

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: B 2301 Strojní inženýrství  
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Využití elektronové mikroskopie k posouzení struktur a vlastností  
laserových návarů

Autor: **Vít Burda**

Vedoucí práce: **prof. Dr. Ing. Antonín Kříž**

Konzultant práce: **Ing. Pavla Fišerová**

Akademický rok 2015/2016

## Prohlášení o autorství

**Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou/diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.**

**Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou/diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské/diplomové práce.**

**V Plzni dne: .....**

.....

**podpis autora**

# ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ (BAKALÁŘSKÉ) PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Burda	<b>Jméno</b> Vít
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie	
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	<b>Příjmení (včetně titulů)</b> prof. Dr. Ing. Kříž	<b>Jméno</b> Antonín
<b>PRACOVISŤE</b>	ZČU - FST - KMM	
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Využití elektronové mikroskopie k posouzení struktur a vlastností laserových návarů	

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2016
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

## POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	48	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	32	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	16
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

<p><b>STRUČNÝ POPIS</b></p> <p><b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL</b></p> <p><b>POZNATKY A PŘÍNOSY</b></p>	<p>Bakalářská práce je zaměřena na možnosti využití elektronové mikroskopie k hodnocení laserem navařených vrstev. Při hodnocení návarů, konkrétně Inconelu 625 byl použit řádkovací elektronový mikroskop ve spojení s energo disperzním spektrometrem. Díky tomu bylo možné sledovat chemické složení a míru promíšení v oblasti návaru. Práce se dále věnuje Marangoniho proudění, které bylo pozorováno po naleptání navařených vrstev.</p>
<p><b>KLÍČOVÁ SLOVA</b></p> <p><b>ZPRAVIDLA</b></p> <p><b>JEDNOSLOVNÉ POJMY,</b></p> <p><b>KTERÉ VYSTIHUJÍ</b></p> <p><b>PODSTATU PRÁCE</b></p>	<p>Řádkovací elektronová mikroskopie, laserové navařování, Inconel 625, energo disperzní spektrometr, vysokovýkonný diodový laser, Marangoniho proudění</p>

## SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

<b>AUTHOR</b>	Surname Burda	Name Vít
<b>FIELD OF STUDY</b>	Materials Engineering and Engineering Metallurgy	
<b>SUPERVISOR</b>	Surname (Inclusive of Degrees) prof. Dr. Ing. Kříž	Name Antonín
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST – KMM	
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>
<b>TITLE OF THE WORK</b>	Usage of electron microscopy to assess the structures and properties of laser cladding	

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	KMM	<b>SUBMITTED IN</b>	2016
----------------	---------------------------	-------------------	-----	-------------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	48	<b>TEXT PART</b>	32	<b>GRAPHICAL PART</b>	16
----------------	----	------------------	----	---------------------------	----

<b>BRIEF DESCRIPTION  TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	This bachelor thesis is focused on the possibilities that the usage of electron microscopy to assess the laser clad layers provides. To assess the clads the scanning electron microscope with energy-dispersive detector was used. That enabled to monitor the chemical composition and dilution in the clad layer. The thesis also observes Marangoni Effect which was seen after etching the laser clad layers.
<b>KEY WORDS</b>	Scanning electron microscopy, laser cladding, Inconel 625, energy-dispersive detector, high power direct diode laser, Marangoni Effect

## **Poděkování**

Touto cestou bych rád poděkoval za odborné vedení bakalářské práce prof. Dr. Ing. Antonínu Křížovi, konzultantce Ing. Pavle Fišerové a Bc. Adéle Kašparové za jejich vedení a cenné rady a připomínky.

Dále bych chtěl poděkovat za možnost vypracování experimentálního programu bakalářské práce společnosti MATEX PM s.r.o.

## Obsah

Přehled použitých zkratk	8
Úvod	9
1 Technologie laserového navařování	10
1.1 Metody laserového navařování	10
1.1.1 Procesy nanášení přídavného materiálu	11
1.1.2 Promíšení	11
1.2 Podávání přídavného materiálu	12
1.2.1 Boční podávání	12
1.2.2 Podávání pomocí koaxiální trysky	12
1.3 Historie	13
1.4 Využití	13
1.5 Vlastnosti metody laser cladding	14
2 Laser	15
2.1 Rozdělení laserů	15
2.1.1 Polovodičové lasery	16
3 Přídavné materiály pro laserové navařování	17
3.1 Přídavné materiály ve formě prášku	17
3.1.1 Slitiny na bázi niklu	17
3.1.2 Práškové slitiny na bázi kobaltu	17
3.1.3 Práškové slitiny na bázi karbidu wolframu	18
3.1.4 Prášky na bázi austenitické oceli	19
3.1.5 Prášek na bázi martenzitické oceli	20
4 Elektronová mikroskopie	21
4.1 Úvod	21
4.1.1 De Broglieho hypotéza	21
4.2 Druhy mikroskopů	21
4.2.1 Transmisní elektronový mikroskop (TEM)	21
4.2.2 Skenovací elektronový mikroskop (SEM)	22
4.3 Konstrukce elektronového mikroskopu	22
4.3.1 Tubus elektronového mikroskopu	22
4.3.2 Vakuový systém	23
4.3.3 Elektronové Trysky	23
4.3.4 Magnetické čočky	24
4.3.5 Objektiv	26
4.3.6 Projektiv	26

4.3.7	Clony .....	26
4.3.8	Stínítko .....	26
4.3.9	Záznam obrazu .....	26
5	Úvod do experimentální části .....	28
5.1	Popis zařízení.....	28
5.1.1	HPDD Laser LDF 600-3300 .....	28
5.1.2	Mikroskop Tescan VEGA3 LM .....	29
5.2	Experimentální materiál .....	30
5.2.1	Substrát S355J2 .....	30
5.2.2	Přídavný materiál Inconel 625 .....	32
5.3	Marangoniho proudění .....	33
5.4	Metody výzkumu .....	34
5.4.1	Energ disperzní spektrometrie.....	34
5.4.2	Měření promíšení .....	37
6	Diskuse výsledků .....	43
6.1	Marangoniho proudění .....	43
6.2	Energ disperzní spektrometrie .....	43
6.3	Měření promíšení.....	43
7	Závěr .....	44
	Seznam použité literatury .....	45

## **Přehled použitých zkratk**

EDS – energo disperzní spektrometrie

SEM – skenovací elektronový mikroskop

TEM – transmisní elektronový mikroskop

FEG – (Field Emission Gun) autoemisní elektronová tryska

HPDD – (High Power Direct Diode Laser) vysokovýkonný diodový laser

RPM – (Revolutions Per Minute) otáčky za minutu

YAG – (Yttrium Aluminium Garnet) yttrito-hlinitý granát

TOO – tepelně ovlivněná oblast

H-13 – Nástrojová ocel

HV – tvrdost dle Vickerse

CCD – (Charge Coupled Device) obrazový senzor

D – (Dilution) promíšení [%]



## Úvod

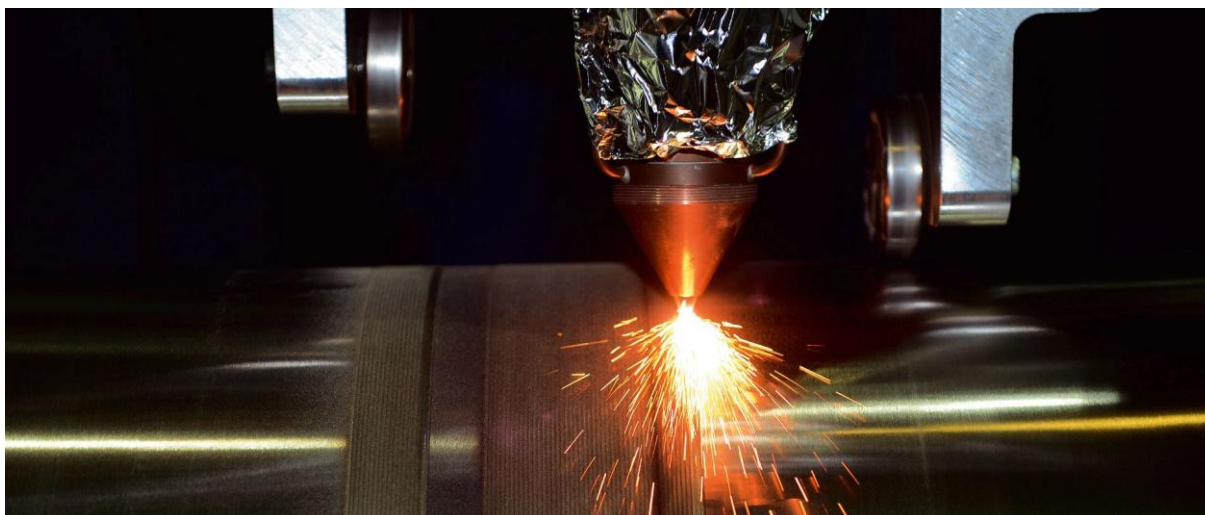
V současné době má elektronová mikroskopie obrovské možnosti využití od medicíny po povrchové inženýrství, kterému se bude tato práce věnovat. Díky elektronové mikroskopii se mohou detailně analyzovat pozorované vzorky, včetně jejich chemického složení.

První člověk, který dokázal sestrojít mikroskop, který využívá k zobrazení elektrony, byl Ernst Ruska v roce 1932. Do praxe se ovšem elektronová mikroskopie dostala až dlouho poté. V současné době patří mezi velice rychle se rozvíjející odvětví.

V bakalářské práci budou hodnoceny laserem navařené vrstvy kovové slitiny Inconel 625, pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu.

## 1 Technologie laserového navařování

Technologie laserového navařování využívá laserový zdroj tepla k nanesení tenké vrstvy požadovaného materiálu na substrát, kdy je laserová hlava umístěna na přírubě osy průmyslového robota. U substrátu záleží na jeho geometrii, může být upnut rotačně nebo staticky. Nanesený materiál může být přiveden na strojní díl několika způsoby: vstříkáním prášku, předchozím nanesením prášku na součást nebo podáváním drátu. Z těchto způsobů nanesení přídavného materiálu se podávání drátu ukázalo jako nejvíce efektivní. Na rozdíl od vstříkování prášku má ale nižší kvalitu povrchu a nižší pevnost spoje [1].



Obr. 1-1 Laserové navařování [18]

Povrchová vrstva základního materiálu (substrátu) je natavována pomocí laserového paprsku společně s přídavným materiálem, který je k natavené části povrchu přidáván. Celý proces vytváření laserového návaru se skládá z několika kroků, které proběhnou řádově v desetinách sekundy, v závislosti na vstupních parametrech. Nejprve se pomocí laseru přivede teplo na povrch základního materiálu, tím dojde k jeho částečnému natavení. Současně je přiváděn přídavný materiál, který se pomocí laserového paprsku také nataví. Dojde k částečnému promíšení se základním materiálem. Nakonec v natavené části dochází k solidifikaci návaru za vytvoření celistvé povrchové vrstvy z přídavného materiálu, který je metalurgicky spojen se substrátem [1], [5].

### 1.1 Metody laserového navařování

Laserové navařování je rozdělováno do tří metod. První metoda (tzv. laser cladding), je také použita v experimentálním programu této bakalářské práce. Tato metoda byla blíže popsána v předchozích odstavcích.

Druhou metodou je laser alloying. Hlavní odlišností od předchozí metody je velké promíšení základního a přídavného materiálu. Na povrchu součásti se vytvoří homogenní vrstva ze základního a přídavného materiálu.

Třetí metoda se nazývá laser glazing. Princip této metody je opět natavení tenké vrstvy základního materiálu laserovým paprskem, ovšem bez přidání jiného materiálu do natavené vrstvy. Po opětovném ztuhnutí dochází ke změně mikrostruktury na ošetřovaném povrchu. Díky tomu lze dosáhnout požadovaných vlastností, jako je například zvýšení tvrdosti nebo korozivzdornosti [1], [30].

### 1.1.1 Procesy nanášení přídavného materiálu

U metody laser cladding jsou rozlišovány dvě možnosti resp. procesy, jak dodávat přídavný materiál na substrát. První možností je takzvaný jednofázový proces. To znamená, že je přídavný materiál přiváděn přímo do laserového paprsku nebo jej předchází. Níže uvedené způsoby podávání (viz. kapitola 2.2) patří pod jednofázový proces.

Druhou možností je dvoufázový proces, kdy první fáze zahrnuje umístění přídavného materiálu ve formě prášku na základní materiál. Druhou fází je pak natavení tenké vrstvy přídavného a základního materiálu laserem. Nevýhodou oproti jednofázovému procesu je nutnost přidání pojiva do prášku k zajištění dostatečné koheze. Pojivo se během druhé fáze začne vypařovat a způsobí pórovitost povrchu [1].

### 1.1.2 Promíšení

U laserového navařování je nezbytné docílit pevného spojení mezi základním materiálem a materiálem navařovaným. Toho je dosaženo lokálním laserovým natavením a vznikem meziatomových vazeb. Při tomto procesu se částečně promísí základní a navařovaný materiál.

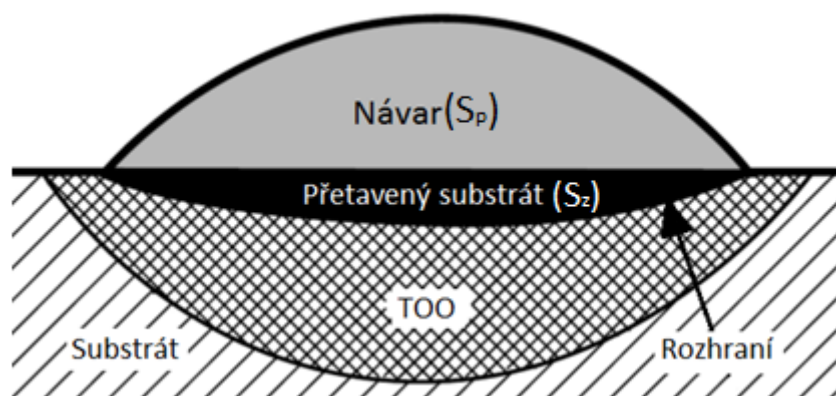
Míra promíšení by měla dosahovat co nejmenších hodnot, aby vzniklá navařená vrstva byla co nejméně ovlivněna materiálem substrátu a tím bylo docíleno požadovaných vlastností. U laserového navařování se míra promíšení pohybuje i okolo pěti procent (i méně). U jednovrstvých aplikací je možné dosáhnout minimálních promíšení, které ovšem vždy neznamenají vyšší kvalitu návaru a to na úkor nedostatečného metalurgického spoje [29].

Hodnotu promíšení lze vypočítat dle následujících definic:

Geometrická definice:

Jedná se o podíl mezi natavenou plochou základního materiálu (přetavený substrát)  $S_z$  a celkovou natavenou plochou  $S_z$  a  $S_p$ , kde  $S_p$  značí plochu návaru (viz vztah 1).

$$\text{promíšení} = \frac{S_z}{S_z + S_p} \quad (1)$$



Obr. 1-2 Oblasti návaru [40]

Kompoziční definice:

$$\text{promíšení} = \frac{\rho_c(X_{c+s}-X_c)}{\rho_s(X_s-X_{c+s})+\rho_c(X_{c+s}-X_c)}, \quad (2)$$

kde:

$\rho_c$  je měrná hmotnost nataveného prášku [ $kg/m^3$ ],

$\rho_s$  je měrná hmotnost nataveného substrátu [ $kg/m^3$ ],

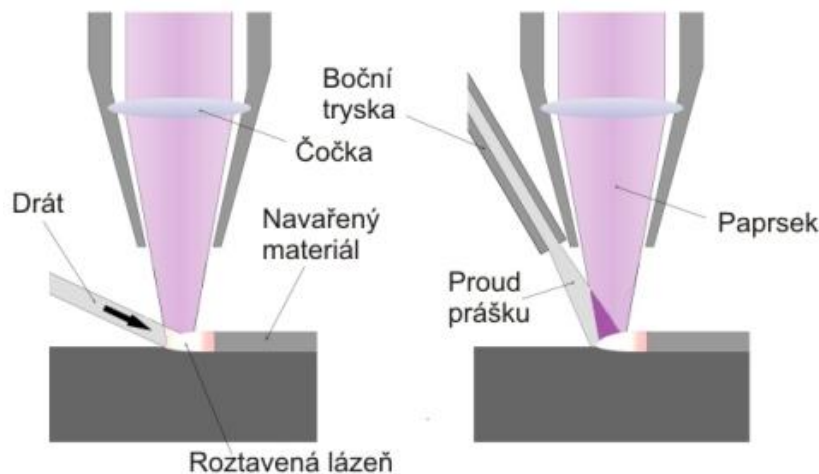
$X_c$  je hmotnost chem. prvku X v návaru [%],

$X_s$  je hmotnost chem. prvku X v substrátu [%].

## 1.2 Podávání přídavného materiálu

### 1.2.1 Boční podávání

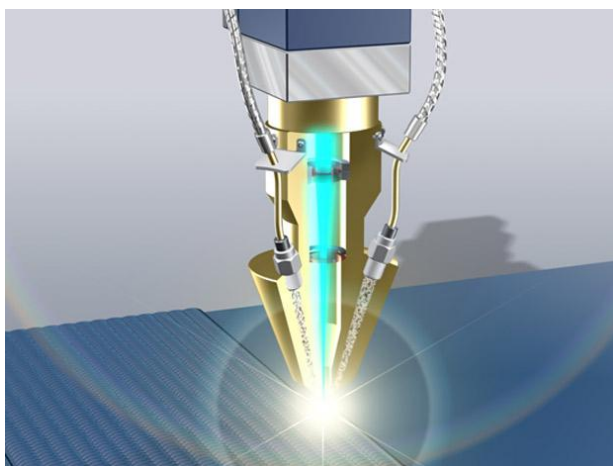
Tuto metodu lze využít u obou přídavných materiálů (prášek a drát). V prvním případě je prášek dopravován do laserového paprsku pomocí boční trysky s inertním plynem. Ve druhém případě je podáván drát o průměru 0,15 až 1 mm v ochranné atmosféře do laserového paprsku.



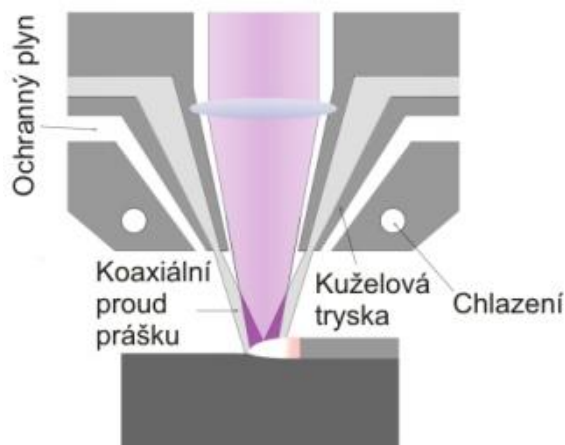
Obr. 1-3 Schéma bočního podávání [20]

### 1.2.2 Podávání pomocí koaxiální trysky

Jeden z nejrozšířenějších způsobů podávání přídavného materiálu je pomocí koaxiální trysky. Prášek je podáván koaxiální tryskou přímo do místa návaru pomocí nosného plynu (např. argon, helium nebo dusík), ten slouží zároveň i jako ochranný plyn. V místě návaru následně dochází k natavení prášku. Touto tryskou je dosaženo rovnoměrného přísunu nanášeného prášku do taveniny. Spolu s vhodným laserem lze umístit takovou koaxiální hlavu na kloubové rameno robotického manipulátoru, což umožňuje provádět návary na špatně přístupných místech [46], [5].



Obr. 1-4 koaxiální tryska [21]



Obr. 1-5 Schéma koaxiálního podávání [20]

### 1.3 Historie

Laserové navařování je stále velmi mladou technologií. Poprvé bylo využito na konci sedmdesátých let minulého století.

Vůbec první, kdo použil laserové navařování (anglicky laser cladding), byla korporace Rockwell International, která se nachází ve městě Thousand Oaks v Kalifornii.

Další významný pokrok učinil pan William M. Steen nejdříve na Imperial College of University of London a následně na Liverpool University, kde byl v dubnu 1988 a měl zde velký vliv na vývoj technologie laserového navařování. Zde společně s Vijitha Weerasinghe představil laserové navařování se vstřikováním prášku [1].

### 1.4 Využití

Laserové navařování se využívá při renovacích a opravách opotřeбенých součástí, ale také k nanesení vrstvy se specifickými vlastnostmi (korozi-vzdornost, o-těruvzdornost, tvrdost).

Díky této technologii se dají ušetřit finance, které by jinak musely být investovány do výroby nebo koupi nového výrobku [5], [6].



Obr. 1-6 Poškozená hřídel [17]



Obr. 1-7 Opravená hřídel [17]

## 1.5 Vlastnosti metody laser cladding

Použití laserového navařování má své kladné i záporné aspekty. Ty nejdůležitější jsou vyjmenovány níže [11]:

Pozitiva:

- lze docílit malé tepelně ovlivněné oblasti (TOO),
- nízká plastická deformace podkladu,
- navařená vrstva bez defektů,
- schopnost tvořit vícevrstvou strukturu s různými vlastnostmi,
- možnost vytvoření povrchu předem definovaných vlastností.

Negativa:

- vysoká pořizovací cena laseru,
- nutnost přídatného vybavení (průmyslový robot, upínací deska, rotační polohovadlo,
- vysoké nároky na obsluhu),
- bezpečnost práce a ochrana zdraví - nutnost používat speciální osobní ochranné pracovní pomůcky na pracovišti.

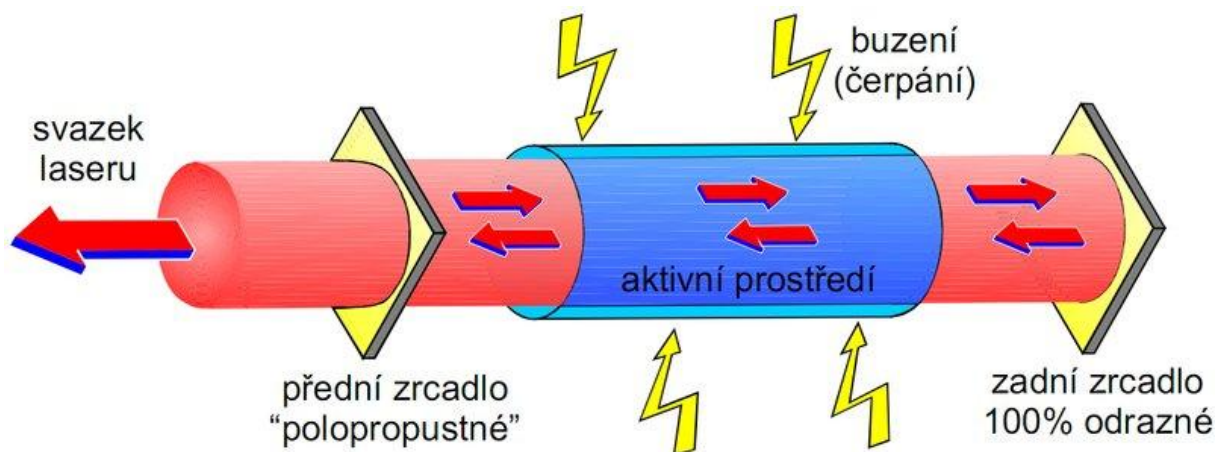
## 2 Laser

Slovo LASER je akronymem anglického Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation, tedy zesílení světla stimulovanou emisí záření. K zesílení světla dochází opakovanými průchody fotonů médiem se specifickými vlastnostmi [2].

Tedy každý laser má aktivní prostředí (médium). Do aktivního prostředí je dodávána energie pomocí buzení. Tato energie je díky procesu stimulované emise vyzářena jako laserový svazek.

Další charakteristickou částí je rezonátor, který je tvořen soustavou zrcadel. Jeho funkcí je zesílit proud fotonů [6], [19].

Laser je tedy optický zdroj elektromagnetického záření (světla), kdy je světlo laserem vyzářováno ve formě úzkého svazku a na rozdíl od přirozených světelných zdrojů má výrazně specifické vlastnosti – koherentnost (stejná frekvence vlnění, směr kmitání i fáze) a monochromaticnost (vlnění o jediné vlnové délce) [3].



Obr. 2-1 Schéma laseru [19]

### 2.1 Rozdělení laserů

V dnešní době mají lasery širokou škálu využití například ve strojírenství, medicíně, IT technice či zbrojním průmyslu a tomu odpovídá i specifická jednotlivých zařízení. Díky tomu existují různá kritéria, podle kterých jsou lasery děleny [3].

Níže je uvedeno základní rozdělení laserů [4]:

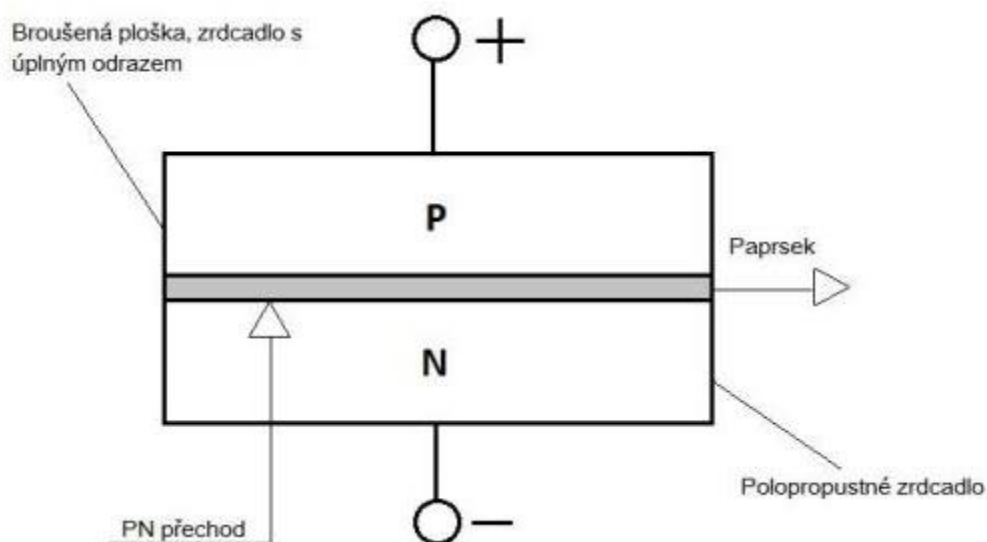
1. Dle aktivního prostředí:
  - a) plynové
  - b) kapalinové
  - c) pevnolátkové
  - d) polovodičové / diodové
2. Dle vlnové délky záření:
  - a) infračervené lasery
  - b) lasery viditelného pásma
  - c) ultrafialové lasery
  - d) rentgenové lasery

3. Dle délky generovaného impulsu:
  - a) kontinuální lasery
  - b) pulsní ns
  - c) pulsní ps/fs
  
4. Dle typu kvantových přechodů:
  - a) molekulární lasery
  - b) elektronové lasery
  - c) jaderné lasery
  
5. Dle typu čerpání:
  - a) opticky (světlem) – Nd: YAG, vláknové lasery
  - b) elektrickým výbojem – CO<sub>2</sub>, He-Ne, excimerové lasery
  - c) injekcí nosičů náboje (elektrickým proudem) – laserové diody
  - d) chemicky – chemické lasery používané v armádě
  - e) elektronový svazek
  - f) tepelnými změnami
  - g) rekombinací

### 2.1.1 Polovodičové lasery

Při experimentálním programu, který byl vypracován ve firmě MATEX PM s.r.o., byl používán vysoce výkonový diodový laser LDF 600-3300 od společnosti laserline. Z důvodu využívání tohoto druhu laseru, budou k polovodičovým laserům uvedeny bližší informace.

U polovodičových laserů tvoří aktivní prostředí okolí P-N přechodu, kde dochází ke stimulované emisi elektronů. K buzení dochází buď svazkem elektronů, kam je řazen galiumarsenidový (GaAs) laser, kadmiumsulfidový (CdS) laser a kadmiumselenidový (CdSe) laser. Aktivní prostředí u takto buzených laserů je tvořeno blokem polovodičů. Druhou možností je buzení elektrickým proudem jako u GaAs laseru s polovodičem typu P-N. Názorné schéma je na obrázku 2-2 [31], [32].



Obr. 2-2 Schéma polovodičového laseru [41]



### 3 Příkladné materiály pro laserové navařování

Příkladné materiály jsou pořizovány buď ve formě prášku, který se v praxi používá častěji, nebo ve formě drátu, který se z důvodu horšího natavení používá méně. Existuje i varianta bočního podávání pasty, ale není příliš využívána. Příkladné materiály bývají nejčastěji na bázi kovových slitin a to především kobaltových, niklových a železných.

#### 3.1 Příkladné materiály ve formě prášku

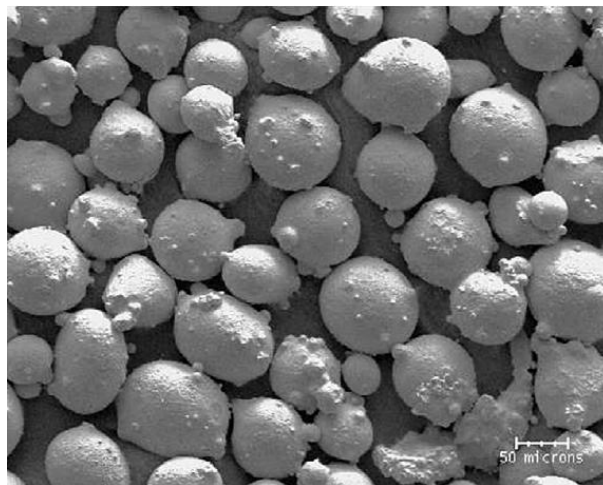
Většina uvedených prášků má granulovou morfologii. Do laserového paprsku jsou přiváděny buď koaxiální tryskou anebo bočním podáváním.

##### 3.1.1 Slitiny na bázi niklu

Tyto slitiny se vyznačují vysokoteplotní korozní odolností a odolností vůči kyselému prostředí. Teploty tání jsou v rozmezí 1310-1360 °C. Kromě dominantního podílu niklu, obsahují slitiny i chrom, molybden, železo a další. Podíl prvků ve směsi je závislý na účelu použití.

Průmyslové využití

Práškové slitiny na bázi niklu se v praxi využívají v ropném průmyslu pro svoji odolnost proti sirovodíku, pro komponenty vystavené účinkům mořské vody a mechanického namáhání. Dále se využívají v digestořích, odpařovačích a filtrech, kde přijdou do styku s kyselými plyny [12].



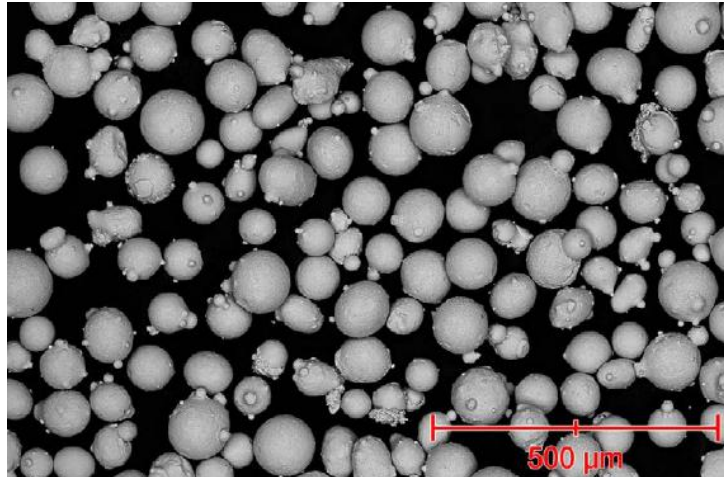
Obr. 3-1 Morfologie Ni slitin [12]

##### 3.1.2 Práškové slitiny na bázi kobaltu

Mezi hlavní přednosti těchto slitin patří odolnost proti opotřebení, korozi a relativně vysokým teplotám. Teploty tání jsou v rozmezí 1260-1435 °C. Hlavní prvek v této práškové slitině je kobalt, který tvoří 55-70 %. Druhý nejvíce zastoupený prvek je chrom, ten zaujímá přes 20 %. Důležitý prvek je molybden. Podle toho jsou rozdělány práškové slitiny na bázi kobaltu na dvě skupiny. A to na prášky s podílem molybdenu a bez něj. Díky molybdenu vzroste odolnost proti mezikrystalové korozi.

### Průmyslové využití

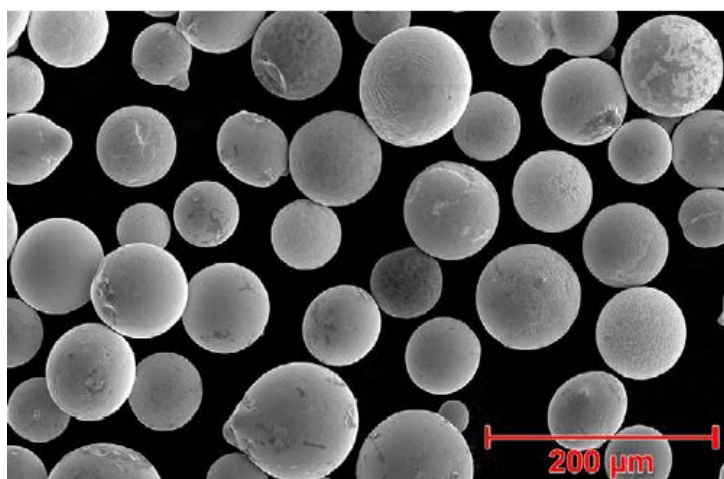
Navářené vrstvy slouží jako korozní a erozní ochrana při působení vysokých teplot. Návary zajišťují odolnost proti otěru a erozi způsobenou kavitací. Příkladem použití je například ventilové sedlo u motoru, lopatky kompresoru a pístní kroužky [13].



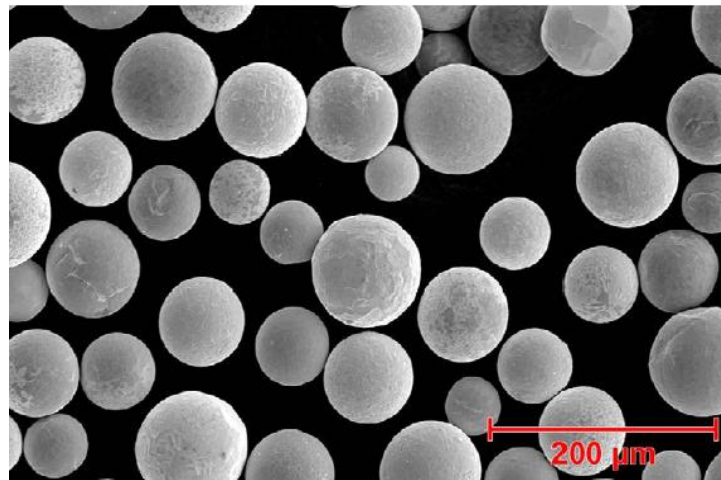
Obr. 3-2 Morfologie Co slitin [13]

### 3.1.3 Práškové slitiny na bázi karbidu wolframu

Díky karbidu wolframu se jedná o slitiny o vysoké tvrdosti 2700-3500 HV, proto se používají v případech, kdy je potřebné chránit součást proti opotřebení. Potřebná teplota tání pro legující prvky slitiny (např. nikl nebo chrom) je nižší 1100 °C, než u karbidu wolframu a proto se při navarování nerozpouští. Provozní teplota musí být menší než 500 °C. Existují slitiny čistě na bázi karbidu wolframu s jednotky procent uhlíku a dalších prvků. Nebo na bázi karbidu wolframu a niklové slitiny s chemickým složením okolo 60 % karbid wolframu a ze 40 % nikl, chrom, křemík, bor a uhlík [14].



Obr. 3-3 Morfologie WC-Ni slitin [14]



Obr. 3-4 Morfologie WC slitin [15]

#### Průmyslové využití

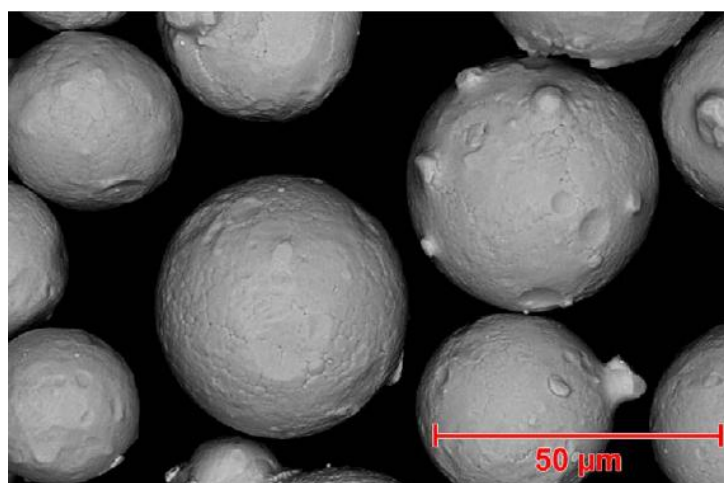
Vysoká odolnost proti erozivnímu namáhání těchto vrstev nachází uplatnění u nástrojů pro hlubinné vrty, jako jsou stabilizátory a vrtné trubky. Nacházejí se i v kalových pumpách konkrétně na impelleru [14], [15].

#### 3.1.4 Prášky na bázi austenitické oceli

Návar z této slitiny chrání základní materiál proti korozi a zvyšuje odolnost proti nárazu a tečení. Provozní teplota je pod hranicí 900 °C. V chemickém složení je nejvíce zastoupeným prvkem železo s cca 60 %, následují chrom a nikl, ty zaujmají okolo 17 % respektive 12 %. Dále se v prášku vyskytují v řádu jednotek procent prvky jako molybden, který zvyšuje odolnost proti mezikrystalové korozi, křemík a mangan. Ve stopovém množství je zastoupený i uhlík (0,03 %).

#### Průmyslové využití

Prášek z austenitické nerezové oceli má široké spektrum využití od těžkých pracovních strojů po lékařské implantáty. Využívá se na hřídele v lodní dopravě, v hydraulických čerpadlech a turbínách, kuchyňském vybavení i tiskárnách [16].



Obr. 3-5 Morfologie Fe slitin [16]

### **3.1.5 Prášek na bázi martenzitické oceli**

Martenzitický nerezový prášek obsahuje 17 % chromu a 2 % niklu. Jako jeden z mála, má nepravidelnou morfologii. Návar zajišťuje odolnost proti opotřebení a korozi při provozní teplotě do 540 °C.

#### Průmyslové využití

Návary s martenzitickou bází se používají na dosedací plochy ložisek, klikové hřídele, hydraulické a motorové písty nebo vložky válců. Další využití nachází při opravách poškozených dílů [26].

## 4 Elektronová mikroskopie

### 4.1 Úvod

Elektronové mikroskopy patří stejně jako lasery do významných objevů dvacátého století. První konstrukci transmisního elektronového mikroskopu představil tým na Vysoké škole technické v Berlíně, vedený Maxem Knollem a Ernstem Ruskou v roce 1932 a prezentovali i první elektromikroskopický snímek bakterie (...). První komerční skenovací (rastrový) elektronický mikroskop představila firma Cambridge Scientific Instrument v roce 1965 [7].

Elektronové mikroskopy (SEM, TEM) jsou díky svému zvětšení a rozlišení tím nejlepším, s čím je možno se mezi mikroskopy setkat. Na rozdíl od nejrozšířenějších světelných mikroskopů, které k zobrazení využívají světelných paprsků, v elektronové mikroskopii je využíváno k zobrazení proudu elektronů. Transmisní elektronový mikroskop (zkráceně TEM), je prvním mikroskopem, na kterém byl spatřen atom.

Elektronové mikroskopy dávají obrovské možnosti k analýze a výzkumu nejrůznějších materiálů a vzorků, přesto nejsou moc rozšířeny, a to hlavně kvůli jejich vysoké pořizovací ceně. Nejčastěji se s elektronovými mikroskopy setkáme ve zdravotnictví, materiálovém výzkumu nebo v chemickém průmyslu.

V této kapitole bude věnována pozornost hlavně konstrukčnímu provedení elektronových mikroskopů. Kromě toho se bude kapitola věnovat rozdělení elektronové mikroskopie na skenovací a transmisní mikroskopii. Základním rozdílem mezi těmito mikroskopy a fyzikálním zákonitostem elektronového svazku.

#### 4.1.1 De Broglieho hypotéza

Díky této hypotéze, která umožňuje vypočítat vlnovou délku elektronů, mohla vzniknout elektronová mikroskopie, ve které pohybující se elektrony mají vlnovou povahu. Louis de Broglie byl francouzský fyzik, který v roce 1924 přišel s tvrzením, že částice (např. elektrony) se mohou chovat současně jako vlna. Proto je možné každou částici charakterizovat fyzikálními veličinami hybnost, energie, frekvence  $f$  a vlnová délka  $\lambda$ . V následující části je De Broglieho hypotéza odvozena.

Hybnost fotonu elektromagnetického záření o frekvenci  $f$  je  $p = \frac{hf}{c} = \frac{h}{\lambda}$ , (3)

kde  $p$  je hybnost,  $h$  je Planckova konstanta a  $\lambda$  je vlnová délka. Vlnová délka je  $\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv}$ , kde  $m$  je klidová hmotnost a  $v$  je rychlost. Urychlovací napětí  $U$  dodá elektronu s nábojem  $e$  kinetickou energii  $E_k = \frac{1}{2}m_e v^2 = eU$ . Rychlost elektronu bude  $v = \sqrt{\frac{2eU}{m_e}}$ .

Vlnová délka de Broglieho vlny je  $\lambda = \frac{h}{\sqrt{2eUm_e}}$ .

### 4.2 Druhy mikroskopů

#### 4.2.1 Transmisní elektronový mikroskop (TEM)

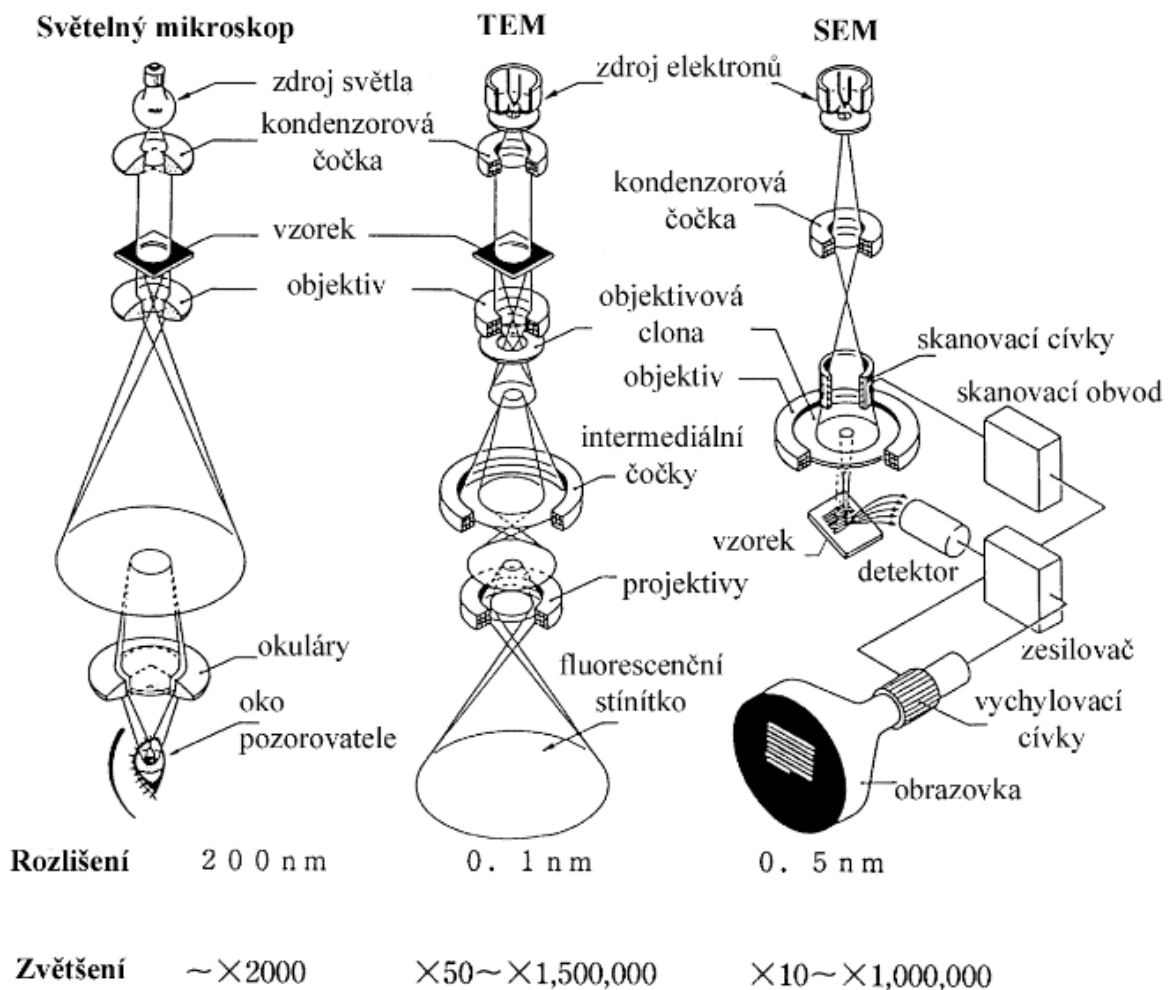
Prvním typem elektronového mikroskopu je transmisní, též prozařovací mikroskop. Ten je určený pro pozorování vzorků do 100 nm tloušťky. Nejčastější urychlovací napětí je 100 až 400 kV. Existují však i mikroskopy s urychlovacím napětím 1-3 MV. Rozlišovací schopnost je v desetinách nm.

Svazek elektronů u transmisních mikroskopů prochází vzorkem a jeho obraz je zobrazován na fluorescenčním stínítku nebo na fotografické desce [9], [10].

#### 4.2.2 Skenovací elektronový mikroskop (SEM)

Druhý typ elektronového mikroskopu je skenovací elektronový mikroskop, který je označován také jako řádkovací nebo rastrovací. Povrch vzorku je ve skenovacím elektronovém mikroskopu zobrazován díky odraženým nebo sekundárním elektronům. Tento způsob zobrazení je považován za nepřímou metodu.

Při vzájemném působení elektronového svazku a povrchu vzorku, lze s pomocí detektoru EDS určit jeho prvkové složení [10].



Obr. 4-1 Schéma světelného a elektronových mikroskopů [22]

### 4.3 Konstrukce elektronového mikroskopu

#### 4.3.1 Tubus elektronového mikroskopu

Všechny nepostradatelné části sloužící k zobrazení zvětšeného obrazu pozorovaného preparátu se nachází v tubusu elektronového mikroskopu. Některé z nich, ačkoliv v jiném provedení, najdeme i v klasickém světelném mikroskopu (např. čočku). Mnoho zařízení a částí elektronového mikroskopu, jsou ovšem oproti světelnému mikroskopu odlišná (např. elektronová tryska a vakuový systém).

### 4.3.2 Vakuový systém

Elektronový svazek vyslaný tryskou na vzorek nesmí přijít do styku s molekulami vzduchu, jako jsou  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CO_2$  a uhlovodíky, se kterými by se mohl srazit, a které by kontaminovaly vzorek. Ve vakuu musí pracovat i elektronová tryska, u které hrozí elektrický výboj mezi její katodou a anodou, na základě špatných izolačních vlastností vzduchu.

Pracovní vakuum je u elektronových mikroskopů minimálně  $10^{-3}$  Pa. Největší stupeň vakua, které je nazýváno extra vysoké má hodnotu okolo  $10^{-10}$  Pa. K dosažení určitého stupně vakua slouží vývěvy.

Vývěv je v mikroskopu zpravidla několik a jsou řazeny do série. Jako první začíná pracovat rotační olejová vývěva. Ta přečerpá zavzdušněný vnitřek mikroskopu nebo odvodušňí komůrku s preparátem. Rotační vývěvy sníží tlak asi na  $10^{-1}$  Pa.

Poté se spustí difúzní vývěva, ve které se začne ohřívát a později i vypařovat minerální olej, který má nízký tlak par. Díky cirkulaci oleje se tlak sníží na  $10^{-3}$  Pa.

Další vývěvou je iontová vývěva, která znovu sníží tlak až na  $10^{-7}$  Pa. Iontová vývěva zajišťuje vakuum v prostoru elektronové trysky. Dalšími typy vývěv jsou membránové a turbomolekulární vývěvy [8], [9].

### 4.3.3 Elektronové Trysky

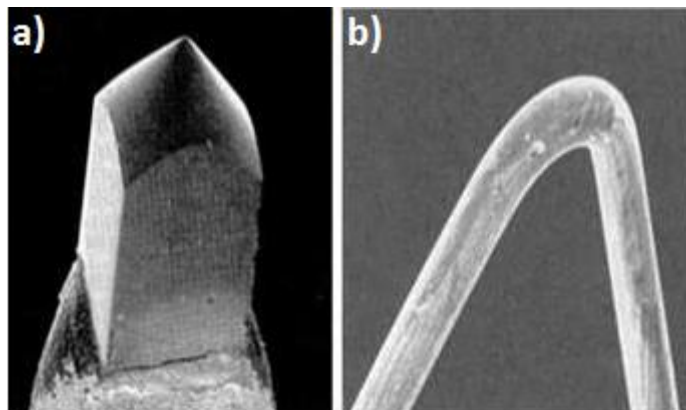
Elektronové trysky souží, jak už název napovídá, jako zdroj elektronů. Ty jsou získávány z atomů tím, že je dodána větší energii než je výstupní energie elektronu  $E_v$ . A právě podle způsobu dodání energie elektronu jsou děleny trysky na termoemisní a autoemisní.

#### a) Termoemisní elektronové trysky

Získání elektronů termoemisí je nejpoužívanější způsob. Tyto trysky se skládají z vlákna (katody), záporně polarizovaného Wehneltova válce a uzemněné anody.

Termoemisní katodu tvoří nejčastěji wolframový drát o průměru cca 0,1 mm. Ke zvýšení emise elektronů má drát tvar písmene „V“. Wolfram se jako materiál katody používá pro svou nízkou výstupní energii ( $E_v = 4,5$  eV). Další pozitivní vlastností je vysoký bod tání (3653 K), a schopnost pracovat i při nízkém stupni vakua.

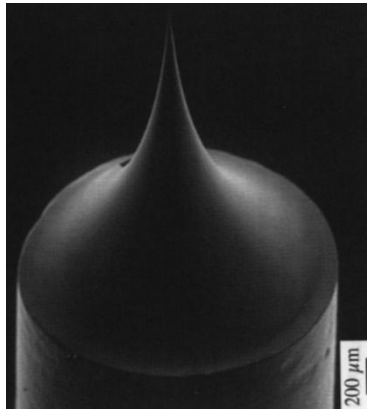
Kromě wolframu se katoda vyrábí z hexaboridu lanthalu ( $LaB_6$ ). Ten má oproti wolframu nižší výstupní energii (2,4 eV) a desetkrát vyšší emisi elektronů, je však finančně nákladnější [8], [9].



Obr. 4-2 Katoda z  $LaB_6$  (a) a wolframová (b) [23]

#### b) Autoemisní elektronové trysky

Autoemisní elektronová tryska (field emission gun – FEG) má hrotovou katodu z monokrystalu wolframu. Poloměr křivosti hrotu je 50 až 100 nm. K emisi elektronů dochází tunelovým jevem za působení silného elektrického pole ( $E_A \sim 2 \text{ kV}$ ) na extrakční anodě. V blízkosti hrotu je velmi vysoká intenzita elektrického pole ( $10^9 \text{ V} \cdot \text{m}^{-1}$ ) [9].



Obr. 4-3 Autoemisní katoda [25]

#### c) Schottkyho katoda

Další variantou zdroje elektronů je Schottkyho katoda, která je částí Schottkyho emisního zdroje. Ten má v porovnání s termoemisními zdroji delší životnost, kompaktnější rozměry a větší intenzitu elektronového svazku. Hlavním důvodem používání tohoto zdroje je stabilita proudu elektronového svazku. Kromě toho k získání stejné emise elektronů potřebuje Schottkyho katoda nižší elektrické pole v porovnání s jinými elektronovými tryskami. Tento zdroj se nejvíce používá v SEM [7].



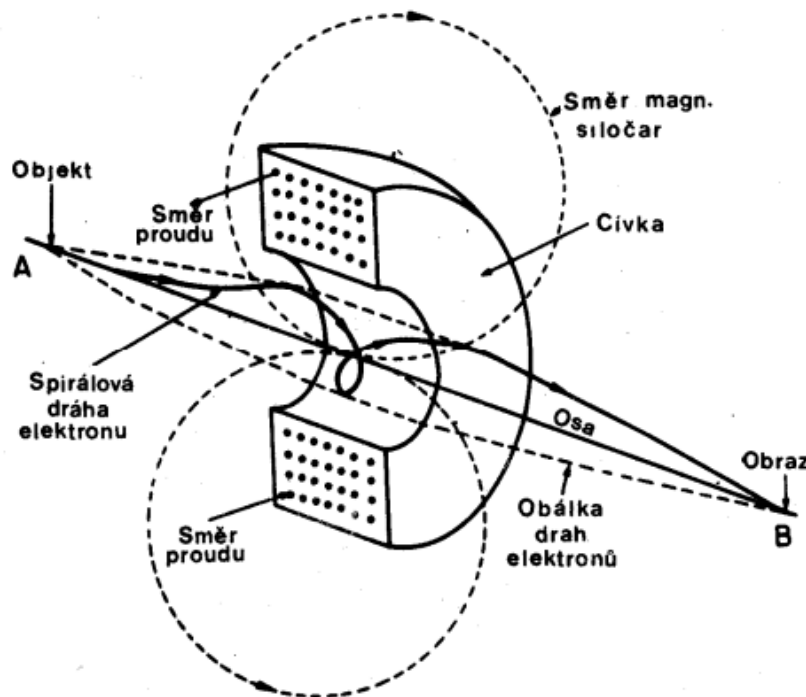
Obr. 4-4 Schottkyho katoda [23]

#### 4.3.4 Magnetické čočky

Elektrony mohou být fokusovány elektrostatickými nebo magnetickými čočkami. V elektronových mikroskopech jsou používány nejčastěji čočky magnetické, protože vykazují menší zobrazovací vady. Magnetická čočka je krátká cívka s kruhovými závity z měděného drátu a pólovými nástavci z magneticky měkkého železa [9].



V cívce vzniká magnetické pole, které není dokonale homogenní. To vede ke vzniku aberací. Elektron při průletu čočkou rotuje kolem osy a vytváří spirálovitou trajektorii. Po vystoupení z magnetického pole čočky je opět vrácen na původní trajektorii. Průlet elektronu přes čočku je zobrazen na obrázku 5-5.



Obr. 4-5 Průchod elektronu magnetickou čočkou [24]

Fokusační účinek magnetické čočky je určován podle Lorentzovy síly:

$$F = -e(v \times B), \quad (4)$$

kde:

$e$  je elektron,

$v$  je rychlost elektronu,

$B$  je magnetická indukce.

#### 4.3.5 Zobrazovací vady

##### a) Sférická vada u elektromagnetické čočky

Elektrony vyslané z bodového zdroje do čočky, by se měly sbíhat do jednoho bodu. U sférické vady tomu ale tak není a elektrony, které procházejí čočkou dále od její osy, jsou fokusovány blíže k čočce než ostatní. Tuto vadu je možné eliminovat pomocí rozptylky [8], [9].

##### b) Chromatická vada

V důsledku rozdílných energií elektronů ve svazku mají elektrony s nižší rychlostí větší vlnovou délku než ty, které se pohybují s rychlostí vyšší. Tento rozdíl způsobuje jiné

vychýlení v magnetickém poli cívky a tedy i jiné místo protnutí osy cívky, než u rychlejších elektronů. Obecně platí, že dráha rychlejších elektronů je méně ovlivněna magnetickým polem čočky. Stabilizováním urychlovacího napětí mikroskopu tuto vadu lze odstranit [8], [9].

#### c) Osový astigmatismus

Jedná se o vadu způsobenou nesymetričností elektronového svazku a magnetického pole, které svazek definuje. V důsledku této asymetrie mají svazky různé ohnisko. Ke korekcím astigmatismu se využívá přídavné magnetické pole [8], [9].

### 4.3.6 Objektiv

Nepostradatelnou částí každého mikroskopu je objektiv. U elektronových mikroskopů je tvořen nejčastěji jednou elektromagnetickou čočkou. Funkcí objektivu je vytvářet obraz. Důležitou vlastností objektivu je jeho rozlišovací schopnost. Ta je klíčová při velkých zvětšeních. Maximální zvětšení, kterého je možné dosáhnout u TEM je až 100 násobné [8], [9].

### 4.3.7 Projektiv

Projektiv tvoří až čtyři elektromagnetické čočky. Úkolem projektivu je „promítnout“ obraz na stínítko [8].

### 4.3.8 Clony

Clony slouží k vymezení svazku elektronů a oblasti na pozorovaném vzorku. Mezi nejpoužívanější clony patří clony objektivu, kondenzoru a selekční. Rozměry clon u elektronových mikroskopů jsou v řádech mikrometrů, výjimkou jsou clony proti RTG záření, ty jsou silné i několik milimetrů.

### 4.3.9 Stínítko

Slouží k převedení informací ze svazku elektronů do podoby, kterou je lidské oko schopné zachytit. Stínítko je pokryté vrstvou ZnS. Podle energie dopadajících elektronů produkuje světlo o intenzitě závislé na energii elektronů [8], [9].

### 4.3.10 Záznam obrazu

Nejdříve se k zaznamenávání obrazu používaly fotografické negativy. Od konce minulého století se k negativům přidaly digitální desky a CCD kamery, které se stále vylepšují. V dnešní době se kvůli rychlosti zobrazování a dobré kvalitě nejvíce používají CCD kamery.

#### a) Fotografické negativy

I v dnešní době se v některých laboratořích stále používají fotografické negativy. Hlavním důvodem pro jejich použití je vysoké rozlišení, kterého zatím u kamer není dosaženo. Při pořizování negativů je nutné počítat s časovou prodlevou při vyvolávání [9].

#### b) Digitální desky

Digitální desky (imaging plates) se zasouvají stejně jako negativy do běžných držáků fotografické kazety mikroskopu. Namísto chemického vyvolávání je latentní obraz digitální

desky přečten a registrován speciální čtečkou. Poté je deska vymazána expozicí ve viditelném světle [9].

#### c) CCD kamera

CCD kamera (charge coupled device) pro registraci elektronů se skládá ze scintilátoru YAG (yttrium aluminium garnet – yttrilo-hlinitý granát,  $Y_3Al_5O_{12}$ ) spojeného s polem polovodičových prvků (fototranzistorů). Každý prvek představuje jeden pixel obrazu [9].

Nespornou výhodou CCD kamer je možnost pozorování živého obrazu vzorku. Nevýhodou je vysoká pořizovací cena (1000 – 30000 \$) [8], [9].

## 5 Úvod do experimentální části

Náplní a cílem experimentálního programu bakalářské práce bylo zhodnotit možnosti využití elektronové mikroskopie (SEM) u laserem navařených vrstev Inconelu 625 na ocelový substrát S355J2 (dle ČSN 41 1531).

Při laserovém navařování velice záleží na zvoleném přídavném materiálu a parametrech, za kterých je tento přídavný materiál navařován. Proto v praxi není výjimkou, že navařená vrstva nesplňuje deklarované vlastnosti v plné výši. Vliv na snížení kvality návaru má, jako jeden z hlavních vlivů, velké promíšení. Zavedením elektronové mikroskopie jako kontrolního prvku ve vývoji při laserovém navařování lze těmto případným komplikacím předejít.

Velký potenciál nejen při kontrole, ale i při výzkumu nových navařovaných materiálů, má elektronová mikroskopie. V případě společnosti MATEX PM s.r.o., byl použit skenovací elektronový mikroskop Tescan VEGA3 LM s detektorem EDS od firmy Bruker, díky němuž lze hodnotit chemické složení vybraných oblastí, určit promíšení laserového návaru se substrátem a z metalografického řezu pak zpětně posoudit nastavení procesních parametrů při laserovém navařování.

Pro zviditelnění struktury byly vzorky leptány ve směsi kyseliny dusičné a metylalkoholu (Nital 3 %) a směsi kyseliny chlorovodíkové, chloridu železitého, tetrachloroměďnatanu diamonného, destilované vody a metylalkoholu (Adler).

### 5.1 Popis zařízení

#### 5.1.1 HPDD Laser LDF 600-3300

V experimentálním programu byl pro navařování použit polovodičový HPDD laser. Ty jsou v praxi pro laserové navařování nejčastěji používané a nahrazují CO<sub>2</sub> lasery. Princip fungování HPDD laseru je blíže popsán v následujícím odstavci.

U HPDD (High Power Direct Diode) laseru je paprsek vytvářen přímou transformací elektrické energie na světelnou. Princip transformace energie je stejný jako u běžně používaných laserových diod. K dosažení vysokého výkonu jsou jednotlivé laserové diody seskupeny do modulů. Vycházející laserové záření je pak usměrňováno jednou fokusační čočkou. Vlnová délka záření je závislá na typu použitého P-N přechodu diody [33]. U laseru LDF 600-3300 je vlnová délka v rozsahu 900–1070 nm. Maximální výkon laseru dosahuje 20 kW. Kromě navařování je vhodný i pro svařování, pájení nebo tepelné zpracování [41].

Při samotném navařování je nutné definovat procesní parametry, za kterých bude navařování probíhat. Ty nejdůležitější jsou uvedeny v tabulce 6.4. Parametry navařování byly voleny rozdílně, tak aby bylo možné sledovat odlišnosti v promíšení návarů a substrátu.

Parametry navařování							
Vzorek	A	B	C	D	E	F	G
Výkon [W]	3500	3500	3800	3350	3000	3500	3500
Posuv [m/min]	0,5	0,4	0,5	0,4	0,4	0,5	0,4
Překryv [mm]	3,7	3,7	3,7	3	3	3,7	3
Prášek [rpm]	50	50	50	26	26	40	26

Tab. 5.1 Parametry navařování Inconelu 625

Kde:

výkon...[W] – je výkon laserového paprsku,

posuv...[m/min] – rychlost posuvu trysky,

překryv...[mm] – hodnota překryvu jednotlivých housenek,

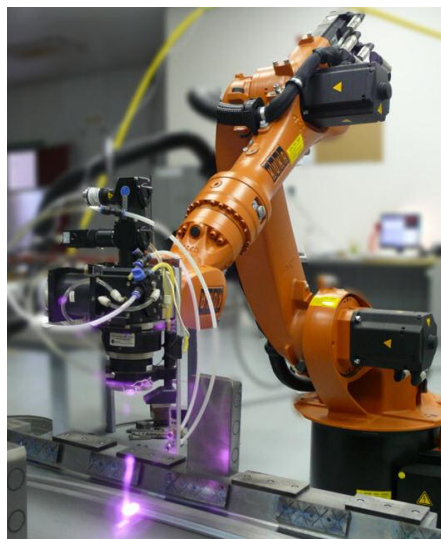
prášek...[rpm] – rychlost podávání přídavného materiálu.

### 5.1.2 Mikroskop Tescan VEGA3 LM

Pro hodnocení laserem navařených vrstev, byl použit skenovací elektronový mikroskop (SEM) od firmy Tescan. Přesněji se jedná o sérii VEGA třetí generace, s komorou typu LM (kde L označuje velikost a M značí motorizovaný manipulátor). S manipulátorem je možno pohybovat v pěti osách. Mikroskop je vybaven elektronovým dělem s katodou LaB<sub>6</sub>, která má oproti wolframové katodě vyšší proud elektronů při nižších teplotách, díky čemuž je dosaženo většího jasů. Urychlovací napětí pro emitaci elektronů se pohybuje v rozmezí 200 V až 30 kV. Při využití maximálního urychlovacího napětí, katody LaB<sub>6</sub> a vysokého stupně vakua ( $< 9 \times 10^{-3}$  Pa) má mikroskop rozlišovací schopnost až 2 nm. Zvětšení při ideálních podmínkách a správně připraveném vzorku může být až 1 000 000 x. Mikroskop je mimo jiné vybaven detektory sekundárních elektronů (v originále secondary electrons) a zpětně odražených elektronů (back scattered electrons). Oba detektory jsou opatřeny YAG krystalem [42].



Obr. 5-1 mikroskop Tescan VEGA3 LM [44]



Obr. 5-2 Ukázka HPDD laseru s průmyslovým robotem Kuka KR 16 [45]

## 5.2 Experimentální materiál

### 5.2.1 Substrát S355J2

V experimentálním programu byla zvolena jako základní materiál ocel s označením S355J2, podle ČSN 41 1503. Jde o konstrukční uhlíkovou nelegovanou jakostní ocel válcovanou za tepla. Mezi hlavní výhody této oceli patří vhodnost pro svařování a nízká cena (ta se u polotovarů pohybuje v závislosti na dodavateli v rozmezí 20-30 Kč/kg). Materiál je vhodný pro svařované konstrukce se statickým i dynamickým namáháním, pro součásti energetického zařízení a tlakových nádob, na výrobu ohýbaných profilů a trubek a dále pro různé drobné tvářené a svařované součásti [37].

Chemické složení oceli S355J2						
Prvek	Fe	C	Si	Mn	P	S
Max. hm. %	Báze	0,20	0,55	1,6	0,035	0,045

Tab. 5.2 Chemické složení oceli S355J2 [8]

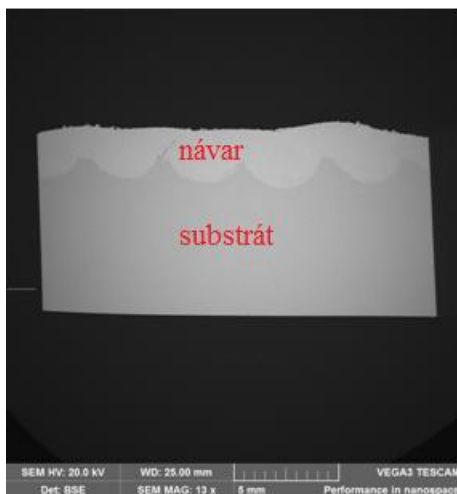


Obr. 5-3 Feriticko – perlitická struktura oceli S355J2, vzorek A, leptáno Nital 3 %, zvětšeno 100x, světelný mikroskop

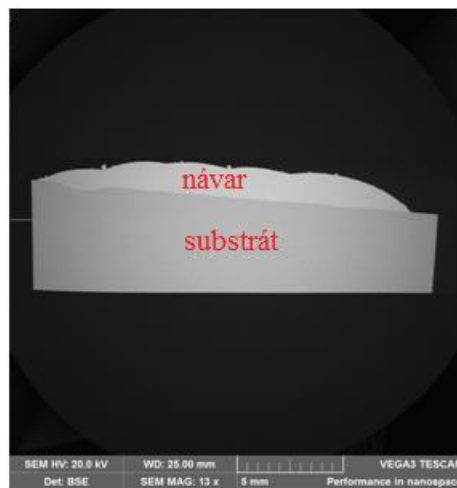


Obr. 5-4 Feriticko – perlitická struktura oceli S355J2, vzorek C, leptáno Nital 3 %, zvětšeno 500x, světelný mikroskop

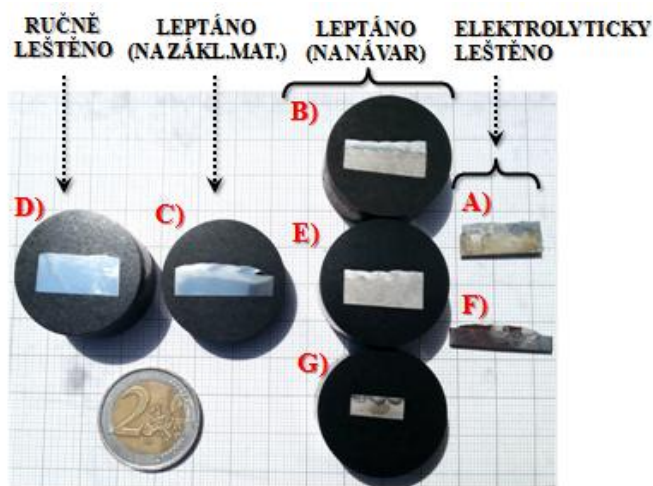
Před procesem navařování bylo potřeba z polotovaru o rozměrech 150x40x1000 mm nejprve uříznout pomocí metalografické pily (typ Struers Discotom 6) 4 kusy o rozměrech 150x100x40 mm. Ty byly zbrušeny na ploše 150x100 mm. Poté byl zbrušný povrch na odebraných kusech odmaštěn pomocí metylalkoholu. Za pomoci laserové technologie aplikované při různých technických parametrech (výkon, rychlost pohybu robotického ramena, rychlost podávání prášku) byly vytvořeny návary kovového prášku Inconel 625 na zmiňovaný substrát S355J2. Poté bylo z nařezaných kusů odebráno 7 vzorků v příčném a podélném směru na směr navařování viz obr. 5-5, 5-6. Vzorky byly zalisovány do dentakrylové hmoty a následně zbrušeny na automatické brusce i leštičce Tegramin 20. Po zbrúšení vzorků následovaly různé postupy leštění a leptání pro vyvolání mikrostruktury pomocí leptadel Nital 3 % a Adler, jak je patrné z obrázku 6-7. Poslední úpravou, před jejich pozorováním, bylo odmaštění povrchu metylalkoholem [47].



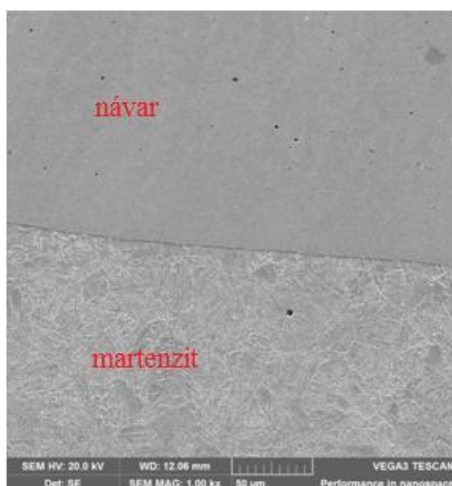
Obr. 5-5 vzorek D po navařování, promíšení  
D = 100 %, zvětšeno 13x, příčný řez



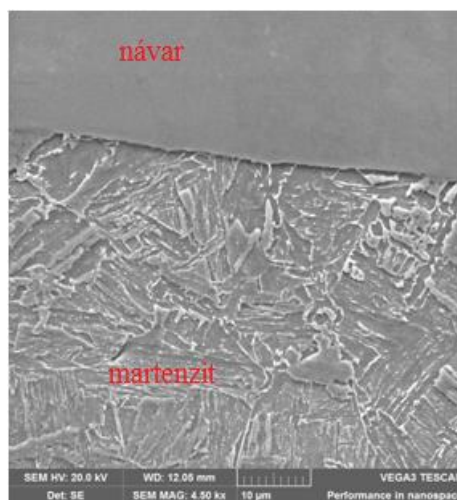
Obr. 5-6 vzorek C po navařování, promíšení  
D = < 5 % zvětšeno 13x, podélný řez



Obr. 5-7 odebrané a připravené vzorky, po leštění a leptání



Obr. 5-8 Znárodnění martenzické struktury  
oceli S355J2 s viditelnou hranicí ztavení na  
rozhraní mezi návarom a oblastí martenzitu,  
vzorek C, leptáno Nital 3 %, zvětšeno 1000x



Obr. 5-9 detail martenzické struktury u  
vzorku C s viditelnou hranicí ztavení, leptáno  
Nital 3 %, zvětšeno 4500x

Na dvou vzorcích odebraných ze substrátu bylo provedeno měření tvrdost dle Vickerse (ČSN 42 0374) při zatížení 100 N.

S355J2	Tvrdost HV 10
Příčný řez, vzorek D	181±25
Podélný řez, vzorek C	186±16

Tab. 5.3 měření tvrdosti

### 5.2.2 Přídavný materiál Inconel 625

Jako navařovaný materiál byla pro experimentální program zvolena slitina na bázi niklu Inconel 625. Kromě niklu obsahuje tato slitina další dva zásadní prvky, které určují její vlastnosti, a to jsou chrom a molybden.

Navařování bylo provedeno v podélném směru na ploše 100x150 mm. Cena prášku není zanedbatelná, při objednání malého množství (balení po 4 kg) se cena za jeden kilogram blíží 1400 Kč. Přídavný materiál byl zakoupen u firmy EuTroLoy. Detailní chemické složení je popsáno v Tab. 5.4.

Paramagnetická slitina Inconel 625 se díky své nikl-chromové matici s obsaženým molybdenem vyznačuje svojí odolností vůči korozi (hlavně bodová a šterbinová), nebo odolností proti koroznímu praskání. Dále chrání povrch proti účinkům oxidace i při vysokých teplotách (okolo 900 °C). V neposlední řadě je rezistentní ke kyselině dusičné, sírové, fosforečné a chlorovodíkové. Slitina kromě tří nejvíce zastoupených prvků, které jsou zde uvedeny, obsahuje i niob. Ten spolu s molybdenem zajišťuje pevnost a houževnatost slitiny i při vysokých teplotách [34], [35], [36].

Inconel 625						
Prvek	Ni	Cr	Mo	Fe	Nb	C
Hmot. %	Báze	21	9	3	3	0,05

Tab. 5.4 Chemické složení Inconelu 625 deklarované výrobcem [43]

Díky svým vlastnostem se navařování ze slitiny Inconel 625 používají na povrchy namáhaných komponentů, které jsou vystaveny účinkům mořské vody, dále u komponentů využívaných při těžbě ropy a zemního plynu. Využití najde i u součástí vystavených vysokým teplotám, kde plní funkci tepelného štítu, dále na strojních dílech používaných v prostředí s výskytem kyselin [34], [35].

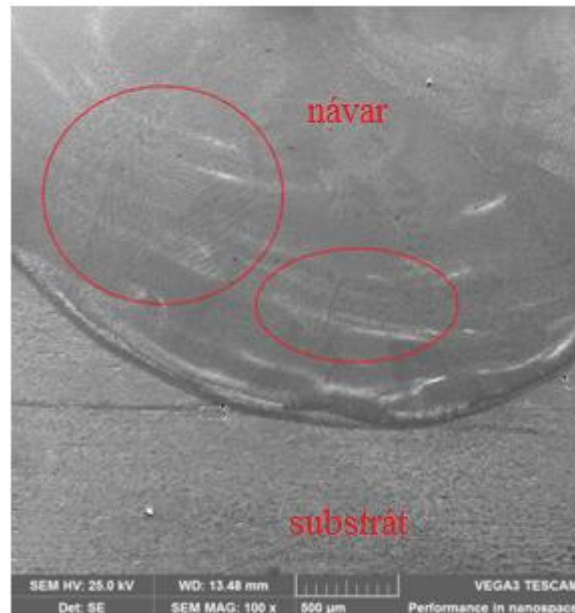


### 5.3 Marangoniho proudění

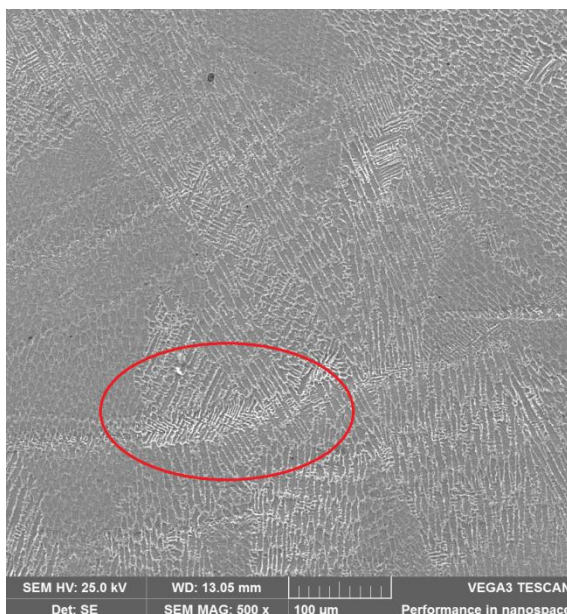
Po naleptání navařených vrstev pomocí leptadla Adler s příměsí metylalkoholu, které jsou zobrazeny na obr. 5-10 až 5-13, jsou jasně patrné oblasti s rozdílným chemickým složením. Ty představují důsledek Marangoniho proudění, které probíhalo při tuhnutí návaru. Toto proudění základního a navařovaného materiálu má, kromě jiných vlivů (difúze a působení ochranného plynu), vliv na promíšení v navařované vrstvě.



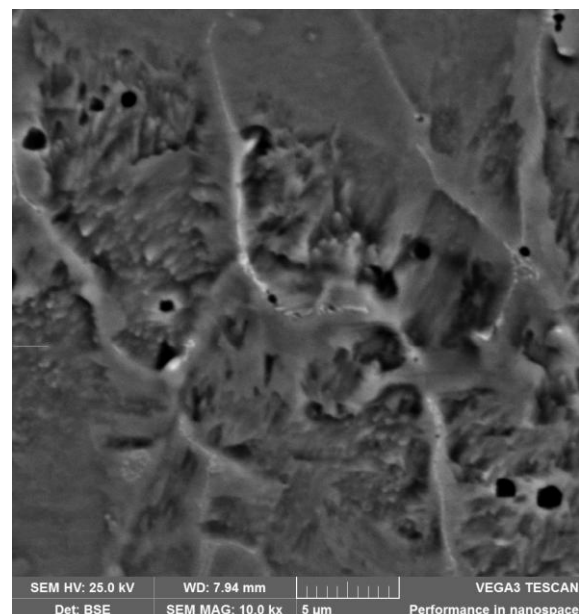
Obr. 5-10 Oblast s rozdílným chemickým složením v návaru, vzorek G, leptáno Adler, zvětšeno 80x



Obr. 5-11 Oblasti s rozdílným chemickým složením v návaru, vzorek E, leptáno Adler, zvětšeno 100x



Obr. 5-12 Detailní snímek s dendritickou strukturou návaru Inconel 625, vzorek E, leptáno Adler, zvětšeno 500x



Obr. 5-13 detailní snímek dendritické struktury návaru Inconel 625, vzorek G, leptáno Adler, zvětšeno 10 000x

Marangoniho proudění vzniká na fázovém rozhraní dvou kapalin nebo kapaliny a plynu. Proudění na mezifázovém rozhraní je způsobeno rozdílným povrchovým napětím, v tomto případě kapalin. Díky rozdílnému gradientu povrchového napětí je vyvolán pohyb kapaliny z míst s nižším povrchovým napětím do míst s vyšším povrchovým napětím. Rozdílné povrchové napětí u kapalin je nejčastěji způsobeno rozdílnou teplotou, kdy se vzrůstající teplotou povrchové napětí klesá, nebo rozdílnou koncentrací kapalin (při vypařování jedné ze složek) [38].

## 5.4 Metody výzkumu

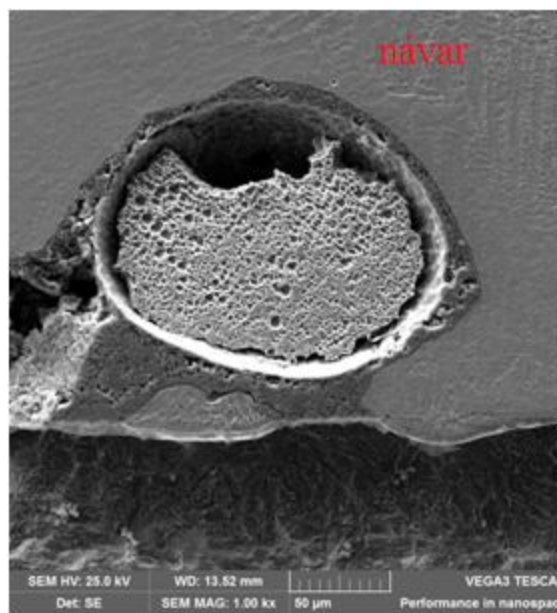
### 5.4.1 Energo disperzní spektrometrie

Pro detailní zmapování prvkového složení vzorku byl použit detektor energo disperzní spektrometrie (EDS). Tento detektor je používán ve spojitosti s řádkovacím elektronovým mikroskopem. Jeho funkcí je změřit rentgenové záření vyzařovaných elektronů ze vzorku.

To je vyvolané dopadem primárního elektronu na elektron ležící na vnitřním orbitalu prvku, kde je tento elektron vyražen a poté nahrazen elektronem z vyšší slupky. Při tomto procesu přemístění elektronů na orbitalech se uvolní (vyzáří) rentgenový paprsek. Každý prvek má jinou energii rentgenového záření a podle typu a kvanta rentgenového záření je určen typ a množství prvku ve vzorku [39].



Obr. 5-14 vzorek B, leptáno Nital 3 %, zvětšeno 100x

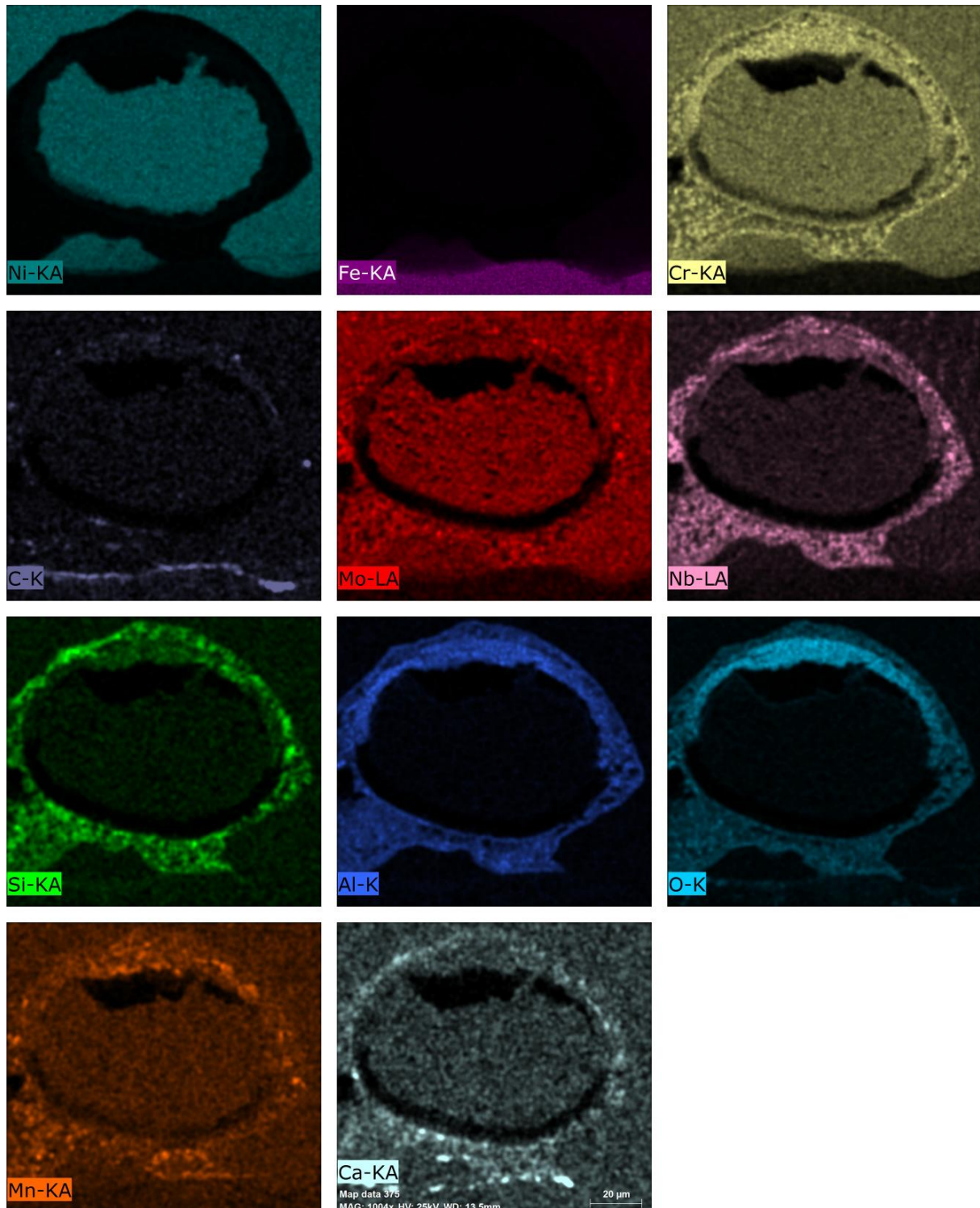


Obr. 5-15 vzorek B, leptáno Nital 3 %, zvětšeno 1000x

Na vzorku B, který reprezentuje obrázek 5-14 a 5-15 byla provedena jedna z analýz EDS, tzv. „mapping“. Díky němu lze detailně zjistit prvkové rozložení zkoumané oblasti, v tomto případě cizí částice vzniklé při navařování (viz. obr. 5-16).

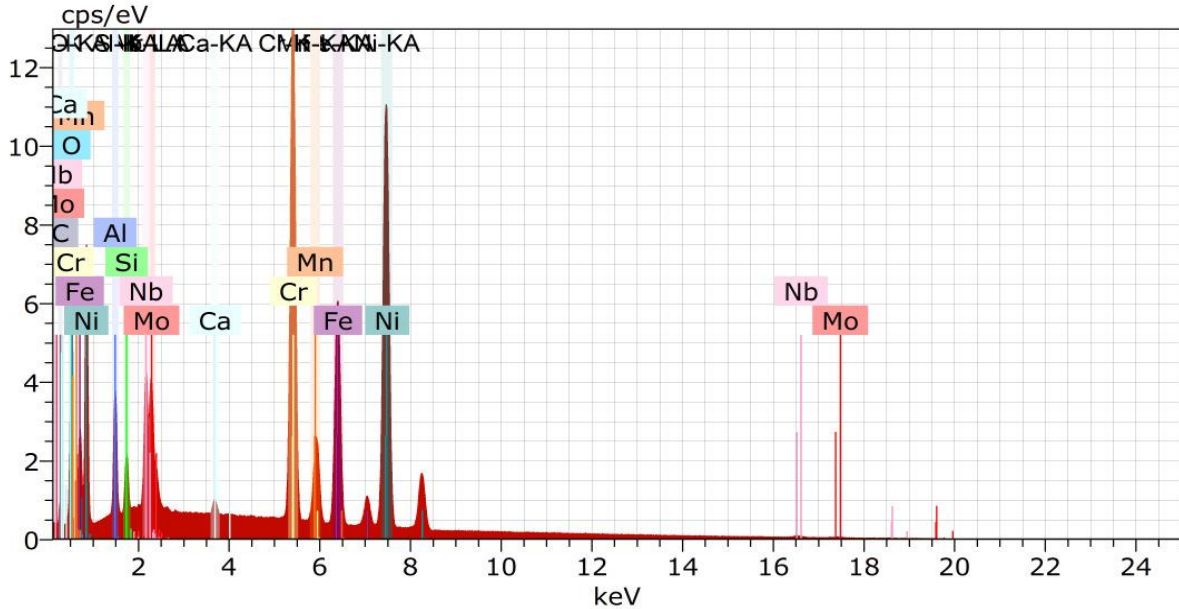
Na obrázku jsou jednotlivým prvkům přiřazeny barvy. Díky barevnému rozlišení lze rozpoznat rozmístění jednotlivých prvků ve zkoumané oblasti. Z rozmístění jednotlivých prvků lze odvodit, které prvky vytvořily společnou fázi.

Vyhodnocení mappingu a i dalších analýz, které byly použity při zkoumání navařovaných vrstev, bylo provedeno v softwaru Bruker Esprit 1.9.

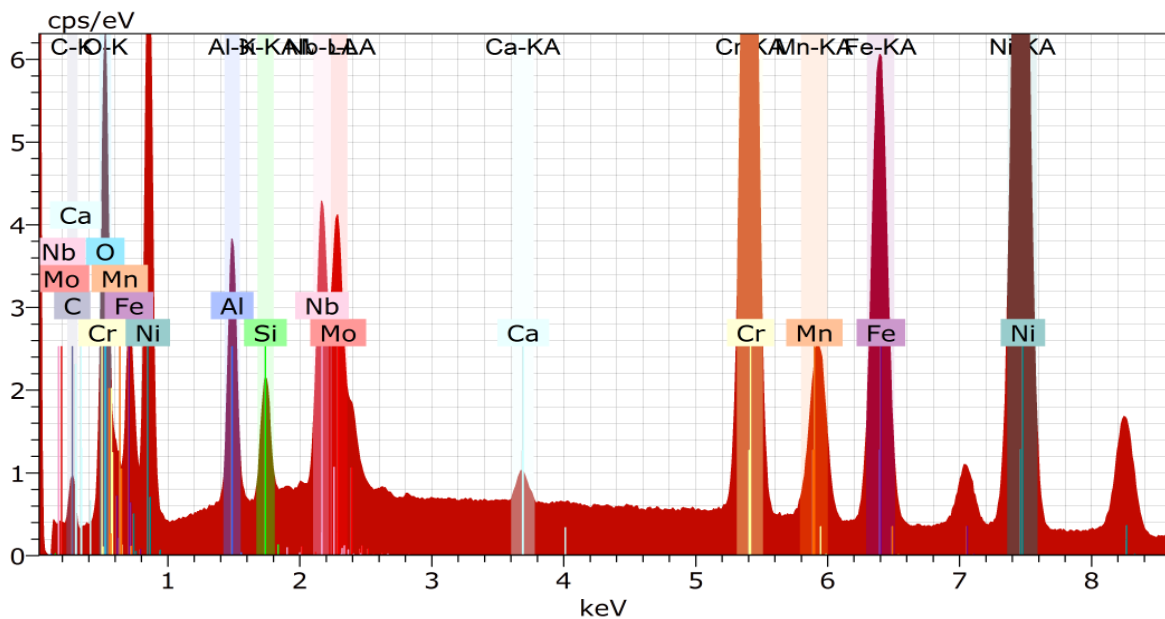


Obr. 5-16 Mapa výskytu jednotlivých prvků

Na obrázku 5-17 a 5-18 je zobrazeno výsledné spektrum prvků obsažených v cizí částici. Na ose x je znázorněna energie v elektronvoltech [eV]. Osa y znázorňuje sílu signálu, počet impulsů za vteřinu na elektronvolt [cps/eV].



Obr. 5-17 Výsledné spektrum prvků



Obr. 5-18 Detail výsledného spektra prvků

Orientační kvantifikace spektra	
Prvek	Hmot. %
Ni	30,49
Fe	10,84
Cr	17,03
C	(4,79)
Mo	3,54
Nb	5,80
Si	0,83
Al	2,97
O	(12,36)
Mn	0,99
Ca	0,39
Celkem	90,03

Tab. 5.5 Chemické složení cizí částice

V tabulce 5.5 je znázorněno chemické složení cizí částice. Podle zastoupení jednotlivých prvků lze říci, že se jedná o kovovou cizí částici s majoritním zastoupením niklu. Tato cizí částice vznikla díky nedokonalému rozpuštění legujících přísad.

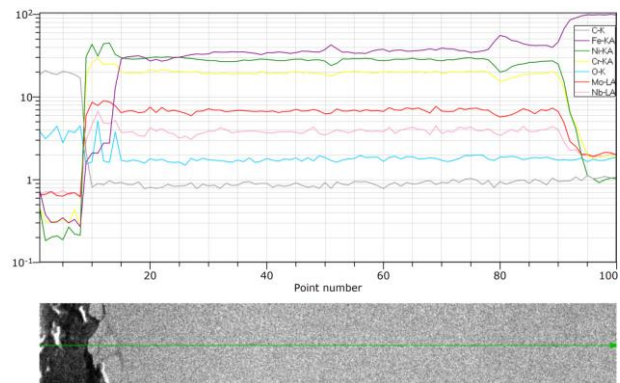
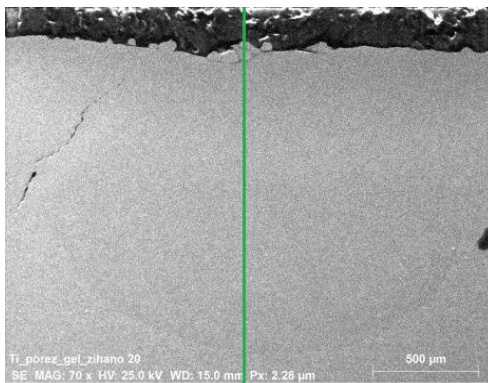
Na přesnost měření chemického složení cizí částice pomocí EDS mělo vliv mnoho ovlivňujících faktorů. Počínaje kontaminací povrchu vzorku alkoholem při jeho čištění nebo kontaminací okolním prostředím. Proto u prvků jako je uhlík a kyslík dochází ke zkreslení skutečných hodnot. Dalším faktorem ovlivňující přesnost měření, mohl být proud elektronového svazku. Ten při své nižší nebo vyšší než optimální hodnotě může zkreslit identifikaci a kvantifikaci prvků.

Proto se u této analýzy bere jako správný výsledek součet hmotnostních procent v rozmezí 90 – 110 % [44].

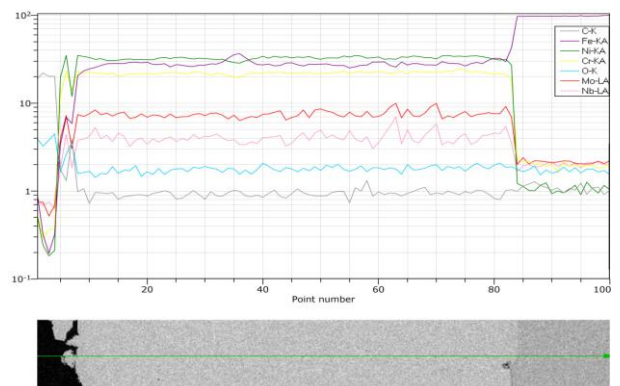
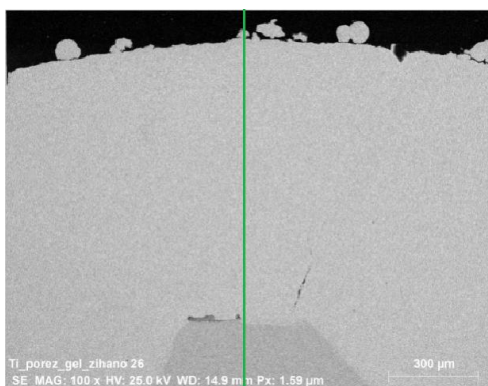
#### 5.4.2 Měření promíšení

EDS detektor je využíván i při měření promíšení vzniklého navařováním. Promíšení lze zkoumat v definované oblasti návaru pomocí tří metod. První metoda a také ta nejméně vypovídající je měření promíšení v jednom konkrétním bodě. Jelikož výsledky z tohoto měření jsou pro hodnocení a vyvozování závěrů nedostatečné, tak se jimi tato práce nebude zabývat.

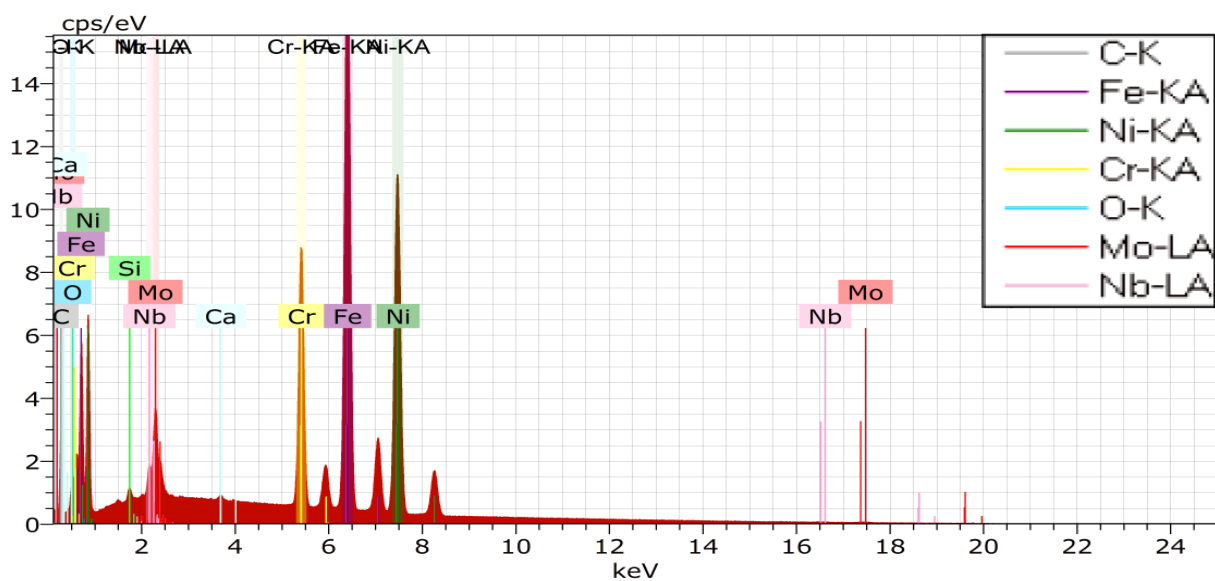
Druhou metodou je měření promíšení podél úsečky (tzv. „Line scan“), měření probíhalo na úsečce, která je znázorněna na obr. 5-19 a 5-20. V pravé části obrázku se vyskytuje graf znázorňující na ose x jednotlivé body měření a na ose y logaritmické vyjádření procentuálního zastoupení jednotlivých prvků. Z tohoto grafu je viditelná rovnoměrnost promíšení podél úsečky.



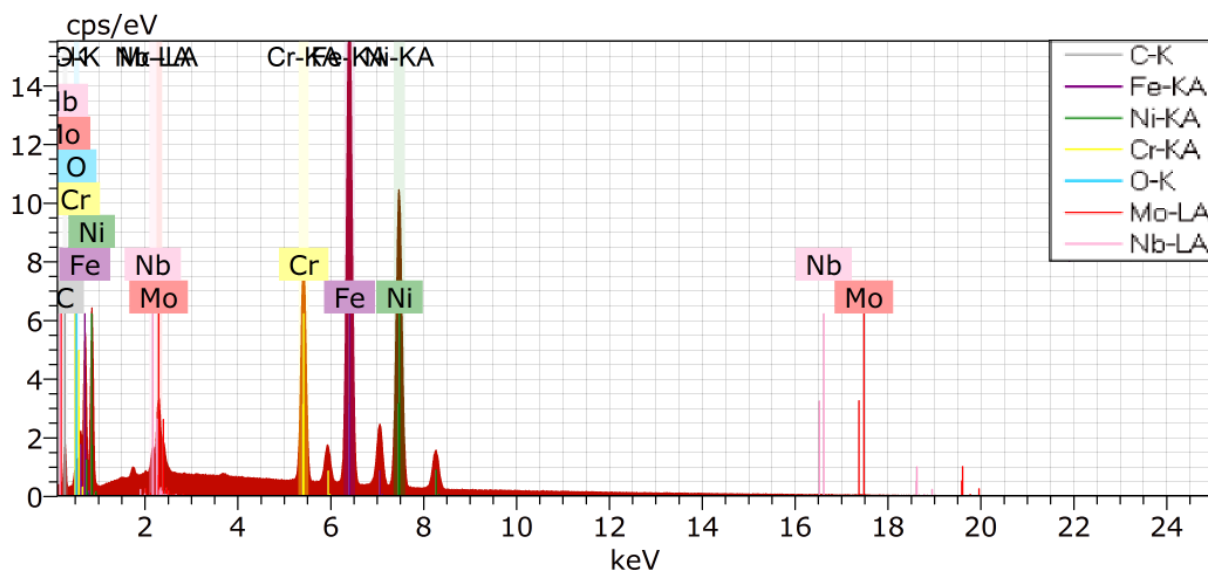
Obr. 5-19 vzorek D, lineární analýza návaru Inconel 625, zvětšeno 70x



Obr. 5-20 vzorek D, lineární analýza návaru Inconel 625 v překryvu, zvětšeno 100x



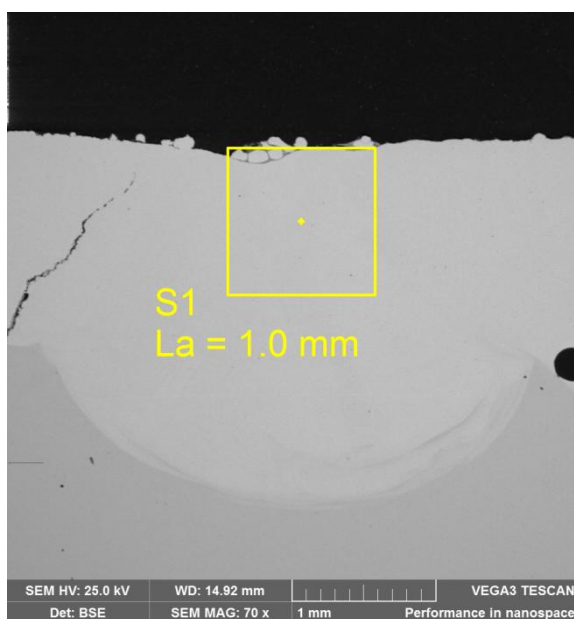
Obr. 5-21 vzorek D, lineární analýza návaru-chemické složení



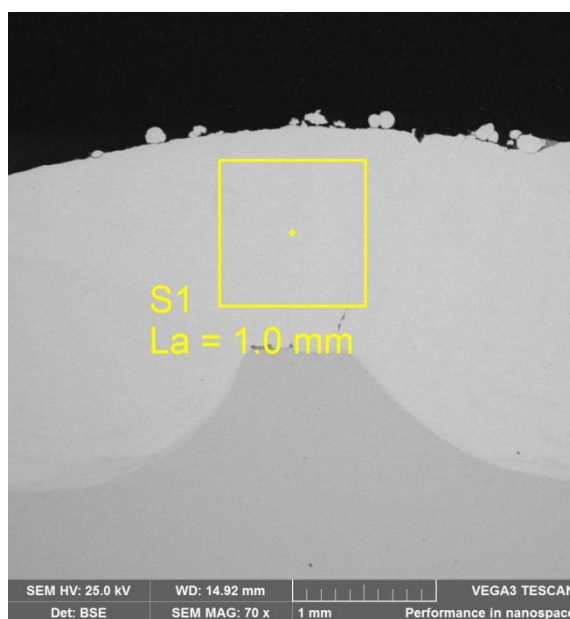
Obr. 5-22 vzorek D, lineární analýza návaru v překryvu-chemické složení

Při této metodě se na zvolenou úsečku rovnoměrně rozprostře sto bodů, které jsou následně postupně analyzovány. Promíšení bylo zkoumáno v prostředku stopy návaru a v překryvu dvou stop. Na obrázcích 5-21 a 5-22 jsou vidět výsledná spektra. Na ose x je znázorněna energie v elektronvoltech [eV]. Osa y znázorňuje sílu signálu, v tomto případě počet impulsů za vteřinu na elektronvolt [cps/eV].

Nejpřesnější metoda pro měření promíšení pomocí EDS detektoru, je plošná analýza promíšení. U této metody byla jako zkoumaná oblast zvolena čtvercová plocha o straně 1 mm. Do této plochy umístěné v návaru bylo pravidelně rozmístěno sto bodů. Ty byly analyzovány, jako tomu bylo i u předchozí metody.



Obr. 5-23 vzorek D, plošná analýza návaru Inconel 625, zvětšeno 70x



Obr. 5-24 vzorek D, plošná analýza návaru Inconel 625 v překryvu, zvětšeno 70x

Při hodnocení plošného promíšení ve svarové housence bylo použito výpočtu promíšení z chemického složení tzv. kompoziční definice (kap. 2.1.2 (*vztah 2*)). Tento výpočet byl zvolen kvůli použití analýzy EDS, která zmapovala právě chemické složení v oblasti, jak je názorně vidět na obrázku 5-23 a 5-24.

Zvolená oblast byla měřena na příčných metalografických výbrusech v místě těsně pod povrchem návaru. Důvodem k tomuto umístění byla snaha zjistit chemické ovlivnění návaru substrátem v místě přímého kontaktu s okolním prostředím.

Plošné promíšení a chemické složení bylo zmapováno celkem u tří vzorků. U každého vzorku byla zmapována oblast uprostřed svarové housenky a v místě překryvu dvou svarových housenek. Navařování bylo provedeno s odlišnými vstupními parametry, jak je vidět v tabulce 5.1.

Plošná analýza návaru			Analýza návaru v překryvu	
Prvek	At. %	Hmot. % (norm.)	At. %	Hmot. % (norm.)
Ni	32,41	41,24	36,47	47,04
Fe	29,63	35,87	22,19	27,22
Cr	12,52	14,13	14,09	16,11
Mo	0,03	0,05	0	0
C	(20,86)	(5,45)	(22,24)	(5,89)
Nb	0,07	0,14	3,46	0,15
O	0,23	0,82	0	0
Al	0,1	0,06	0	0
Si	0,04	0,02	0,96	0,06
S	(4,01)	(2,80)	(4,69)	(3,32)
Mn	0,16	0,19	0,56	0,19
Výsledná data jsou po zprůměrování sta bodů měření				

Tab. 5.6 vzorek D, kvantifikace spektra



Plošná analýza návaru			Analýza návaru v překryvu	
Prvek	At. %	Hmot. % (norm.)	At. %	Hmot. % (norm.)
Ni	49,07	64,38	48,56	63,80
Fe	1,95	2,44	1,94	2,43
Cr	18,92	22,02	18,91	22,03
Mo	0	0	0,13	0,25
C	(23,71)	(6,38)	(23,91)	(6,44)
Nb	0,16	0,34	0,26	0,52
Al	0	0	0,03	0,02
Si	0,1	0,06	0,13	0,08
S	6,08	4,37	6,25	4,41
Mn	0,01	0,02	0,01	0,01
Výsledná data jsou po zprůměrování sta bodů měření				

Tab. 5.7 vzorek C, kvantifikace spektra

Plošná analýza návaru			Analýza návaru v překryvu	
Prvek	At. %	Hmot. % (norm)	At. %	Hmot. % (norm)
Ni	48,75	63,77	48,80	63,90
Fe	2,42	3,01	2,06	2,57
Cr	18,73	21,73	19,12	22,20
Mo	0,26	0,56	0,16	0,23
C	(23,67)	(6,36)	(23,26)	(6,25)
Nb	0,14	0,15	0,09	0,17
O	(0)	(0)	(0,11)	(0,04)
Al	0,03	0,01	0,7	0,04
Si	0,17	0,10	0,12	0,08
S	(5,8)	(4,17)	(6,25)	(4,5)
Mn	0,1	0,02	0,01	0,01
Výsledná data jsou po zprůměrování sta bodů měření				

Tab. 5.8 vzorek F, kvantifikace spektra

Na přesnost měření promíšení pomocí EDS detektoru měly opět vliv některé zkreslující faktory, jako je kontaminace vzorku alkoholem a okolním prostředím. Jak již bylo uvedeno v kapitole 6.4.1. Z důvodu malého zkreslení nelze brát naměřená data za zcela exaktní, přesto mají velmi dobrou vypovídající hodnotu. Kvůli přehlednosti byla naměřená hmotnostní procenta normována (pře počítána na 100%) a zaokrouhlena na dvě desetinná místa.

Výpočet promíšení substrátu v návarové housence (Obr. 6-18). Chemické složení substrátu a návaru bylo převzato z tabulky 5.2 a 5.4.

$$\text{promíšení} = \frac{\rho_c(X_{c+s}-X_c)}{\rho_s(X_s-X_{c+s})+\rho_c(X_{c+s}-X_c)} = \frac{8440(35,31-63,95)}{7800(0-41,24)+8440(35,31-63,95)} = 0,3713 \Rightarrow 37,13 \%$$

Vzorek	Součet hmot. % substrátu v plošce housenky	Promíšení (substrátu) v návaru [%]
C	2,70	2,92
C překr.	2,70	2,92
D	35,31	37,13
D překr.	26,94	28,52
F	3,29	3,55
F překr.	2,84	3,06

Tab. 5.9 promíšení

Z naměřených hodnot z tabulky 5.9 vyplývá, že u vzorků C a F bylo naměřené promíšení v souladu s očekávanými výsledky. Promíšení by se měla pohybovat pod pěti procenty, jak bylo zmíněno v kapitole 2.1.2. U vzorku D dosáhlo naměřené promíšení výrazně vyšších hodnot. Důvodem takto vysokých hodnot bylo špatné zvolení vstupních procesních parametrů pro navařování. Konkrétně jsou vstupní hodnoty uvedeny v tabulce 5.1. Z této tabulky vyplývá, že u vzorku D, byl použit nižší výkon laseru a také pomalejší posuv a rychlost podávání prášku. Díky většímu promíšení u navařené vrstvy se ztrácí důležité vlastnosti, kvůli kterým je daný přídatný materiál volen. V případě Inconelu 625 je to odolnost proti korozi.

## 6 Diskuse výsledků

### 6.1 Marangoniho proudění

Po naleptání struktury laserových návarů byly identifikovány oblasti s rozdílným chemickým složením. Tento jev je typickým projevem fyzikálního jevu, který je znám jako Marangoniho proudění. To probíhalo při tuhnutí návaru díky rozdílnému povrchovému napětí na mezifázovém rozhraní. Je známo, že toto proudění ovlivňuje míru promíšení. Mimo to ovlivňují promíšení ještě ochranný plyn a difúze ve svarové lázni. Jak moc velký vliv na promíšení má Marangoniho proudění není dosud známo. K podrobnějšímu zkoumání vlivu Marangoniho proudění při navařování by byl zapotřebí další výzkum.

### 6.2 Energo disperzní spektrometrie

Při zkoumání navařených vrstev se u některých vzorků ukázala přítomnost nežádoucích cizích částic. Bylo prokázáno, že se jedná o kovové částice na bázi niklu. Chemické složení částic odpovídalo chemickému složení navařovaného prášku. Tyto cizí částice tedy vznikly nedokonalým rozpuštěním prášku. Výskyt se soustředil v přechodové oblasti mezi substrátem a návarem. Cizí částice se vyskytovaly u vzorků s velice odlišnými vstupními parametry, proto na jejich vznik nemají hlavní vliv. Autor této bakalářské práce se domnívá, že jednou z možných příčin mohla být absence předehřevu před laserovým navařováním.

### 6.3 Měření promíšení

Měření promíšení podél úsečky ukázalo rovnoměrnost promíšení v různých hloubkách návaru. Dalším poznatkem, který z této metody vyplývá, je v praxi žádaná podobnost průběhu promíšení podél úsečky ve středu housenky a v místě jejich překryvu. Bohužel může být průběh promíšení touto metodou snadno zkreslen díky nevhodnému umístění úsečky do míst s výskytem nečistot a vad jako jsou trhlinky nebo cizí částice.

Plošné měření promíšení má vyšší vypovídající hodnotu, než předchozí. Důvodem je analyzování větší zkoumané oblasti. Měření potvrdilo předchozí výsledky o podobnosti promíšení v různých místech housenek. Diference nepřekročila jednotky hmotnostních procent. Při hodnocení vzorku D se ukázala velká (mnohonásobně vyšší hodnota) promíšení mezi substrátem a přídavným materiálem (35 -37 %). Vyšší hodnota promíšení pravděpodobně vznikla díky pomalejšímu posuvu a menší rychlosti podávání přídavného materiálu. To mělo za následek větší natavení substrátu, než u jiných vzorků.

Měření promíšení má stále své drobné nedostatky. Mezi ty největší patří snadná kontaminace zkoumaného vzorku prostředím nebo nepřesná identifikace některých prvků. Proto výsledné naměřené hodnoty obsahují určitou malou odchylku a jsou tedy spíše referenční.

## 7 Závěr

Experimentální program bakalářské práce byl zaměřen na hodnocení možností elektronové mikroskopie (skenovací elektronové mikroskopie) k posuzování laserových návarů. Při hodnocení navařených vrstev HPDD laserem LDF 600-3300, byla jako základní materiál zvolena ocel ČSN 41 1503 a jako navařovaný materiál slitina na bázi niklu Inconel 625 od firmy EuTroLoy. K hodnocení kvality návaru z hlediska míry promíšení a chemického rozložení prvků, byl používán elektronový mikroskop SEM Tescan VEGA3 LM s detektorem EDS.

Při hodnocení se ukázal velký vliv vstupních procesních parametrů laseru na kvalitu vzniklých navařených vrstev. Kdy i malé změny hodnot vstupních parametrů laseru mohou zásadně ovlivnit konečnou kvalitu návaru. Dobrým příkladem je vysoká míra promíšení u vzorku D, kde byla očekávaná hodnota promíšení přídavného materiálu a substrátu mezi 1 – 5 % velmi překročena. Pohybovala se v rozmezí 35 – 37 %. Při takto vysokém promíšení nemohou být splněny očekávané vlastnosti návaru.

Při procesu navařování působí ve svarové lázni mnoho vlivů ovlivňujících promíšení (difúze, Marangoniho proudění, působení ochranného plynu a další). Konkrétně Marangoniho proudění se po naleptání vzorků dobře zviditelnilo v oblasti návaru, jako místa s rozdílným chemickým složením. (viz. obr. 6-10). Celkový vliv Marangoniho proudění na promíšení substrátu s navařovaného materiálu není známý. Záleží na velikosti povrchového napětí po natavení mezi substrátem a přídavným materiálem.

V některých zkoumaných návarech se objevovaly kovové nežádoucí cizí částice. Ty se vyskytovaly na hranici ztavení mezi substrátem a návarem. Cizí částice byly blíže zkoumány pomocí EDS. Byla provedena analýza prvkového rozložení tzv. mapping. Díky tomu bylo možné zjistit, jaké prvky cizí částice obsahuje. Ukázalo se, že cizí částice obsahuje primárně nikl, chrom a železo (viz. tabulka 6.3). To znamená dva prvky s největším zastoupením v přídavném materiálu návaru Inconel 625 a železo primárně ze substrátu z oceli S355J2.

Elektronová mikroskopie má širokou paletu nástrojů pro výzkum a vyhodnocování nejenom navařených vrstev. Její metody výzkumu jsou rok od roku dokonalejší. Nejde přitom jenom o analýzu EDS, díky které lze poměrně snadno a rychle zjistit chemické složení vybrané oblasti a určit promíšení podle několika možných způsobů. Existují i další analýzy jako EBSD (electron backscatter diffraction, v překladu difrakce zpětně odražených elektronů), které dovedou fázově identifikovat zkoumanou povrchovou strukturu, zjistit orientaci krystalů a lokální deformace. S uvedenými nástroji lze podrobně analyzovat laserem navařené vrstvy a identifikovat jejich případné vady. Následné získané poznatky je možno využít ke zlepšení celého procesu navařování.

Přes všechny klady, je elektronový mikroskop Tescan VEGA3 LM velmi drahý přístroj, a to nejen na koupi ale i na provoz. U kvalitnějších mikroskopů vybavených potřebnými detektory se náklady šplhají do milionů Kč. Elektronový mikroskop musí být v čistém prostředí s danou teplotou a oddělený od laserové laboratoře a ostatní výroby, hlavně kvůli vibracím a nečistotám. Proto si mnohé společnosti toto zařízení nepořizují a případné problémy musí řešit spoluprací s externím pracovištěm.

Díky stále obsáhlejšími informacím získaným z analyzování návarů pomocí elektronové mikroskopie lze urychlit vývoj a zlepšit kvalitu navařených vrstev a samozřejmě také ušetřit nemalé finance. Proto je používání elektronových mikroskopů v laserových laboratořích cestou kupředu v tomto relativně novém odvětví.

## Seznam použité literatury

- [1] TOYSERKANI, E., KHAJEPOUR, A., CORBIN, S. F. *Laser cladding*. Boca Raton, Fl.: CRC Press, 2005, xiii, 260 p. ISBN 08-493-2172-7.
- [2] LAPŠANSKÁ, Hana. *Laserové technologie v praxi* [online].2010 [vid. 2014-10-18] Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/granty/laser.pdf>
- [3] Co je laserová technologie. Lintech: Laserové technologie průmyslové značení [online].2011 [vid. 2014-10-18] Dostupné z: <http://www.lintech.cz/co-je-laserova-technologie>
- [4] Rozdělení laserů. *Centrum laserových a automatizačních technologií* [online]. [vid. 2014-10-18] Dostupné z: <http://laser.zcu.cz/wiki/rozdeleni-laseru>
- [5] Hemmati, I. *Laser-deposited metallic coatings*, Zernike Institute PhD thesis series 2013-17, ISBN 978-90-77172-94-0
- [6] LÁZNIČKA, Pavel. *Laserové mikroobrábění* [online]. Brno 2014 [vid. 2014-10-19] Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=85839](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=85839)
- [7] KUBÍNEK, R., ŠAFÁŘOVÁ, K., VŮJTEK, M. *Elektronová mikroskopie*, Olomouc 2011, ISBN 978-80-244-2739-3
- [8] Materiálový list S355J2, Wnr 1.0577
- [9] KARLÍK, Miroslav. *Úvod do transmisivní elektronové mikroskopie*, Praha 2011, ISBN 978-80-01-04729-3
- [10] NEBESÁŘOVÁ, Jana. *Elektronová mikroskopie pro biologii* [online]. 2001.kapitola 7 [vid. 2014-10-29] Dostupné z: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.0.html>
- [11] MRŇA, Libor. *Navarování laserem* [online]. [vid. 2014-11-1] Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani/opory\\_soubory/hsv\\_\\_specialni\\_metody\\_svarovani\\_\\_navarovani\\_laserem\\_\\_mrna.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani/opory_soubory/hsv__specialni_metody_svarovani__navarovani_laserem__mrna.pdf)

[12] Nickel-Based Superalloy Powders for Laser Cladding. Oerlikon metco. [online]. 2014. [vid. 2014-11-3] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/laser-pta-weld-overlay/laser-cladding/>

[13] CoCr Alloy Powders for Laser Cladding. Oerlikon metco. [online]. 2014. [vid. 2014-11-3] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/laser-pta-weld-overlay/laser-cladding/>

[14] WC 40(NiCrBSi) for Laser Cladding. Oerlikon metco. [online]. 2014. [vid. 2014-11-5] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/laser-pta-weld-overlay/laser-cladding/>

[15] Spherical WC for Laser Cladding. Oerlikon metco. [online]. 2014. [vid. 2014-11-5] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/laser-pta-weld-overlay/laser-cladding/>

[16] Austenitic Steel for Laser Cladding. Oerlikon metco. [online]. 2014. [vid. 2014-11-5] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/laser-pta-weld-overlay/laser-cladding/>

[17] Laser technology provides 'green' alternative to scrapping components. [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: <http://www.motorship.com/news101/engines-and-pulsion/laser-technology-provides-green-alternative-to-scrapping-components>

[18] Laser Cladding. [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: <http://www.platingsolutions.nl/en/laser-cladding/>

[19] Seriál na téma lasery - základní princip laseru a jejich dělení. [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: <http://www.lao.cz/lao-info-49/serial-na-tema-lasery---zakladni-princip-laseru-a-jejich-deleni-127>

[20] Navařování laserem. [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani/opory\\_soubory/hsv\\_\\_specialni\\_metody\\_svarovani\\_\\_navarovani\\_laserem\\_\\_mrna.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani/opory_soubory/hsv__specialni_metody_svarovani__navarovani_laserem__mrna.pdf)

[21] Production principles visualized. [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: [http://www.skpwerbung.de/en\\_GB/projects/siemens/](http://www.skpwerbung.de/en_GB/projects/siemens/)

[22] Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací. [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: [http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El\\_mikr/El\\_mikr.html](http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html)

- [23] FORET, Zdeněk. Doktorantská práce: *Návrh koncepce a vývoj jednoúčelového rastrovacího elektronového mikroskopu* [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=24317](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=24317)
- [24] Elektronová mikroskopie [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: [https://vscht.cz/nmr/mol\\_model\\_bioinfo/lekce/mikroskopie.pdf](https://vscht.cz/nmr/mol_model_bioinfo/lekce/mikroskopie.pdf)
- [25] Hands on experience with a SEM [online]. 2014. [vid. 2014-11-29] Dostupné z: <https://capolight.wordpress.com/2010/08/29/electron-microscope/>
- [26] Metco 42C. Oerlikon metco [online]. 2014. [vid. 2014-12-17] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/thermal-spray/metals-alloys-composites-blends/>
- [27] Metco 41C. Oerlikon metco [online]. 2014. [vid. 2014-12-17] Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/thermal-spray/metals-alloys-composites-blends/>
- [29] Laser cladding [online]. 2016. [vid. 2016-1-9] Dostupné z: [https://www.coherent.com/downloads/CoherentLaserCladding\\_March2014.pdf](https://www.coherent.com/downloads/CoherentLaserCladding_March2014.pdf)
- [30] Laser Glazing [online]. 2016. [vid. 2016-1-9] Dostupné z: <https://www.corrosionpedia.com/definition/719/laser-glazing>
- [31] Laserové a plazmové řezání [online]. 2016. [vid. 2016-1-9] Dostupné z: <http://homen.vsb.cz/~hla80/2009Svarovani/16-17-83-84.pdf>
- [32] Lasery info learning [online]. 2016. [vid. 2016-1-9] Dostupné z: <http://www.lt.cz/cs/znaceni-laserem-solaris/lasery-info-learning?start=5>
- [33] NÁVRH TECH. POVRCH. KALENÍ LASEREM U KONST. OCELÍ [online]. 2016. [vid. 2016-3-9] Dostupné z: [http://old.fst.zcu.cz/\\_files\\_web\\_FST/\\_SP\\_FST\(SVOC\)/\\_2010/\\_sbornik/PapersPdf/Mgr/Klufova\\_Pavla.pdf](http://old.fst.zcu.cz/_files_web_FST/_SP_FST(SVOC)/_2010/_sbornik/PapersPdf/Mgr/Klufova_Pavla.pdf)
- [34] Nickel-Based Superalloy Powders for Laser Cladding and Laser Additive Manufacturing. [online]. 2016. [vid. 2016-2-10] Dostupné z: [http://www.oerlikon.com/ecomaXL/files/metco/oerlikon\\_DSMW-0002.5\\_NiSuperalloys\\_LaserCladding.pdf&download=1](http://www.oerlikon.com/ecomaXL/files/metco/oerlikon_DSMW-0002.5_NiSuperalloys_LaserCladding.pdf&download=1)

[35] HAYNES 625 alloy [online]. 2016. [vid. 2016-2-9] Dostupné z: <https://www.haynesintl.com/pdf/h3073.pdf>

[36] INCONEL 625 TECHNICAL DATA [online]. 2016. [vid. 2016-2-9] Dostupné z: <http://www.hightempmetals.com/techdata/hitempInconel625data.php>

[37] Ocelové plechy válcované za tepla z běžných konstrukčních ocelí [online]. 2016. [vid. 2016-2-9] Dostupné z: <http://nyprohutni.cz/valcovane-za-tepla>

[38] The Marangoni Effect [online]. 2016. [vid. 2016-3-9] Dostupné z: <https://www.comsol.com/multiphysics/marangoni-effect>

[39] ENERGY DISPERSIVE X-RAY SPECTROSCOPY [online]. 2016. [vid. 2016-3-9] Dostupné z: [https://www3.nd.edu/~kamatlab/facilities\\_physchar.html](https://www3.nd.edu/~kamatlab/facilities_physchar.html)

[40] ELIJAH KANNATEY-ASIBU, Jr. *Principles of laser materials processing*. Hoboken, N.J.: Wiley, 2009. ISBN 978-047-0459-195.

[41] Technische Daten LDF [online]. 2016. [vid. 2016-3-20] Dostupné z: <http://www.laserline.de/fasergekoppelte-diodenlaser-ldf-serie-produkt%C3%BCberblick.html>

[42] VEGA3 LM [online]. 2016. [vid. 2016-3-20] Dostupné z: <http://www.tescan.com/en/products/vega-sem/vega3-lm>

[43] EuTroLoy 16625 [online]. 2016. [vid. 2016-3-20] Dostupné z: <https://www.castolin.com/en-CA/product/eutroloy-16625>

[44] Tescan VEGA3 LM [online]. 2016. [vid. 2016-4-1] Dostupné z: <http://www.tescan.com/en/products/vega-sem/vega3-lm>

[45] Laserová laboratoř [online]. 2016. [vid. 2016-4-1] Dostupné z: <http://www.matexpm.com/cz/>

[46] SEGEŤA, Petr. Diplomová práce: *Studium vlastností vrstvy uhlíkaté oceli navařené vysokovýkonným polovodičovým laserem* [online]. Brno 2014 [vid. 2014-10-19] Dostupné z: [https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/32004/2014\\_DP\\_Segeta\\_Petr\\_126338.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/32004/2014_DP_Segeta_Petr_126338.pdf?sequence=1&isAllowed=y)

[47] Echlin, P. *Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Springer 2009. ISBN 978-0-387-85730-5.