DSC 8588		70	409,69	11,41
 5. DSC 8598		84,29	222,64	14,46

		241,9	91,86	50,00
6.	DSC 8712			

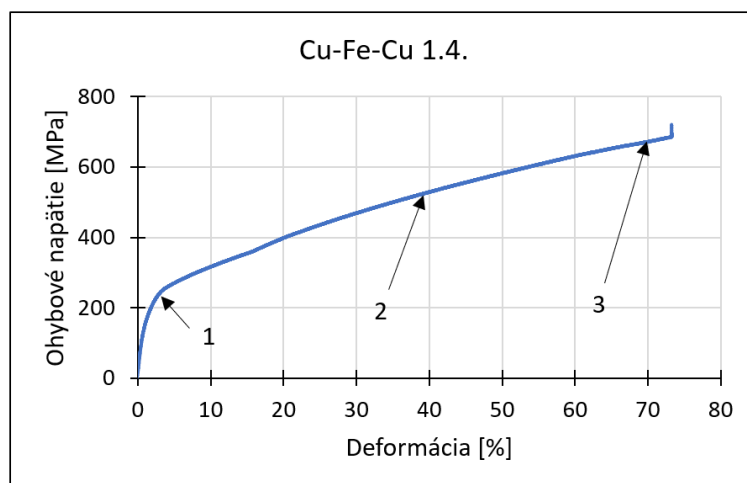
Príloha F Popis vybraných bodov napätovo-deformačnej krivky vzorky 4.1. Fe–Cu–Fe
na základe výsledkov DIC analýzy


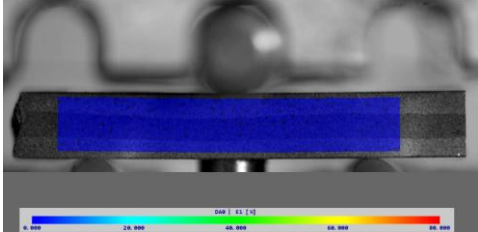

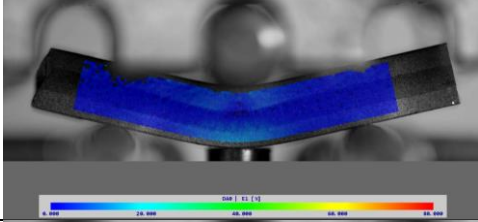

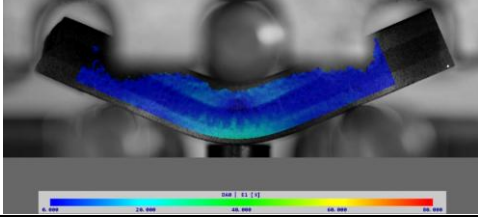


Snímka	DIC mapa	Čas [s]	Ohybové napätie [MPa]	Deformácia [%]
 1. DSC 8219		10,04	216,24	0,72
 2. DSC 8223		15,09	431,18	1,30
 3. DSC 8224		15,33	264,53	1,50
 4. DSC 8226		18,85	284,82	2,20
 5. DSC 8231		26,78	251,11	4,00

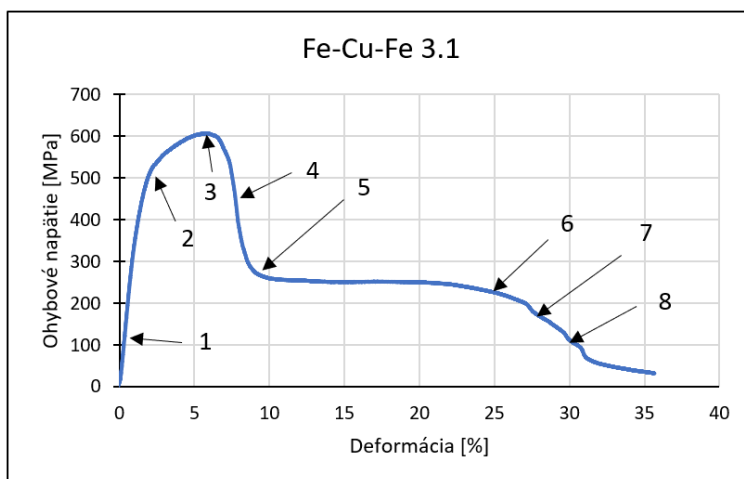
 <p>6. DSC 8258</p>		63,94	262,04	12,00
 <p>7. DSC 8273</p>		83,66	170,33	16,25
 <p>8. DSC 8275</p>		86,39	59,92	17,00

Príloha G Popis vybraných bodov napätovo-deformačnej krivky vzorky 1.4. Cu-Fe-Cu na základe výsledkov DIC analýzy

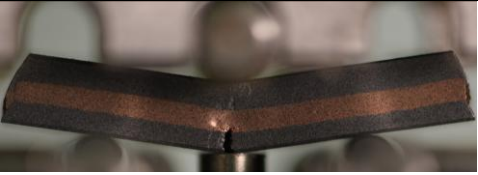
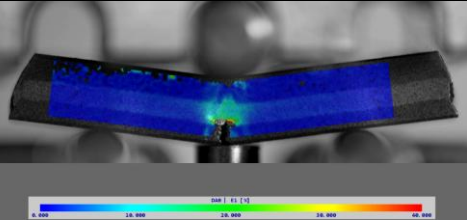
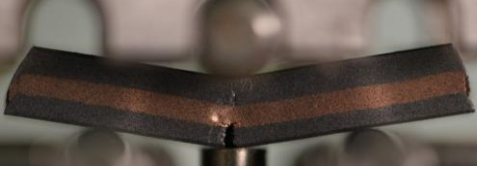
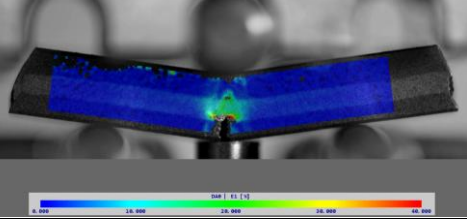
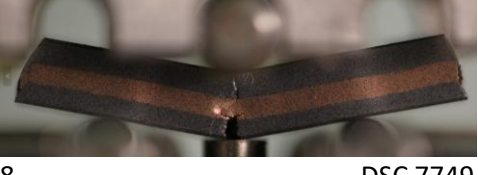
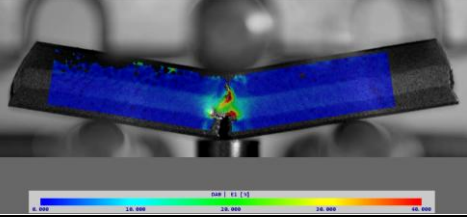


Snímka	DIC mapa	Čas [s]	Ohybové napätie [MPa]	Deformácia [%]
 1. DSC 7401		20,06	239,24	2,89
 2. DSC 7529		197,40	529,17	40,00
 3. DSC 7618		318,77	671,74	70,00

Príloha H Popis vybraných bodov napätovo-deformačnej krivky vzorky 3.1. Fe-Cu-Fe na základe výsledkov DIC analýzy



Snímka	DIC mapa	Čas [s]	Ohybové napätie [MPa]	Deformácia [%]
1. DSC 7635		2,37	21,26	0,07
2. DSC 7648		20,34	525,29	2,20
3. DSC 7666		44,81	603,91	6,16
4. DSC 7672		52,2	415,80	7,84
5. DSC 7675		56,03	276,88	8,97

 <p>6. DSC 7729</p>		130,44	226,07	25,00
 <p>7. DSC 7737</p>		140,47	195,97	27,21
 <p>8. DSC 7749</p>		156	79,06	30,95