ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: **N0715A270014 - Materiálové inženýrství a výrobní technologie**

Studijní specializace: **Bez specializace**

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Analýza přilnavosti žárově stříkaných povlaků při použití alternativních metod přípravy povrchu

Autor: Bc. Lucie Jarolímová

Vedoucí práce: Ing. Ondřej Chocholatý Ph.D.

Akademický rok 2021/2022

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
Fakulta strojní
Akademický rok: 2021/2022

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení:	**Bc. Lucie JAROLÍMOVÁ**
Osobní číslo:	**S20N0051P**
Studijní program:	**N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie**
Téma práce:	**Analýza přilnavosti žárově stříkaných povlaků při použití alternativních metod přípravy povrchu**
Zadávající katedra:	**Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Žárové nástřiky
2. Předúprava povrchu
3. Vazba žárový nástřik – substrát
4. Metody měření přilnavosti a stavu povrchu
5. Příprava vzorků
6. Experiment
7. Vyhodnocení výsledků
8. Závěr

Rozsah diplomové práce: **50-60 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

L. Pawlowski. The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings. J. Wiley & Sons. New York, USA, 2008.

G. Bolelli, L. M. Berger, T. Börner, H. Koivuluoto, V. Matikainen, L. Lusvarghi, C. Lyphout, N. Markocsan, P. Nylén, P. Sassatelli, R. Trache, P. Vuoristo. Sliding and abrasive wear behaviour of HVOF-and HVAF-sprayed Cr3C2-NiCr hardmetal coatings. Wear, 2016, 358-359, s. 32-50.

G. Bolelli, L. Lusvarghi. Tribological properties of HVOF as-sprayed and heat treated Co-Mo-Cr-Si coatings. Tribology Letters. 2007, 25(1), s. 43-54.

Š. Houdková, F. Zahálka, M. Kašparová, L. M. Berger. Comparative study of thermally sprayed coatings under different types of wear conditions for hard chromium replacement. Tribology Letters. 2011, 42(2), s. 139-154.

S. J. Matthews, B. J. James, M. M. Hyland. Microstructural influence on erosion behaviour of thermal spray coatings. Materials Characterization. 2007, 58(1), s. 59-64.

V. Matikainen, G. Bolelli, H. Koivuluoto, L. Lusvarghi, and P. Vuoristo. Sliding wear behaviour of thermally spraeyd Cr3C2-based coatings. Wear. 2017, 388-389, s. 57-71.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Ondřej Chocholatý, Ph.D.**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant diplomové práce: **Ing. Marek Vostřák, Ph.D.**
Nové technologie – výzkumné centrum

Datum zadání diplomové práce: **15. října 2021**
Termín odevzdání diplomové práce: **27. května 2022**

L.S.

Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan

Ing. Josef Odehnal, Ph.D.
vedoucí katedry

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie Bc. Lucie Jarolímová

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne: ……. …….

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	**Příjmení** Jarolímová	**Jméno** Lucie
STUDIJNÍ PROGRAM	N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie	
VEDOUCÍ PRÁCE	**Příjmení (včetně titulů)** Ing. Chocholatý Ph.D.	**Jméno** Ondřej
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM	

DRUH PRÁCE	**DIPLOMOVÁ**	~~**BAKALÁŘSKÁ**~~	**Nehodící se škrtněte**
NÁZEV PRÁCE	Analýza přilnavosti žárově stříkaných povlaků při použití alternativních metod přípravy povrchu		

FAKULTA	strojní		**KATEDRA**	KMM	**ROK ODEVZD.**	2022

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	71		**TEXTOVÁ ČÁST**	71	**GRAFICKÁ ČÁST**	0

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) **ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY**	Diplomová práce se zabývá problematikou přilnavosti žárově stříkaných povlaků na površích připravených laserovým texturováním a 3D tiskem. Teoretická část obsahuje popis vzniku žárových povlaků, jejich výslednou strukturu, přípravu povrchu před depozicí vrstev, technologie depozice a přilnavost spolu s jejím testováním. V experimentální části byla testována přilnavost povlaku Stellite 6 na laserově texturovaný povrch oceli 11 523. Dále byla testována přilnavost povlaku Amperit 508.072 a Stellite 6 na vzorky vytvořené 3D tiskem z oceli MS1. K depozici povlaku byla zvolena technologie HVOF a přilnavost byla testována pomocí zkoušky přilnavosti v tahu.
KLÍČOVÁ SLOVA **ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE**	Žárové nástřiky, HVOF, 3D tisk, laserové texturování, zkouška přilnavosti v tahu

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	**Surname** Jarolímová	**Name** Lucie	
STUDY PROGRAMME	N0715A270014 Materials Science and Manufacturing Technology		
SUPERVISOR	**Surname (Inclusive of Degrees)** Ing. Chocholatý Ph.D	**Name** Ondřej	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	**DIPLOMA**	~~**BACHELOR**~~	**Delete when not applicable**
TITLE OF THE WORK	Adhesion analysis of thermal spray coating using alternative surface preparation methods		

FACULTY	Mechanical Engineering		**DEPARTMENT**	KMM		**SUBMITTED IN**	2022

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	71		**TEXT PART**	71		**GRAPHICAL PART**	0

BRIEF DESCRIPTION **TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS**	The diploma thesis focuses on the thermal spray coatings on surfaces prepared by laser texturing and 3D printing. The teoretical part includes a description of the formation of thermal spray coatings, their resulting structure, surface preparation before deposition of layers, deposition technology and adhesion along with its testing. In the experimental part, the adhesion of Stellite 6 coating was tested on the laser textured surface of 11 523 steel. Futhermore, the adhesion of Amperit 508.072 and Stellite 6 coating was tested on the 3D printed specimens made from MS1 steel. HVOF technology was chosen to deposit the coating and the adhesion was tested by tensile adhesion test.
KEY WORDS	Thermal spray coatings, HVOF, 3D printing, laser texturing, tensile adhesion test

Poděkování

Tímto bych ráda poděkovala Ing. Ondřeji Chocholatému, Ph.D. jakožto vedoucímu diplomové práce a zejména také konzultantovi Ing. Marku Vostřákovi, Ph.D. za cenné rady při vypracování této diplomové práce. Dále bych chtěla poděkovat všem pracovníkům z Výzkumného a zkušebního ústavu (VZÚ) Plzeň s.r.o., kteří byli nápomocni při realizaci experimentální části této diplomové práce, především pak celé laboratoři povrchových úprav, zejména Ing. Žanetě Dlouhé, která mě zasvětila do metodiky testování přilnavosti.

Rovněž bych chtěla poděkovat své rodině a příteli za podporu a trpělivost nejen během řešení této diplomové práce.

Tato diplomová práce vznikla za podpory projektu TJ04000044 - Aplikovaný výzkum komplexního systému aditivně vyrobeného substrátu z maraging oceli W-Nr. 1.2709 deponovaného otěruvzdornou vrstvou technologií žárových nástřiků a technologií PVD, spolufinancováného se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci Programu ZÉTA.

A dále za podpory projektu TH75020001 - Pokročilá příprava podkladového materiálu pro povlaky posuvným a ultrarychlým laserovým texturováním - „ADVENTURE“, spolufinancováného se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci Programu EPSILON

Obsah

Přehled použitých zkratek a symbolů 11
Seznam obrázků 13
Seznam tabulek 15
1 Úvod 16
2 Žárové nástřiky 17
2.1 Technologie žárového nástřiku 17
2.2 Materiály používané pro žárové nástřiky 18
2.2.1 Prášky 18
2.2.2 Dráty a tyčinky 19
2.2.3 Suspenze a roztoky 20
2.3 Materiály substrátu 20
3 Příprava povrchu 20
3.1 Odmašťování 21
3.2 Tvarování 21
3.3 Aktivace povrchu 21
3.3.1 Abrazivní otryskání 22
3.3.2 Laserová ablace 22
3.4 Vazné mezivrstvy 22
3.5 Předehřátí 23
3.6 Maskování 23
4 Metody žárového nástřiku 23
4.1 Metody využívající tepelnou energii ze spalování plynů 24
4.1.1 Žárový nástřik plamenem 24
4.1.2 Nástřik detonační vlnou 25
4.1.3 Vysokorychlostní nástřik plamenem 26
4.2 Metody využívající tepelnou energii elektrických zdrojů 27
4.2.1 Nástřik elektrickým obloukem 27
4.2.2 Plazmatický nástřik 28
4.3 Moderní metody žárových nástřiků 29
4.3.1 Studený kinetický nástřik 29
5 Struktura povlaku 30

5.1 Oxidické vměstky 32
5.2 Pórovitost 32
6 Vazba žárový nástřik - substrát 33
6.1 Přilnavost 34
7 Metody měření přilnavosti a stavu povrchu 35
7.1 Testování přilnavosti v tahu 35
7.2 Indentační zkouška 36
7.3 Smyková zkouška 37
7.4 Test adheze laserovým šokem 38
7.5 Transversní scratch test 38
7.6 Pin and ring test 39
8 Moderní metody přípravy povrchu 40
8.1 Laserové texturování 40
9 Návrh experimentu 42
10 Experimentální metody 43
10.1 Použité stroje a zařízení 43
10.2 Použité materiály 43
10.2.1 Materiály substrátu 43
10.2.2 Materiál povlaku 44
10.3 Příprava vzorků 46
10.3.1 3D tisk vzorků 46
10.3.2 Vzorky připravené laserovým texturováním 48
10.4 Použitá technologie nástřiku 49
10.5 Analýza mikrostruktury 50
10.6 Měření topografie povrchu 51
10.7 Provedení zkoušky přilnavosti v tahu 51
10.7.1 Vyhodnocení zkoušky 52
11 Výsledky 53
11.1 Hodnocení mikrostruktury povlaků 53
11.1.1 3D tištěné vzorky 53
11.1.2 Laserem texturované vzorky 54
11.2 Vyhodnocení topografie 60

11.3 Vyhodnocení zkoušky přilnavosti 61
11.3.1 3D tištěné vzorky 61
11.3.2 Laserem texturované vzorky 64
12 Diskuze výsledků 66
13 Závěr 67
Seznam použité literatury 68
PŘÍLOHA č. 1 i
PŘÍLOHA č. 2 iv
PŘÍLOHA č. 3 ix

Přehled použitých zkratek a symbolů

APS		„*Air/Atmospheric Plasma Spraying*“ - plazmatické stříkání ve vzduchu za atmosférického tlaku
DMLS		„Direct Metal Laser Sintering“ - přímé kovové laserové spékání
EDX		„*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*“ - energiově disperzní rentgenová spektroskopie
HPCS		„*High-Preasure Cold Spraying*“ - stříkání za studena za vysokého tlaku
HPPS		„*High-Pressure Plasma Spraying*“ - plazmatické stříkání za vysokého tlaku
HVOF		„*High Velocity Oxygen Fuel*“ *spraying* - vysokorychlostní žárové stříkání
HVAF		„*High Velocity Air Fuel*“ *spraying* - vysokorychlostní žárové stříkání
LPCS		„*Low-Preasure Cold Spraying*“ - stříkání za studena za nízkého tlaku
LPPS		„*Low-Pressure Plasma Spraying*“ - plazmatické stříkání za nízkého tlaku
MS1		„*Maraging Steel*“ - martenziticky vytvrditelná ocel
Nd:YAG		„*Neodymium-doped Yttrium Aluminum Garnet*“ - yttrito-hlinitý granát dopovaný ionty neodymu
SEM		„*Scanning Electron Microscope*“ - řádkovací elektronový mikroskop
VPS		„*Vacuum Plasma Spraying*“ - plazmatické stříkání ve vakuu
WSP		„*Water-Stabilized Plasma*“ - vodou stabilizované plazma
Ac	[mm]	mezifázová délka trhliny
E	[GPa]	elastický (Youngův) modul pružnosti
Fmax	[N]	maximální síla
H	[MPa]	tvrdost
HRC	[MPa]	tvrdost podle Rockwella
K_{ca}	[MPa*m$^{1/2}$]	zdánlivá mechanická houževnatost
P_c	[N]	aplikované kritické zatížení
Ra	[μm]	charakteristika drsnosti povrchu - střední aritmetická odchylka profilu

R_H	[MPa]	Přilnavost v tahu
Rq	[µm]	charakteristika drsnosti povrchu - průměrná kvadratická odchylka profilu
Rt	[µm]	charakteristika drsnosti povrchu - celková výška profilu
Rz	[µm]	charakteristika drsnosti povrchu - výška nerovnosti z 10 bodů
S	[mm^2]	plocha

Seznam obrázků

Obr. 1 Schéma procesu žárového stříkání 17
Obr. 2 Plný drát (vlevo), jádrový drát ve formě trubičky (uprostřed), jádrový drát se švem (vpravo) 19
Obr. 3 Přípustné a nepřípustné geometrie 21
Obr. 4 Typ vazných mezivrstev podle jejich přechodu - ostrý (vlevo), sendvičový (uprostřed), gradientní (vpravo) 23
Obr. 5 Schéma nástřiku plamenem při použití drátu nebo tyčinky (nahoře) a prášku (dole) 24
Obr. 6 Schématické zobrazení procesu detonace 25
Obr. 7 Schéma technologie vysokorychlostního nástřiku plamenem 26
Obr. 8 Schéma nástřiku elektrickým obloukem 27
Obr. 9 Schéma plazmatického hořáku 28
Obr. 10 Schéma metody cold spray 29
Obr. 11 Tepelný průběh částic 30
Obr. 12 Typická mikrostruktura povlaku obsahující neroztavené částice (a), oxidy (b), nečistoty (c), drobné částice (d) a pórovitost (e) 31
Obr. 13 Pórovitost vzniklá stínováním 33
Obr. 14 Mechanické ukotvení splatů k nerovnostem podkladu 34
Obr. 15 Schéma testovaného vzorku pro zkoušku přilnavosti 36
Obr. 16 Schéma indentační zkoušky 37
Obr. 17 Schéma zkoušky střihem 37
Obr. 18 Princip přímého ozařování (vlevo) a princip omezeného ozařování (vpravo) 38
Obr. 19 Schéma transversního stratch testu 39
Obr. 20 Typická porušení povlaku po scratch testu. bez porušení (vlevo), kohezivní porušení (uprostřed), adhezivní porušení (vpravo) 39
Obr. 21 Typické režimy porušení při zkoušce (pin and ring test). Místo porušení zvýrazněno černě. (a) režim I, (b) režim II, (c) smíšený režim 40
Obr. 22 Schéma metody přímé laserové ablace 41
Obr. 23 SEM snímky prášku Amperit 508.072 45
Obr. 24 SEM snímek morfologie prášku Stellite 6 46
Obr. 25 Vzorky s rozdílnými parametry povrchu v SW EOS Print (vlevo), vzorky po tisku (vpravo) 47
Obr. 26 Průběh žíhání ke snížení vnitřního pnutí 48
Obr. 27 Nástřikový systém TAFA JP 5220 49
Obr. 28 Měření drsnosti a topografie 3D tištěných vzorků na zařízení IFM G4 51
Obr. 29 Připravený lepený spoj ve formě 52
Obr. 30 Snímky mikrostruktury sady SPH2_Z_V1 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - d) 53

Obr. 31 Snímky mikrostruktury sady SPUP2_Z_V1 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - d).....54
Obr. 32 SEM snímky mikrostruktury sady 1 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f).....55
Obr. 33 SEM snímky mikrostruktury sady 2 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f).....56
Obr. 34 SEM snímky mikrostruktury sady 3 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f).....57
Obr. 35 SEM snímky mikrostruktury sady 4 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f).....58
Obr. 36 SEM snímky mikrostruktury sady 5 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f).....59
Obr. 37 Topografie povrchu sady SPH2_Z_V1 (nahoře), SPUP2_Z_V1 (dole).....60
Obr. 38 Sada vzorků SPUP1_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti 61
Obr. 39 Sada vzorků SPU3_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti 61
Obr. 40 Sada vzorků SPH1_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti 61
Obr. 41 Sada vzorků SPH2_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti 61
Obr. 42 Sada vzorků SPH3_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti 62
Obr. 43 Sada vzorků SP_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 62
Obr. 44 Sada vzorků SP_X_V1 po zkoušce přilnavosti.....62
Obr. 45 Sada vzorků SPbUS_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 46 Sada vzorků SPUP1_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 47 Sada vzorků SPUP2_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 48 Sada vzorků SPUP3_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 49 Sada vzorků SPUP4_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 50 Sada vzorků SPH1_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 51 Sada vzorků SPH2_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 52 Sada vzorků SPH3_Z_V1 po zkoušce přilnavosti 63
Obr. 53 Sada vzorků 1 po zkoušce přilnavosti 64
Obr. 54 Sada vzorků 2 po zkoušce přilnavosti 64
Obr. 55 Sada vzorků 3 po zkoušce přilnavosti 64
Obr. 56 Sada vzorků 4 po zkoušce přilnavosti 64
Obr. 57 Sada vzorků 5 po zkoušce přilnavosti 65

Seznam tabulek

Tab. 1 Použité stroje a zařízení v experimentální části diplomové práce 43
Tab. 2 Chemické složení oceli MS1 [hm. %].....44
Tab. 3 Chemické složení dle normy ČSN 41 1523 [hm. %] 44
Tab. 4 Chemické složení prášku Amperit 508.072 [hm. %] 45
Tab. 5 Chemické složení slitiny Stellite 6 [hm. %] 45
Tab. 6 Navržené parametry 3D tištěných vzorků 47
Tab. 7 Definované struktury pro jednotlivé sady vzorků.....49
Tab. 8 Nástřikové parametry pro jednotlivé materiály 50
Tab. 9 Profilová drsnost 3D tištěných vzorků 60
Tab. 10 Průměrné hodnoty přilnavosti 3D tištěných vzorků deponovaných práškem Stellite 6 61
Tab. 11 Průměrné hodnoty přilnavosti 3D tištěných vzorků deponovaných práškem Amperit 508.072 62
Tab. 12 Průměrné hodnoty přilnavosti texturovaných vzorků deponovaných práškem Stellite 6.....64

1 Úvod

Technologie žárového nástřiku představuje perspektivní technologii umožňující vytvářet vysoce funkční povlaky používané v mnoha odvětvích průmyslu. Vzniklé povlaky disponují vysokou otěruvzdorností, tvrdostí nebo slouží k vytváření tepelných bariér. Stále však mají určitá omezení, zejména v oblastech, kde je důležitá vysoká spolehlivost spojení povlaku s podkladem. Primárním způsobem vazby mezi nadeponovaným povlakem a substrátem je považováno mechanické propojení povlaku a záměrně zdrsněného povrchu substrátu. Toho je nejčastěji dosahováno otryskáním korundovým pískem. Cílem diplomové práce je otestovat aditivní technologie přípravy povrchu bez použití klasického otryskání. Během otryskání se totiž korund často zachytává do podkladu, čímž zhoršuje výsledné vlastnosti deponovaného povlaku. Další motivací aditivních technologií je urychlení celého procesu výroby dílů, kdy by depozice povlaku následovala ihned po přípravě povrchu, bez zbytečného přesunu na jinou část pracoviště. V neposlední řadě je proces otryskání korundovým pískem zdrojem mnoha vážných zdravotních onemocnění, kterým je obsluha tryskacích zařízení vystavena.

Teoretická část diplomové práce poskytuje informace z oblasti žárových nástřiků, kde je nejprve představen samotný princip vzniku žárového nástřiku a použité přídavné materiály dle jejich formy. Následuje popis přípravy povrchu před depozicí žárového nástřiku a poté popis samotných technologií depozice. Dále je představena struktura povlaku a jeho vazba k podkladu, která je vyjádřena přilnavostí, jejímuž testování je věnována celá kapitola. Poslední část se zabývá moderními metodami přípravy povrchu, kde je kladen důraz na laserové texturování, které bylo zvoleno jako jedna ze dvou technologií přípravy povrchu pro navazující experiment.

V experimentální části práce je navržen, uskutečněn a vyhodnocen experiment, jehož výsledkem je zhodnocení přilnavostí vybraných metod přípravy povrchu a jejich parametrů.

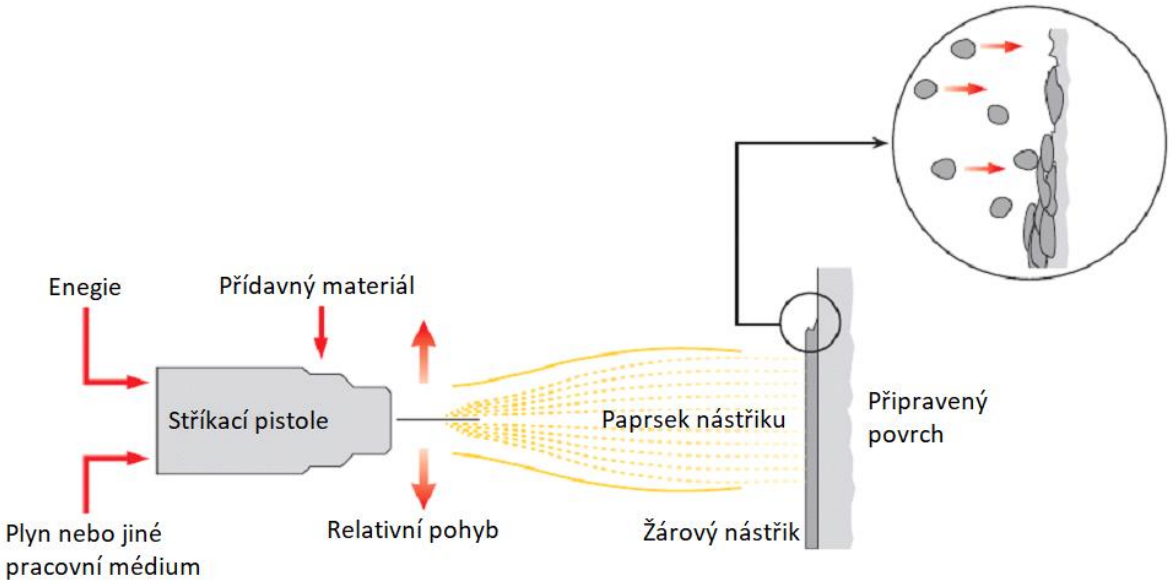
Ve spolupráci s *Výzkumným a zkušebním ústavem Plzeň s.r.o.* byly provedeny depozice materiálu Amperit 508.072 a Stellite 6 a jejich následné testování. Laserové texturování substrátu z oceli 11 523 bylo uskutečněno ve spolupráci s *Hochschule Mittweida - University of Applied Sciences.* Návrh parametrů a samotný 3D tisk vzorků z oceli MS1 byl proveden ve spolupráci s *Regionálním technologickým institutem Západočeské univerzity v Plzni*.

2 Žárové nástřiky

Technologie žárového nástřiku zahrnuje skupinu povlakovacích procesů, kterými lze vytvářet funkční povlaky zlepšující ochranu nebo výkonnost substrátu či součásti. Touto technologií je možné nanášet mnoho typů a forem přídavných materiálů, proto se žárové nástřiky používají po celém světě k zajištění ochrany proti korozi, opotřebení a zvýšeným teplotám. Dále se uplatňují také pro opravy a obnovy součástí a pro řadu dalších aplikací. [1]

2.1 Technologie žárového nástřiku

Principem vzniku žárově stříkaného povlaku je částicový proces, během kterého je přídavný materiál ve formě prášku či drátu dopraven do zařízení, ve kterém dojde k jeho natavení a urychlení směrem k povlakované součásti. Po následném dopadu na předem připravený, otryskaný povrch součásti se částice rozprostřou a urychleně ztuhnou v takzvané splaty. Výsledná struktura má charakteristický lamelární vzhled. Tento proces je znázorněn na Obr. 1. [2]



Obr. 1 Schéma procesu žárového stříkání [3]

Žárově stříkané povlaky mohou být vytvořeny jak z kovových, tak i nekovových materiálů nanášených ve formě částic v roztaveném, polotuhém nebo dokonce zcela pevném stavu. [4] Mezi naneseným povlakem a substrátem je vytvořeno mechanické spojení, které je ovlivňováno geometrií povrchu a vhodnou deformovatelností dopadajících částic, což zaručuje vyplnění nerovnoměrnosti povrchu. [5] Po dopadu částic dochází k jejich smrštění vlivem rychlého ochlazení, jehož důsledkem vznikne velice pevný spoj, vykazující značnou adhezivní přilnavost (pro povlaky stříkané technologií HVOF dosahuje hodnot > 70 MPa). Tloušťky takto vzniklých povlaků se pohybují v rozmezí několika desítek mikrometrů až po milimetry. [2]

Samotnou technologii tvorby žárově stříkaných povlaků lze rozdělit do několika základních kategorií, a to zejména z hlediska typu zdroje energie potřebné k natavení přídavného materiálu. Mezi nejtypičtější zdroje energie patří tepelná energie získaná ze spalování plynů (typicky uhlovodíků, vodíku nebo kapalin), z elektrických výbojů (elektrické oblouky nebo ionizované plazmatické plyny) a kinetické energie získaná z čistě kinetických zdrojů při procesu studeného kinetického stříkání. V závislosti na typu zdroje energie můžeme tyto technologie dále klasifikovat podle principu či konstrukce stříkací pistole, použitého přídavného materiálu, druhu paliva (plyn nebo kapalina), typu depoziční atmosféry (atmosférická, nízko/vysokotlaká, inertní, pod vodou atd.), typu okysličovadla ve spalování apod. [4]

2.2 Materiály používané pro žárové nástřiky

Pro tvorbu žárového nástřiku se používá zejména přídavný materiál ve formě prášku nebo drátu. Jejich použití závisí na zvoleném zařízení, pomocí kterého žárový nástřik vzniká. Přídavný materiál ve formě prášku se využívá zejména pro nástřiky vytvořené plazmatem, metodou HVOF nebo plamenem. Oproti tomu pro metody využívající elektrický oblouk je vhodný přídavný materiál ve formě drátu. Mezi poměrně nový typ přídavného materiálu patří suspenze. Jedná se o kapaliny obsahující pevné částice v řádech mikro až nanometrů a plně kapalné částice, které obsahují specifické chemikálie a kovové soli. [4]

2.2.1 Prášky

Vytvořený povlak z prášků může být charakterizován souborem specifikovaných parametrů souvisejících s jeho budoucím použitím, jako je například odolnost vůči opotřebení, tepelná izolace atd. Tyto parametry jsou silně závislé na zvoleném materiálu a procesu nástřiku. Vlastnosti práškových nástřiků mohou být ovlivněny, jak v průběhu samotného zpracování prášku (v proudu vzduchu či plamene), tak i při jejich „rozstřiku“ na substrát. Změny vlastností mohou být důsledkem například oxidace, rychlého tuhnutí, ochlazování atd. Správná volba výchozího materiálu by měla zahrnovat všechny tyto ovlivňující faktory. [6]

Vlastnosti prášků významně ovlivňují kvalitu vzniklého povlaku, proto je nutné je pečlivě charakterizovat. Tyto vlastnosti lze rozdělit na fyzikální a chemické. Mezi fyzikální vlastnosti patří zejména:

- granulometrie;
- vnitřní a vnější morfologie;
- zdánlivá hustota a tekutost;
- tepelné vlastnosti. [6]

Nejdůležitější chemickou vlastností je chemická vazba, jejíž typ je stěžejní pro důležité vlastnosti materiálů, ze kterých jsou povlaky tvořeny:

- iontové vazby se vyskytují v chemicky stabilních a inertních materiálech, jako jsou např. Al_2O_3 a ZrO_2;

- kovalentní vazby se nacházejí v pevných a houževnatých materiálech, jako jsou např. diamant, SiC a Si_3N_4;
- kovové vazby se vyskytují v dobře přilnavých a houževnatých materiálech, jako jsou např. mnohé kovy (Ti, Ta), některé karbidy (WC, TiC) a nitridy (TaN, CrN). [6]

Kvalitu výsledného povlaku určují také další chemické vlastnosti, mezi které patří chemické složení, obsah fází a rozložení prvků. [6]

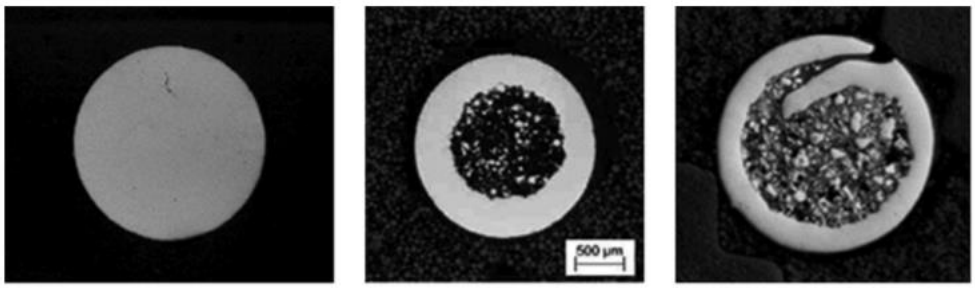
V současné době se pro žárové nástřiky používají tyto typy prášků:

- kovy (Mo, Ni);
- slitiny (např. slitina Ni + 16% Cr + 3,5% B + 3,5% Si + 4,5% Fe + 1% C);
- oxidová keramika (Al_2O_3);
- oxidové slitiny (ZrO_2 + 8% Y_2O_3);
- cermetové vrstvy (grafit + 20% Ni);
- cermetové aglomeráty (WC + 12% Co);
- karbidy (Cr_2C_3). [6]

2.2.2 Dráty a tyčinky

Hlavní výhoda drátů je jejich jednoduchá manipulace. Mezi nevýhody patří omezená rozmanitost používaných materiálů oproti práškům. [4] Příklady drátů v řezu jsou zobrazeny na Obr. 2, přičemž mohou být vytvořeny z:

- kovů, jako je Al nebo Zn;
- slitin, jako je Ni + 5 % Al nebo Ni + 18 % Cr + 6 % Al;
- kompozitů ve formě plněných drátů, které obsahují kovový plášť (Co nebo FeCr) a výplň z tvrdého materiálu (WC nebo Cr_3C_2). [6]



Obr. 2 Plný drát (vlevo), jádrový drát ve formě trubičky (uprostřed), jádrový drát se švem (vpravo) [4]

Někdy se používají krátké tyčinky, které jsou umístěny uvnitř dlouhého polyethylenového pláště. Díky tomu se proces depozice stává téměř kontinuálním, s krátkým přerušením během „vystříknutí“ tyčinky. To je užitečné pro nanášení povlaků velkých tlouštěk na rozměrné součásti, kdy je zapotřebí velké množství nanášeného materiálu. [6]

Důležitou výhodou nástřiku drátů a tyčinek je, že všechny roztavené částice mají téměř totožnou velikost, tudíž jsou lamely tvořící povlak mnohem homogennější než povlaky

tvořené práškem. Nicméně techniky využívající tyto přídavné materiály vytvářejí převážně pórovité povlaky, které zmíněnou výhodu podstatně snižují. [6]

2.2.3 Suspenze a roztoky

Použití roztoků a suspenzí, jako výchozích materiálů, je v technologii žárových nástřiků bráno jako poměrně nový přístup, proto je jejich použití aktivně zkoumáno a testováno. Mezi hlavní motivace použití výše zmíněných forem patří možnost:

- připravit tenké a nanostrukturní povlaky;
- připravit nové materiály pro specifické aplikace (např. fotokatalycké aplikace);
- zjednodušit a zkrátit řetězec výroby přídavných materiálů pro výrobu žárových nástřiků pomocí nástřiku prekurzoru. [4]

Jak bylo výše zmíněno, suspenze jsou kapaliny obsahující jemné pevné částice, které mohou mít velikost nanometrů nebo až několika mikrometrů. Mohou být vytvořeny na bázi vody či alkoholu. Suspenze obsahují také přísady, jako jsou změkčovadla a dispergační činidla. Mezi materiály používané pro suspenze patří například Al_2O_3, TiO_2, ZrO_2, Cr_2O_3 a další keramické materiály. [4]

2.3 Materiály substrátu

Žárové nástřiky jsou procesem, během kterého ve většině případů nedojde k přílišnému zvýšení teploty základního materiálu. Díky tomu je možné použít i jiné základní materiály než jen kovy a jejich slitiny. Mezi příklady používaných materiálů patří:

- měkké oceli, nízkolegované oceli, ocelové slitiny;
- kalené oceli;
- nerezové oceli a slitiny na bázi niklu;
- měď a její slitiny;
- hliník a jeho slitiny;
- titan a hořčík;
- polymery a polymerní kompozity. [4]

3 Příprava povrchu

Funkčnost výsledného povlaku je významně ovlivněna stavem povrchu upravovaného dílu bezprostředně před aplikací nástřiku. Pro splnění požadavků na jakost povrchu je potřeba zbavit substrát okují, vrstev rzi, prachu, mastnost, olejů, solí, mechanicky ulpěných nečistot. Upravovaný díl musí mít také vhodně upravený kotvící profil, který umožňuje dostatečnou přilnavost aplikovaného nástřiku. Po očištění a odmaštění, za účelem získání přesných rozměrů nebo odstranění ostrých úhlů, následuje tvarování. Dalším krokem je aktivace povrchu, díky které vzniklý povlak přilne k povrchu substrátu. [6]

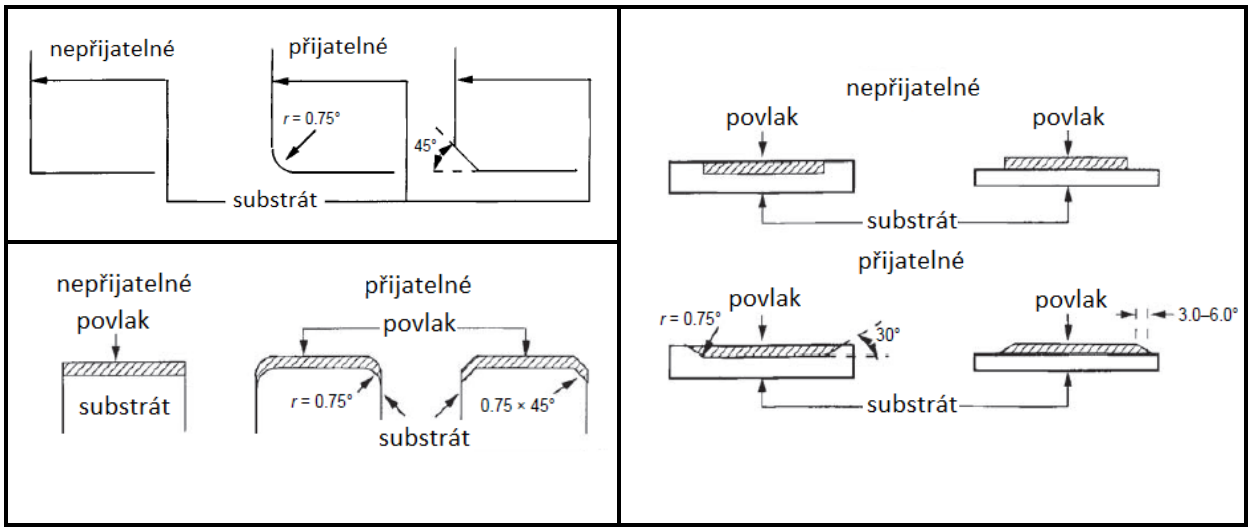
3.1 Odmašťování

Prvním krokem je pečlivé odstranění oleje a mastných nečistot. Během odmaštění je nutné věnovat zvláštní pozornost otvorům, štěrbinám a drážkám. Díl musí být konstrukčně řešen tak, aby byl zajištěn odtok kapalin. [7]

Odmašťování je možné ohřevem, ponorem nebo postřikem bez nebo za pomoci mechanických pomůcek jako je ultrazvuk, kartáčování nebo proud páry. Nejčastěji je substrát odmašťován pomocí vodných mycích roztoků, kdy se dává přednost slabě alkalickým čistícím prostředkům s vysokým obsahem povrchově aktivních látek. Dále se často používají organická rozpouštědla, jako je metylalkohol či aceton. Z hlediska ochrany zdraví a životního prostředí je nutné se vyvarovat chlorovaných a fluorovaných uhlovodíků. Po odmaštění se vždy aplikuje oplach a osušení součásti. [7]

3.2 Tvarování

Podklad je zapotřebí tvarovat tak, aby byly splněny rozměrové specifikace. V místech, kde bude nanesen povlak, je třeba odstranit část materiálu, aby byl povlak „zapuštěn“ do součásti. Pokud není možné vybrání substrátu, je nutné zaoblit nebo srazit ostré hrany či konce, které by zapříčinily špatnou přilnavost povlaku. Vzniklý povlak by měl být přetažen přes takto tvarované hrany. Příklady přijatelných a nepřijatelných geometrií jsou uvedeny na Obr. 3. [7]



Obr. 3 Přípustné a nepřípustné geometrie [7]

3.3 Aktivace povrchu

V současné době se pro aktivaci povrchu používají následující metody:

- Abrazivní tryskání
- Laserová ablace

3.3.1 Abrazivní otryskání

Před nanesením žárového nástřiku je nutné povrch výrobku očistit a zdrsnit otryskáním vhodnou drtí. Drť je nasávána do trysky, urychlována v proudu stlačeného vzduchu a následně nastříkána na povrch podkladu. Otryskání se provádí tak dlouho, dokud substrát nevykazuje kovový vzhled s rovnoměrnou strukturou. Příprava povrchu se však liší v závislosti na typu a velikosti abraziva, parametrech tryskání (např. době otryskávání, vzdálenosti, úhlu, rychlosti částic) a na zvoleném typu zařízení. Důležitou roli ve vlastnostech získaného povrchu hraje také rychlost opotřebení otryskávacích zařízení, zejména trysky. Proto se doporučuje používat trysky z tvrdé keramiky, jako je B_4C nebo z keramických kompozitů, jako je Al_2O_3 + (W,Ti)C. [6] [7]

Korund (Al_2O_3) a karbid křemíku (SiC) jsou díky své vysoké tvrdosti a ostrým hranám, účinné pro otryskání velmi tvrdých povrchů. Kvůli omezené životnosti drtě těchto dvou abraziv, je potřeba pravidelné kontroly stupně jejího opotřebení. Pokud dosažená drsnost povrchu nedosahuje požadovaných hodnot, je potřeba drť vyměnit. Z důvodu minimalizace počtu částic zasekaných do povrchu výrobku, je při tryskání karbidem křemíku nutno optimalizovat parametry tryskání, jako jsou např. tlak, úhel, velikost částic a vzdálenost. [7]

Dalším vhodným typem abraziva je drť z tvrzené litiny, která vykazuje dlouhou životnost hran. Při otryskání substrátů z neželezných kovů nebo korozivzdorné oceli je však zvýšená pravděpodobnost vzniku koroze. [7]

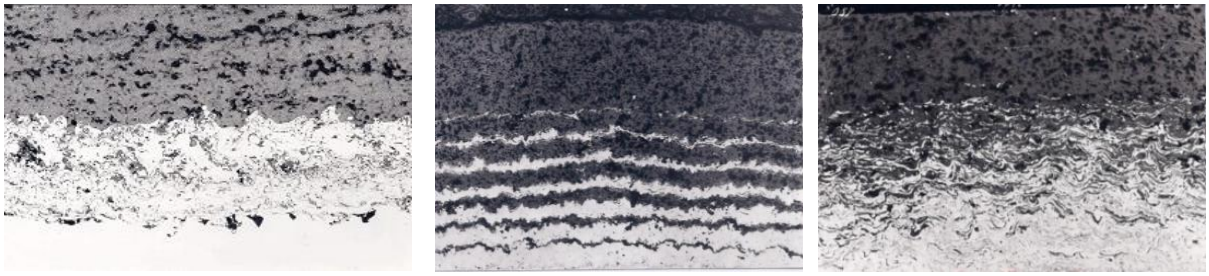
Po otryskání následuje pečlivé očištění substrátu od zbytků drtě a prachu. K tomuto účelu je nejvhodnější použít vakuové odsávání nebo ofukování suchým tlakovým vzduchem bez příměsí oleje. [7]

3.3.2 Laserová ablace

Další možnou techniku, která nekontaminuje povrch, je laserová ablace. Pro tuto metodu se nejčastěji používá pevnolátkový laser, jehož krátké pulsy způsobí rychlé odpaření povrchové vrstvy substrátu. Plazma vytvořené těmito pulsy se navíc rozpíná a na substrát působí ve formě „mechanických rázů“. [6]

3.4 Vazné mezivrstvy

Pokud samotné otryskání nezajistí dostatečnou přilnavost povlaku k podkladu, lze ji zvýšit (někdy dokonce umožnit) pomocí nástřiku vazné mezivrstvy. Mezivrstvy se často aplikují mezi tvrdé povlaky, zejména pod keramické. Funkcí mezivrstev je kromě dobrého zakotvení tvrdých povlaků také vyrovnání tepelné roztažnosti povlaku a substrátu při teplotních cyklech součásti. Další výhodou je také zvýšení korozní odolnosti při vysokých teplotách. Vzniklé mezivrstvy lze rozdělit podle jejich morfologie přechodu mezi substrátem a povlakem na mezivrstvy s ostrým, sendvičovým nebo gradientním přechodem, viz Obr. 4. Pro mezivrstvy je vhodné použít různé materiály v závislosti na aplikaci, např. určité materiály obsahující hliník, materiály na bázi niklu, molybdenu, mědi či jiných kovů. [7] [8]



Obr. 4 Typ vazných mezivrstev podle jejich přechodu - ostrý (vlevo), sendvičový (uprostřed), gradientní (vpravo) [8]

3.5 Předehřátí

Předehřátí pokovovaného předmětu může mít vliv na několik důležitých hledisek. Prvním z nich je zabránění vzniku vlhkosti způsobené kondenzací. Během procesu žárového nástřiku totiž může dojít ke kondenzaci vzdušné vlhkosti, které se však lze spolehlivě vyhnout ohřátím upravovaného předmětu nad 50 °C. Pro nástřik plamenem se teplota doporučuje zvýšit až na 70-80 °C. Tím se zabrání kondenzaci nežádoucích vedlejších zplodin hoření. [7]

Druhým hlediskem je snížení tahových napětí, v jehož důsledku mohou vzniknout trhliny v povlaku vlivem smrštění. Povlak se tedy předehřeje na teplotu, která by byla dosažena při nástřiku i bez předehřátí. Takovéto předehřátí je nezbytné pro vnitřní povlaky ve vrtaných dírách a v trubkách, kde hrozí oddělení povlaku od substrátu. [7]

Dalším hlediskem je zvýšení přilnavosti nanášeného povlaku, ke kterému může v několika jednotlivých případech dojít. [7]

3.6 Maskování

Plochy, např. klínové drážky, vodící drážky a věnec ozubeného kola, nesmí být opatřeny žárovým nástřikem. K tomuto účelu se využívá maskování ploch pomocí samolepící pásky, tvrdého dřeva, silikonové pryže nebo kovové masky. Maskovací materiál nikdy nesmí znečistit plochu určenou k nanesení povlaku. [7]

4 Metody žárového nástřiku

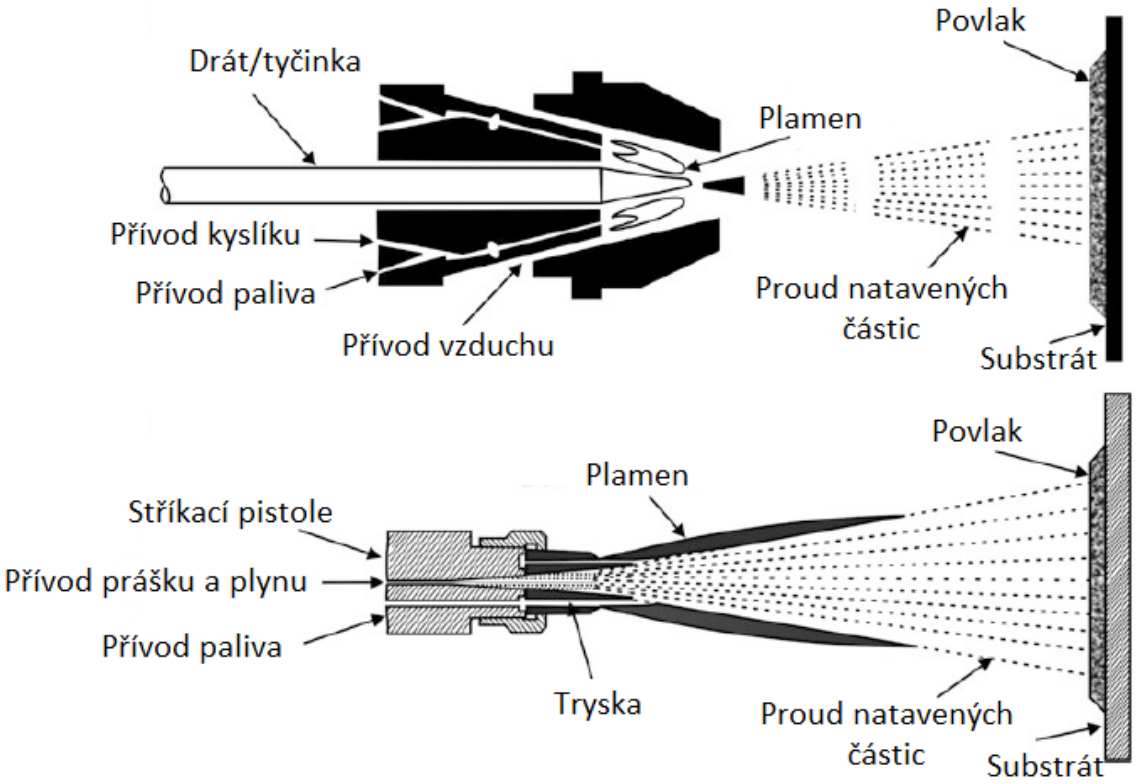
Jak již bylo výše zmíněno, technologie žárových nástřiků se rozdělují do několika základních skupin z hlediska typu zdroje tvorby plamene, který se používá pro natavení nebo roztavení přídavného materiálu a jeho urychlení k substrátu. Nejtypičtějšími zdroji energie je energie tepelná, získaná ze spalování plynů nebo z elektrických výbojů a energie kinetická získaná z čistě kinetických zdrojů, která se uplatňuje při procesu studeného kinetického stříkání.

4.1 Metody využívající tepelnou energii ze spalování plynů

4.1.1 Žárový nástřik plamenem

Žárový nástřik plamenem byl poprvé vyvinut na začátku minulého století (rok 1917), jedná se tedy o historicky nejstarší používanou metodu. Z počátku byl používán pro nízkotavitelné kovy jako je cín a olovo, později byl rozšířen na žáruvzdornější kovy, a dokonce i keramiku. [6]

Přídavný materiál ve formě prášku, drátu nebo tyčinky je vháněn do zapálené směsi plynů (kyslík-aceton, kyslík-propan-butan nebo kyslík-propylen), ve které dojde k roztavení částic a jejich urychlení směrem k povlakovanému dílu, viz Obr. 5. Teplota plamene se podle typu atmosféry (redukční, neutrální nebo oxidační) pohybuje v rozmezí 2700-3100 °C. Vzhledem k nízké rychlosti dopadajících částic (40-100 m/s) je poměrně nízká i pevnost vazby mezi substrátem a povlakem. [9] Běžně dosahované hodnoty přilnavosti se pohybují v rozmezí od 15 MPa pro keramické povlaky do 30 MPa pro kovové a slitinové povlaky. Maximální hodnoty přilnavosti mohou dosáhnout až 60 MPa při použití slitinového povlaku na bázi NiAl. Pórovitost povlaků vzniklých touto metodou se pohybuje v rozmezí 10-20 %. Povlaky dosahují tloušťky 100-2500 μm. [6]

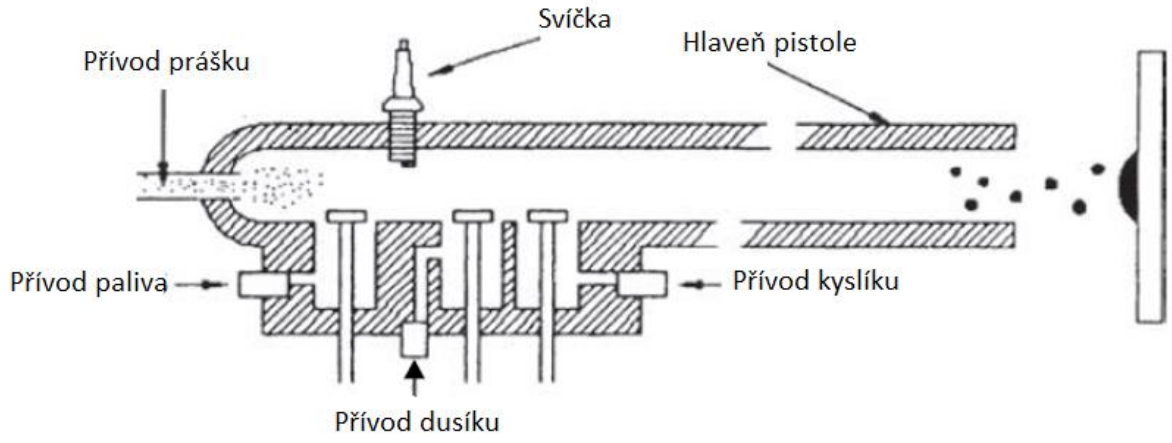


Obr. 5 Schéma nástřiku plamenem při použití drátu nebo tyčinky (nahoře) a prášku (dole) [10]

4.1.2 Nástřik detonační vlnou

Při této technologii je přídavný materiál ve formě prášku přiváděn spolu se směsí kyslíku a paliva do pracovní komory, ve které dojde pomocí elektrické svíčky k zapáleni směsi plynu v přesně definovaných intervalech (až 100x/min). Zapálením směsi vznikne detonace (výbuch), při které dojde k natavení částic a zároveň k jejich urychlení směrem k substrátu. [9] Aby nedošlo ke zpětné explozi přívodu palivového plynu, je mezi jednotlivými dávkami paliva do komory vháněn inertní plyn dusík, který slouží také pro čištění hlavně stříkací pistole, jejíž schéma je znázorněno na Obr. 6. Proces detonace se skládá z následujících cyklů:

- vstříknutí kyslíku a paliva do spalovací komory;
- vstříknutí prášku a dusíku pro zamezení zpětné exploze;
- zapálení směsi a urychlení prášku;
- čištění hlavně dusíkem. [6]



Obr. 6 Schématické zobrazení procesu detonace [6]

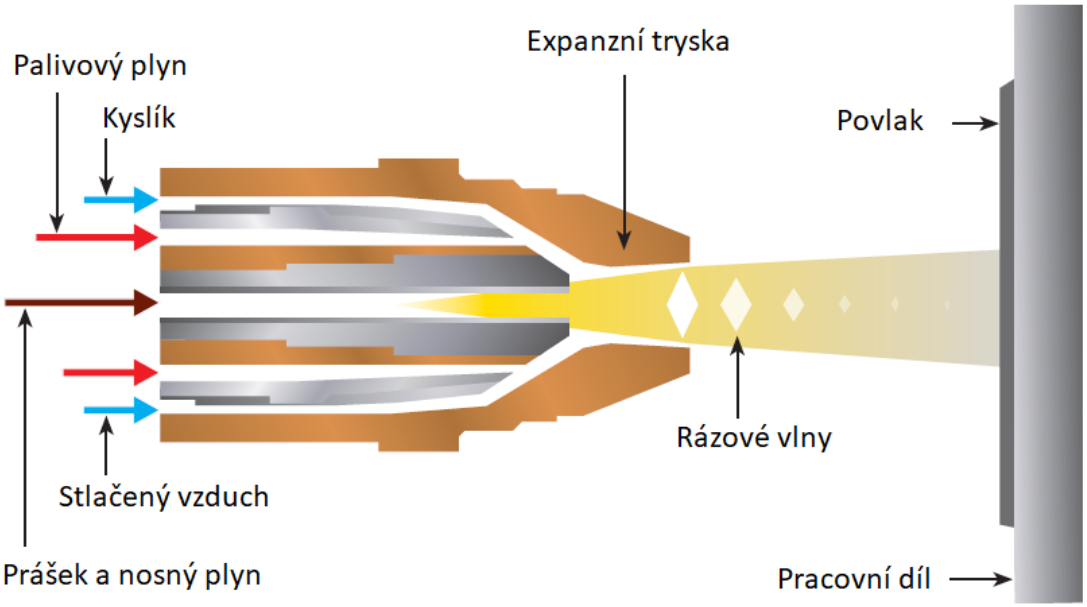
Teplota plamene se stejně jako u předchozí metody pohybuje v rozmezí 2700-3100 °C. Jako pracovní plyn se využívá kombinace palivového plynu, nejčastěji vodíku (H_2) nebo uhlovodíků jako je acetylen (C_2H_2), propan (C_3H_8) a butan (C_4H_{10}) spolu s kyslíkem. Prášky jsou nejčastěji tvořeny kompozity s karbidickými výztuhami. Rychlost částic je díky detonaci mnohonásobně vyšší než u povlaků stříkaných plamenem (> 1000 m/s), proto je i výsledná adheze povlaku dost vysoká (≥ 70 MPa). Pórovitost povlaku je naopak velmi malá, pohybuje se okolo 0,5 % pro WC-Co povlaky a okolo 2 % pro keramické povlaky na bázi Al_2O_3. Tloušťky nanesené vrstvy zpravidla nepřekračují hranici 300 μm. [6] [9]

4.1.3 Vysokorychlostní nástřik plamenem

Technologie vysokorychlostního nástřiku plamenem byla vyvinuta z předchozí metody nástřiku detonační vlnou. V nynější době je používáno několik typů v podobě kontinuálního spalování směsi:

- kyslíku a kerosinu (HVOF s kapalným palivem);
- kyslíku a propanu nebo kyslíku a ethenu (HVOF s plynným palivem);
- kyslíku a etanolu nebo směsi vzduchu, kyslíku a propanu, propylenu či zemního plynu (HVAF). [9]

Při technologii HVOF je kapalné nebo plynné palivo přiváděno do spalovací komory spolu s kyslíkem, kde dojde k jeho zážehu. Do hořáku je přes konvergentně-divergentní trysku za vysokého tlaku nosného plynu, většinou dusíku, přiveden přídavný materiál ve formě prášku. Ten je v průběhu depozice urychlován až na supersonické (nadzvukové) rychlosti, díky čemu je i kvalita výsledného povlaku velmi vysoká. Schéma této technologie je znázorněno na Obr. 7. Nejčastěji používanými prášky jsou kompozity s karbidickými výztuhami v matrici kovu nebo slitiny. [6] [9]



Obr. 7 Schéma technologie vysokorychlostního nástřiku plamenem [11]

Pevnost vazby karbidických povlaků k substrátu vytvořených metodou HVOF může dosahovat až 90 MPa. Tato hodnota však převyšuje maximální pevnost většiny pryskyřic, pomocí kterých se přilnavost testuje, proto je hodnocení přilnavosti těchto povlaků často obtížné. Porozita povlaku je menší než 1 % a jeho typická tloušťka se pohybuje v rozmezí 100-300 μm. [6]

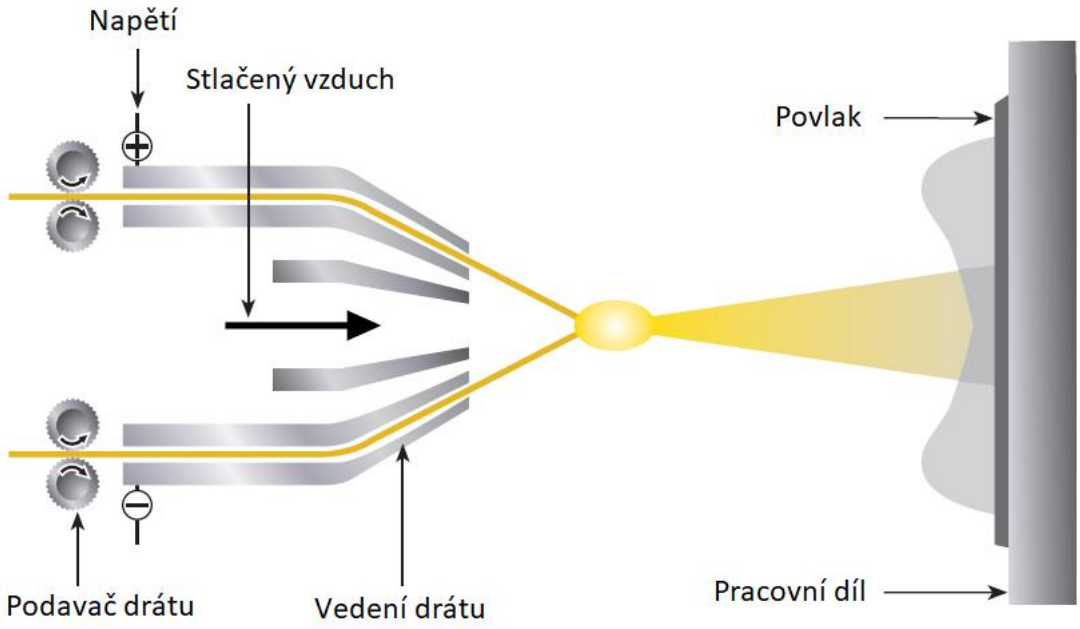
Funkční povlaky stříkané technologií HVOF jsou nyní široce používány v různých průmyslových odvětvích ke zvýšení výkonu, prodloužení životnosti produktu a snížení nákladů na údržbu. Reprezentativní příklady zahrnují povlaky odolné proti opotřebení na bázi

WC/Co pro vrtací nástroje a povlaky odolné proti korozi na bázi niklu pro chemické reaktory. [12]

4.2 Metody využívající tepelnou energii elektrických zdrojů

4.2.1 Nástřik elektrickým obloukem

Oproti předešlým metodám je pro tvorbu plamene využíván elektrický oblouk, který hoří mezi dvěma opačně nabitými kovovými dráty, většinou stejného složení. Hořením dojde k natavení špičky drátu nebo tyčinky přídavného materiálu, čímž se vytváří roztavené částice, které jsou pomocí stlačeného vzduchu urychlovány směrem k povlakovanému dílu, viz Obr. 8. Podmínkou vzniku elektrického oblouku je použití elektricky vodivého přídavného materiálu, zejména drátů či plněných tyčinek, mezi kterými lze vytvořit elektrický oblouk. Jsou to tradičně kovy, jako je Zn, Al nebo Mo, slitiny NiCr, NiAl nebo NiCrAl. Dále se používají takzvané jádrové dráty složené ze dvou fází, tj. pláště a výplně, přičemž plášť tvoří 50 % celkového složení. Rychlost nástřiku je možné nastavit regulací přívodu drátu v průběhu tavení, čímž lze udržovat konstantní oblouk. Teplota oblouku se pohybuje v rozmezí 3800-4000 °C. [6] [9] [11]

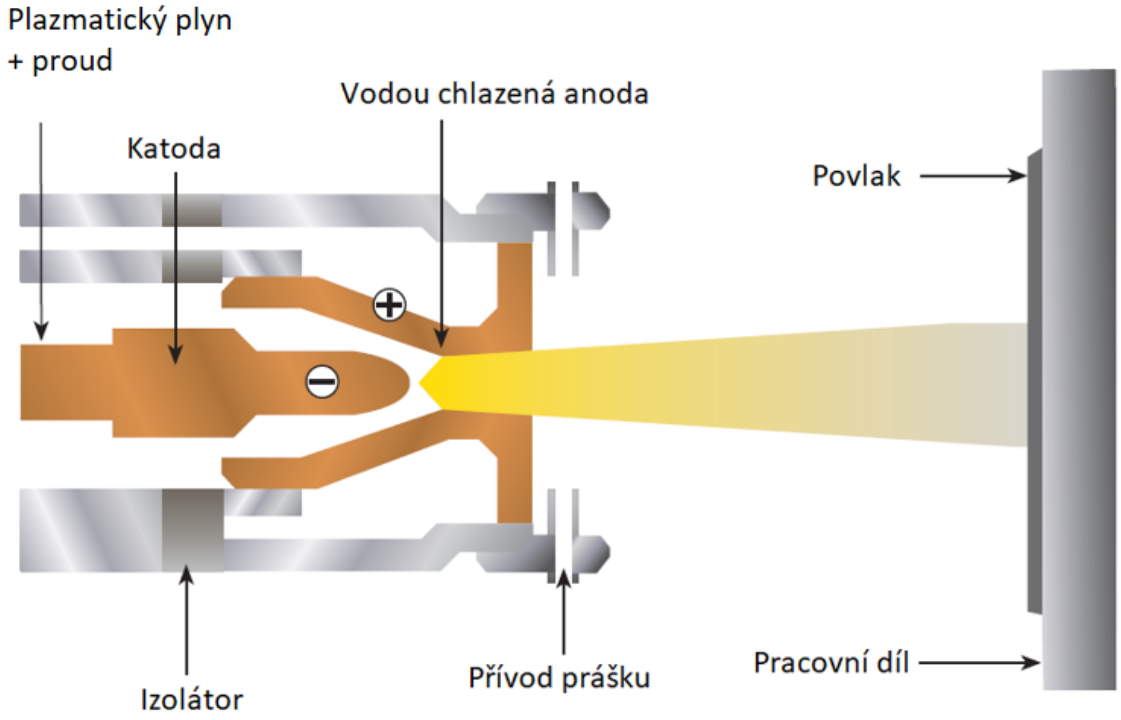


Obr. 8 Schéma nástřiku elektrickým obloukem [11]

Dopadová rychlost částic není příliš vysoká, pohybuje se v rozmezí 100-240 m/s, tudíž není vysoká ani pevnost spoje, ta dosahuje 10-30 MPa pro povlaky na bázi zinku a hliníku. Tloušťka naneseného povlaku se pohybuje mezi 100-2000 μm s porozitou kolem 10-20 %. [6] [9]

4.2.2 Plazmatický nástřik

Žárový nástřik plazmatem je široce používaná metoda pro výrobu nejrůznějších typů povlaků. Díky vysoké teplotě tepelného zdroje umožňuje roztavit prakticky všechny možné materiály, včetně materiálů keramických a žáruvzdorných kovů. Plazma skládající se z neutrálních atomů, kladných iontů a volných elektronů, vzniká přenosem energie do plynu tak dlouho, dokud hladina energie není dostatečná k ionizaci plynu, čímž se umožní nezávislý pohyb elektronů a iontů. Plazmatického stavu se dosáhne, pokud v elektrickém poli mohou vznikat proudy volných elektronů, pohybujících se ionizovaným plynem. Jakmile je přívod energie odstraněn, nastane rekombinace elektronů a iontů, přičemž následně dojde k uvolnění tepla a světelné energie. Jednoatomové plyny (Ar, He) ionizují přímo z atomárního stavu, zatímco dvouatomové plyny (N_2, H_2) nejprve disociují a následně se ionizují. Argon spolu s dusíkem se používají jako primární plazmatické plyny, vodík a helium jako plyny sekundární. Kombinace argonu a dusíku je častá díky tomu, že argon snadno ionizuje a vodík zvyšuje entalpii umožňující efektivní tavení plazmatického hořáku. Schéma takového hořáku je znázorněno na Obr. 9. [4]



Obr. 9 Schéma plazmatického hořáku [11]

Základná typy plazmatického nástřiku můžeme rozdělit na:

- atmosférický plazmatický nástřik (APS);
- plazmatický nástřik za sníženého tlaku (LPPS);
- plazmatický nástřik za zvýšeného tlaku (HPPS);
- plazmatický nástřik ve vakuu (VPS);
- vodou stabilizovaný plazmatický nástřik (WPS). [4]

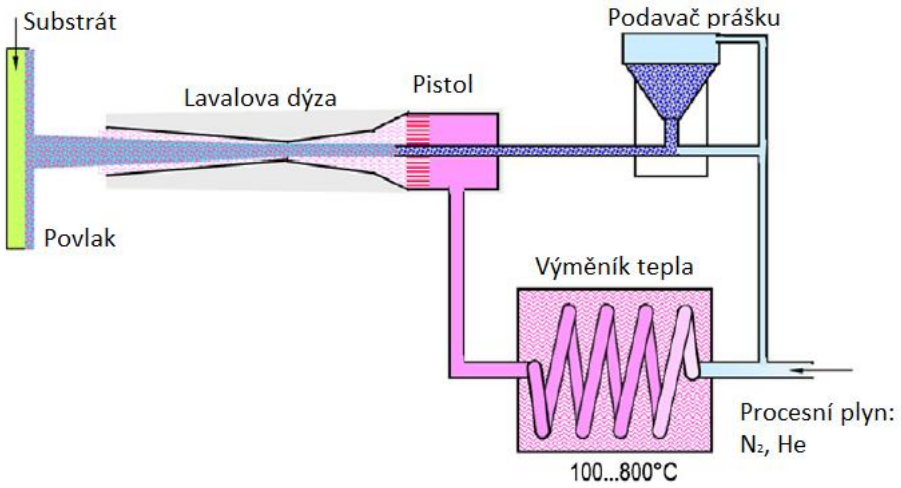
4.3 Moderní metody žárových nástřiků

4.3.1 Studený kinetický nástřik

Studený kinetický nástřik, známý pod anglickým označením „Cold Spray“, umožňuje výrobu kovových i kovokeramických povlaků. Proces je od předchozích metod odlišný zejména v tom, že výchozí práškový materiál je vždy neroztavený, jedná se tedy o metodu stříkání v pevném stavu. Povlaky stříkané za studena mají oproti ostatním technologiím žárového nástřiku jistá specifika. Díky nástřiku částic v pevném stavu v kombinaci s vysokými rychlostmi částic dosahují kovové povlaky vysokého stupně čistoty, tj. jsou téměř bez oxidů. Další charakteristickou vlastností těchto povlaků je jejich velmi nízká úroveň porozity, tedy vysoká hustota. [4]

Vnesené teplo, jak do samotného přídavného materiálu, tak i do substrátu je velmi nízké, tudíž nedochází ke změnám vlastností povlakovaného substrátu. Teplota plynu se pohybuje hluboko pod bodem tání veškerého nanášeného materiálu, proto v proudu plynu nedochází k natavení či roztavení částic. V některých případech je vhodné nanášené částice předehřát, aby došlo k jejich změkčení a následné lepší deformaci a zploštění. Výhodou těchto nástřiků je také to, že zbytková napětí v povlaku jsou, vlivem tzv. kuličkování dopadajících pevných částic, tlaková. [4]

Typický systém metody cold spray je schematicky znázorněn na Obr. 10. Plyn, obvykle N2 nebo He, je stlačen na 3,5 MPa a ohřát na 600 °C pomocí topné spirály. Plyn vstupuje do Lavalovy trysky, kde expanduje a je urychlován až do nadzvukových rychlostí. Prášek je vstřikován do hrdla trysky, kde jsou jeho částice urychlovány v proudu plynu a jsou zahřívány na teplotu hluboko pod bodem tání. [6]



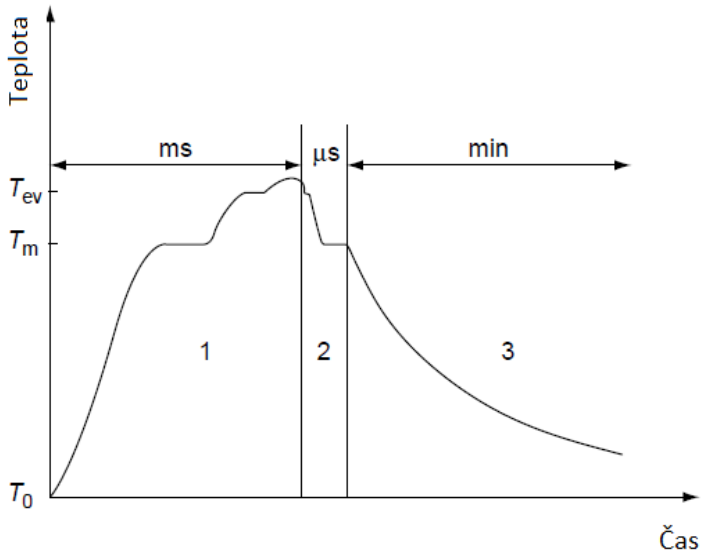
Obr. 10 Schéma metody cold spray [4]

Metoda cold spray je podle úrovně použitého tlaku rozdělena na dva různé procesy, proces vysokotlaký a nízkotlaký. Vysokotlaký proces (HPCS) umožňuje použití tlaku až 40 bar s maximální teplotou předehřevu 800 °C. Pracovním plynem je N_2, He nebo jejich směs. Nejčastěji používané práškové materiály jsou čisté kovy (Cu, Al, Ta, Ni) a kovové

slitiny (NiCr). Oproti tomu nízkotlaký proces (LPCS) používá tlaky v rozmezí 5-9 bar, s teplotou pohybující se mezi pokojovou teplotou až 650 °C. Obvykle se jako procesní plyn používá stlačený vzduch. Typickými přídavnými materiály jsou kovy (např. Cu, Al, Ni, Zn) s přídavkem keramického prášku (Al_2O_3, SiC) jako práškové směsi. [4]

5 Struktura povlaku

Žárové nástřiky jsou charakteristické pro svoji tvorbu povlaku a pro jeho výslednou strukturu. Povlaky se vytvářejí z jednotlivých částic materiálu, které dopadají na povrch substrátu, kde se rozprostřou a urychleně tuhnou. Částice mohou být v okamžiku nárazu ve zcela nebo částečně roztaveném stavu, ve všech procesech, kde jsou materiály určeny k roztavení, nebo v pevném stavu pro všechny procesy stříkání za studena. Tepelný průběh od výstupu částice z trysky po její dopad na substrát má velký vliv na výsledné vlastnosti povlaku, a tím i na jeho strukturu. Z Obr. 11 je zřejmé, že materiál projde specifickým teplotním průběhem, který začíná zahřátím částic energií z hořáku, tavením a urychlením částic vysokoteplotním vysokorychlostním proudem plynu v milisekundových periodách. Následuje šíření a tuhnutí částic spojeným s rychlým ochlazením v řádech mikrosekund. Poslední fází je chladnutí nastříkané vrstvy v řádu několika minut. [4]



Obr. 11 Tepelný průběh částic [6]

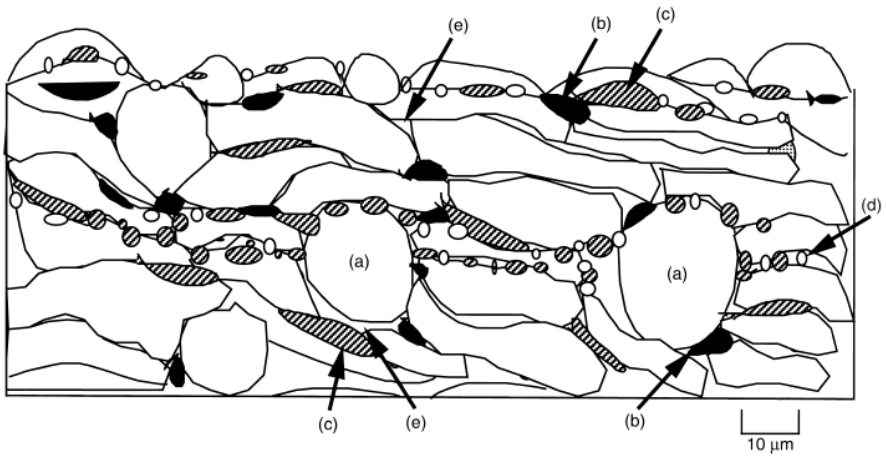
Roztavené částice se při nárazu na podklad, nebo dříve nastříkanou vrstvu, zploští a vytvoří takzvané lamely. Tato přeměna souvisí s procesy deformace a tuhnutí, které jsou závislé na následujících faktorech:

- rychlost částic, velikost, obsah fází při dopadu (zcela kapalná, částečně kapalná);
- materiálové vlastnosti částic v kapalném stavu (viskozita, povrchové napětí);
- schopnost smáčení substrátu roztavenými částicemi;
- teplota substrátu;
- drsnost substrátu. [4]

Procesy tuhnutí a deformace probíhají více méně současně. Teplota při dopadu na rozhraní mezi částicí a substrátem se nazývá kontaktní teplota, tato teplota významně ovlivňuje přilnavost jednotlivých lamel a následnou přilnavost k podkladu. Teplota částic má vliv také na samotnou mikrostrukturu povlaku tím, že její vývoj v čase určuje tuhnutí materiálu a rychlost ochlazování, které následně ovlivňuje tvorbu krystalických fází a velikost vzniklých krystalů. [4]

Jevy probíhající uvnitř vytvořené vrstvy určují strukturu a velikost krystalů, vznik pórovitosti a tvorbu mikrotrhlin. Povlak je vytvářen opakovaným přejížděním stříkací pistole nad povrchem substrátu, kdy vznikají jednotlivé vrstvy povlaku o typických tloušťkách v rozmezí 10-20 μm. Během doby mezi jednotlivými přejezdy je povrch vystaven působení okolního prostředí, tj. oxidaci kovů a slitin nebo chladnutí. Chladnutí povlaku vede ke vzniku zbytkových napětí, která mohou nakonec způsobit prasknutí povlaku. V průběhu stříkání jedné vrstvy povlaku dochází k zahřívání dříve naneseného materiálu, přičemž konečný povlak je výsledkem několika desítek jednotlivých přejezdů nad substrátem. Následně je povlak ochlazen na pokojovou teplotu. Tato fáze je z důvodu vzniku tepelných napětí často klíčová, v nejhorším případě může totiž způsobit odtržení celého povlaku od podkladu. [4] [11]

Žárově stříkané povlaky mají obvykle lamelární strukturu. V závislosti na typu zvolené techniky nástřiku a materiálu jejich struktura může být více či méně porézní, heterogenní, anizotropní a může obsahovat mikrotrhliny. Kromě toho obsahuje částečně natavené částice nebo částice, které ztuhly před dopadem na povrch nebo reagovaly s plynem obsaženým v atmosféře. Ve struktuře povlaku se vyskytuje také jemný prach z přestřiku. Prach je výsledkem stříkání přídavného materiálu, který během stříkání nepřilnul k podkladu. Opakovanými přejezdy je vtahován do proudu, kde je následně zachycen ve vrstvě povlaku. Typická struktura žárově stříkaného povlaku je schematicky zobrazena na Obr. 12. [4] [11] [1]



Obr. 12 Typická mikrostruktura povlaku obsahující neroztavené částice (a), oxidy (b), nečistoty (c), drobné částice (d) a pórovitost (e) [1]

5.1 Oxidické vměstky

Oxidické vměstky se v mikrostruktuře povlaku jeví jako tmavé, podlouhlé fáze rovnoběžné se substrátem. Vznikají interakcí horkých částic s okolní atmosférou, většinou vzduchem, nebo zahříváním povrchu povlaku během depozice. Se vzrůstající teplotou a časem mezi roztavením částic a jejich dopadem na substrát roste koncentrace oxidických vměstků v povlaku. Tyto vměstky sice zvyšují tvrdost povlaku, avšak zvýšená tvrdost může vést ke zkřehnutí. Při vyšší koncentraci oxidů může dojít k narušení soudržnosti mezi jednotlivými splaty, což má za následek snížení koheze celého povlaku. Oxidické vměstky jsou často považovány za škodlivé. V některých případech jsou však žádoucí, protože mohou zvýšit odolnost proti opotřebení, tepelnou vodivost a jak již bylo zmíněno, tak i tvrdost. [1]

Obecně platí, že obsah vměstků ve struktuře měl být co nejnižší. Toho lze dosáhnout úpravou několika parametrů, mezi které patří:

- odstranění reaktivního prostředí použitím vakua nebo inertní atmosféry;
- zkrácení doby setrvání částic v plamenu snížením vzdálenosti mezi povrchem a tryskou nebo zvýšením rychlostí;
- snížení teploty povrchu podkladu nebo povlaku pomocí chlazení proudem vzduchu;
- použití správné velikosti částic vstupního prášku (větší částice mají menší poměr plochy povrchu ku objemu, což minimalizuje celkové množství oxidů). [1]

5.2 Pórovitost

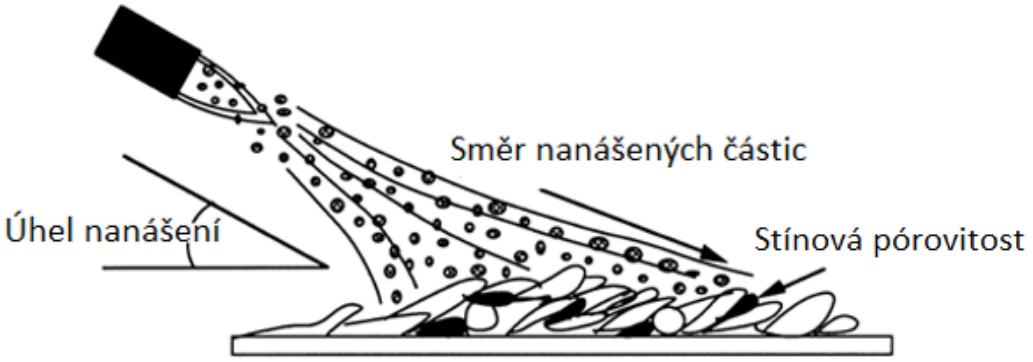
Pórovitost je další důležitou vlastností povlaku, která silně ovlivňuje jeho výsledné vlastnosti. Snižuje kohezi povlaku, tvrdost a tím i odolnost proti opotřebení a umožňuje snadnější vznik koroze, kvůli těmto vlastnostem je většinou považována za nežádoucí. Špatná soudržnost částic vede k předčasnému praskání, delaminaci nebo odlupování vrstev. Otevřená pórovitost může propojit povrch povlaku se substrátem, což umožňuje korodujícím nebo oxidujícím prvkům napadat základní materiál, čímž zkrátí přirozenou korozní odolnost povlaku. [1]

Existují však i případy, kdy je pórovitost žádoucí. To platí například pro výrobu samomazných ložisek, jejichž pórovitost, kvůli možnosti impregnace mazivem, musí dosahovat 10-30 %. Pórovité povlaky se také využívají jako tepelné bariéry např. v letadlech nebo dieselových motorech, kde je tepelná izolace strojních součástí zajištěna právě vysokým obsahem pórů ve struktuře povlaku. V medicíně se pro výrobu lékařských implantátů záměrně vytvářejí povlaky s opravdu vysokým obsahem pórovitosti (až 40 %). Vysoká pórovitost totiž umožňuje snadnější prorůstání kostní hmoty do implantátu, což urychluje hojení pacienta. [1]

Pro tvorbu kvalitního žárového nástřiku je nutné přesně kontrolovat podíl pórovitosti. Proto je nutné znát příčiny jejího vzniku, mezi které patří např.:

- smršťování materiálu při ochlazení;

- dopadem nenatavených částic nebo částečně natavených částic, které se málo deformují a tím vytvoří mezery;
- nedostatečná soudržnost mezi splaty, která vede k jejich oddělování;
- depozice pod vysokým úhlem, která vede ke stínování, viz Obr. 13;
- stínování od sousedních ploch (masek). [1]



Obr. 13 Pórovitost vzniklá stínováním [1]

6 Vazba žárový nástřik - substrát

Základní vazebné mechanismy definované pro žárové nástřiky lze rozdělit do tří hlavních skupin. [13]

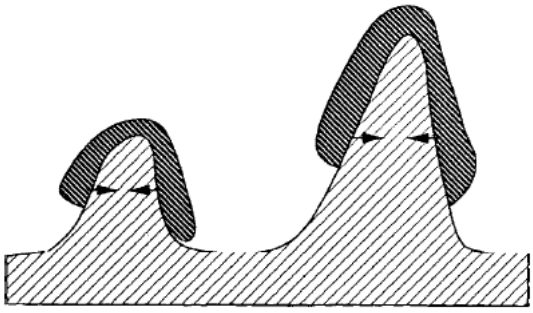
- Mechanické zakotvení
- Kovová vazba
  - Disperzní síly
  - Chemisorpce a epitaxe
  - Difuze
- Chemická vazba
  - Intermetalické sloučeniny

Převládající vazebný mechanismus se liší pro konkrétní povlaky a je citlivý na faktory, jako je drsnost povrchu substrátu, tepelné napětí na rozhraní povlaku a substrátu, rychlost deponovaných částic a jejich teplota před dopadem. Tyto aspekty mohou být kategorizovány s ohledem na procesní parametry. Například postupy nanášení povlaků jako např. parametry otryskání pískem, mohou ovlivnit stupeň mechanického zakotvení, což se projeví na výsledné přilnavosti povlaku. [14]

Vazba mezi povlakem a substrátem, jak bylo výše zmíněno, je vyjádřena zejména jeho přilnavostí, která je blíže popsána v následující podkapitole.

6.1 Přilnavost

Adheze vytvořeného povlaku k substrátu patří mezi vlastnosti, které mají největší vliv na výslednou kvalitu povlaku. Soudržnost deformovaných částic i přilnavost celé vrstvy k základnímu materiálu je nevíce ovlivněna mechanickým zakotvením dopadajících částic na nerovnostech povrchu. Tyto nerovnosti jsou vytvořeny převážně pískováním, či jinými metodami přípravy povrchu před nástřikem. Dopadající natavené částice tuhnou v podobě splatu, kdy důsledkem síly vznikající při jejich smrštění, dojde k jejich připevnění k podkladu, viz Obr. 14. [6]



Obr. 14 Mechanické ukotvení splatů k nerovnostem podkladu [6]

Nanesené částice se však nedotýkají celou svou spodní plochou základního materiálu. Místa, kde k dotyku dojde jsou často označována jako tzv. aktivní zóny, jejichž plocha se pohybuje okolo 20-30 % celkové plochy splatu. Je zřejmé, že s rostoucí plochou aktivních zón se bude přilnavost zvyšovat. Proto je nutné znát příčiny snížení plochy aktivních zón, mezi které patří např. [6]:

- přítomností oxidů v povlacích kovů a slitin;
- rozpuštěním vzduchu nebo pracovního plynu v kapalných částicích za letu;
- naplněním pórů vzduchem nebo pracovním plynem.

Aktivní zóny můžeme zvětšit několika způsoby. Jedním z nich je snížení obsahu oxidů, čehož lze dosáhnout přídavkem dezoxidačního prvku do přídavného materiálu. Toho lze docílit přidáním např. hliníku do slitin niklu. Hliník oxiduje snadněji než nikl, čímž dojde k zabránění jeho oxidaci. [6]

Přilnavost uvnitř aktivních zón může být realizována pomocí následujících mechanismů [6]:

- fyzikální vazba;
- metalurgická vazba;
- jiný typ vazeb (např. epitaxe).

Epitaxe je specifický mechanismus, který může nastat, pokud má nanášený materiál stejnou nebo podobnou krystalografickou strukturu jako předchozí vrstva nebo samotný substrát. Dalším mechanismem je fyzikální vazba mezi atomy lamel a vrstvy substrátu,

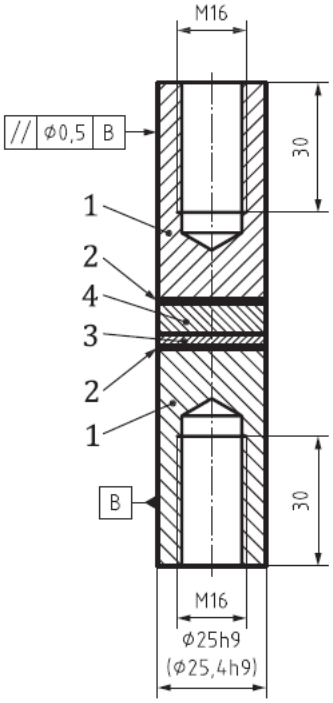
plynoucí z působení van der Waalsových sil. Vazba vzniká pouze pokud jsou povrchy přiblíženy natolik, že dosáhnou přitažlivého pole atomů, tj. méně než 1 nm. Mezi předpoklady pro vznik fyzikální vazby patří čistota povrchu, aktivace povrchu (např. plastickou deformací) a jejich těsný kontakt. Posledním mechanismem je metalurgická vazba, která může vzniknout difuzí nebo chemickou reakcí lamel se substrátem. Difuze se uskutečňuje pomocí velké koncentrace vakancí, vznikajících uvnitř rychle tuhnoucích lamel a může být aktivovaná vysokou kontaktní teplotou. Ta může být zvýšena např. v důsledku exotermické reakce probíhající při nárazu částic na substrát. [6]

7 Metody měření přilnavosti a stavu povrchu

Nejběžnější metody měření přilnavosti jsou založeny na hodnocení makroskopické soudržnosti povlaku, což je v principu kritické zatížení normalizované geometrií vzorku. Tyto metody jsou reprezentovány především zkouškou přilnavosti v tahu, smykovou zkouškou nebo pin and ring testem. Další přístup testování přilnavosti je založen na hodnocení mikroskopické soudržnosti povlaku. Nejvýznamnějšími představiteli tohoto přístupu jsou indentační zkouška a transversní scratch test. Dále je možné přilnavost testovat také bezkontaktně za pomoci laseru. Je důležité zmínit, že každá z těchto metod má určitá omezení, jako je například pevnost lepidla (přilnavost v tahu), potřeba dodatečného broušení či leštění vzorků (smyková zkouška), potřeba speciálního zařízení a specifického tvaru vzorku (smyková zkouška, zkouška čepem a kroužkem), znalost mechanických vlastností povlaku (indentační zkouška) a další. Z tohoto důvodu je vhodné pro spolehlivé určení přilnavosti povlaku kombinovat několik metod. [15]

7.1 Testování přilnavosti v tahu

Přilnavost je typicky testována zkouškou tahem v souladu s normou ČSN EN ISO 14 916 „Žárové stříkání - Stanovení přilnavosti v tahu“. Povlak je aplikován na čelní plochu válcového vzorku o definovaném průměru a za použití lepidla vlepen mezi dva válce o stejném průměru, viz Obr. 15. Za účelem vytvrzení lepidla se vzorky po určitý čas zahřívají v peci. Vychladnutý lepený vzorek je následně podroben tahové zkoušce, přičemž je zpravidla testováno pět vzorků v jedné sadě, ze kterých je následně vypočtena průměrná hodnota přilnavosti. Po přetržení vzorku je důležité vyhodnotit, zda k přerušení došlo na rozhraní spoje povlak/základní materiál (adhezivní porušení), případně uvnitř povlaku (kohezivní porušení). Výsledné porušení může být tvořeno i kombinací těchto dvou případů, jednalo by se tedy o adhezivně-kohezivní porušení. Pokud dojde k porušení v zóně lepidla, tak tyto vzorky nejsou relevantní pro výpočet průměrné hodnoty přilnavosti. Pokud však k tomuto porušení dojde u všech vzorků v sadě, lze vyhodnotit, že pevnost povlaku v tahu je vyšší než pevnost lepidla. Hodnota přilnavosti testovaného povlaku je určena jako podíl maximálního zatížení a průřezu vzorku v místě přerušení. [16] [17]



1 Válcový vzorek

2 Lepidlo

3 Žárový nástřik

4 Zkušební vzorek

Obr. 15 Schéma testovaného vzorku pro zkoušku přilnavosti [17]

7.2 Indentační zkouška

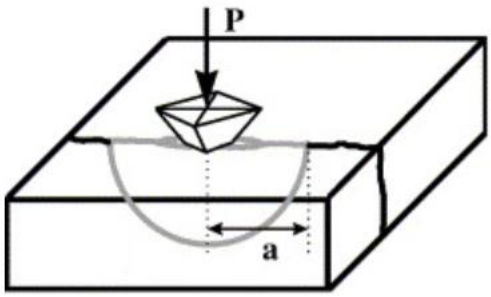
Indentační zkouška spočívá v měření délky trhliny vzniklé na rozhraní mezi nadeponovaným povlakem a substrátem vzniklé vtlačováním Vickersova indentoru [18]. Před provedením zkoušky je nutná příprava vzorku broušením a leštěním. Následně je prováděna série vtisků, přičemž jedna z úhlopříček Vickersova indentoru musí být zarovnána s rozhraním povlak-substrát, viz Obr. 16. Trhlina vytvořená vnikem indentoru je lokalizována podél roviny rozhraní a má půlkruhový tvar [19]. Démarécaux, Chicot a Lesage [20] [21] [22] pomocí dvojice (P_c, a_c) spojené s iniciací mezifázové trhliny, kde P_c je aplikované kritické zatížení a a_c je mezifázová délka trhliny, navrhli níže uvedený vztah pro výpočet „zdánlivé mechanické houževnatosti“ K_{Ca}, s ohledem na substrát a mechanické vlastnosti povlaku:

$$K_{Ca} = 0{,}015 * \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \times \left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} \qquad (1)$$

kde poměr $\left(\frac{E}{H}\right)_I$, definovaný v rovnici (2), charakterizuje globální chování systému povlak-substrát.

$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1+\left(\frac{H_S}{H_C}\right)} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_C^{1/2}}{1+\left(\frac{H_C}{H_S}\right)} \qquad (2)$$

kde E je Yongův modul, H je tvrdost a I, S a C jsou indexy představující rozhraní (interface), substrát (substrate) a povlak (coating). [19]

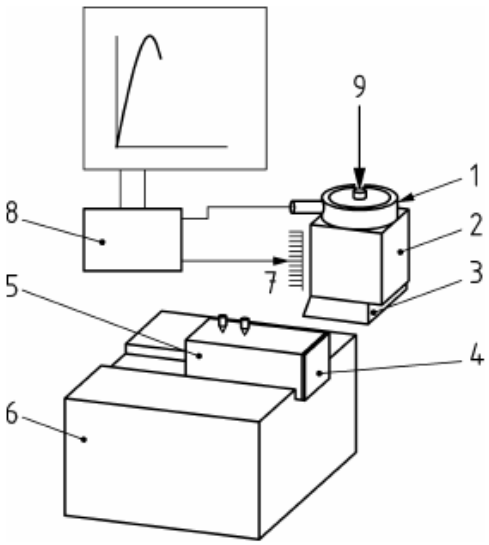


Obr. 16 Schéma indentační zkoušky [19]

Tato zkouška je limitována tloušťkou povlaku, která musí být vyšší než 100-150 μm, aby se zabránilo praskání v povlaku namísto praskaní na rozhraní. Dalším omezením je drsnost rozhraní. Vzhledem k tomu, že je nutné co nejlépe superponovat uhlopříčku indentoru na rozhraní je vhodné, aby měl substrát spíše nižší drsnost než vyšší. Kvůli dobrému mechanickému zakotvení povlaku je však požadována minimální drsnost rozhraní (průměrné Ra mezi 4-8 μm). [19]

7.3 Smyková zkouška

Účelem této zkoušky je stanovit odolnost vůči namáhání střihem u spoje mezi žárově nastříkaným povlakem a substrátem (přilnavost) a/nebo pevnost samotného povlaku (kohezní pevnost). Po přípravě povrchu se na čelní stěnu vzorku na plochu 5 x 10 mm nanese povlak nebo povlakovaný systém o konstantní tloušťce. Vzorek je následně upevněn do držáku vzorků, který je součástí zkušebního zařízení, aby se zabránilo jakémukoliv pohybu během zatěžování. Povlak je testován plynulým posuvem střižného nože konstantní rychlostí, dokud nedojde k lomu a zaznamenávané zatížení neklesne, kdy rychlost střižného nože se pohybuje ideálně okolo 50 μm/s. [23]



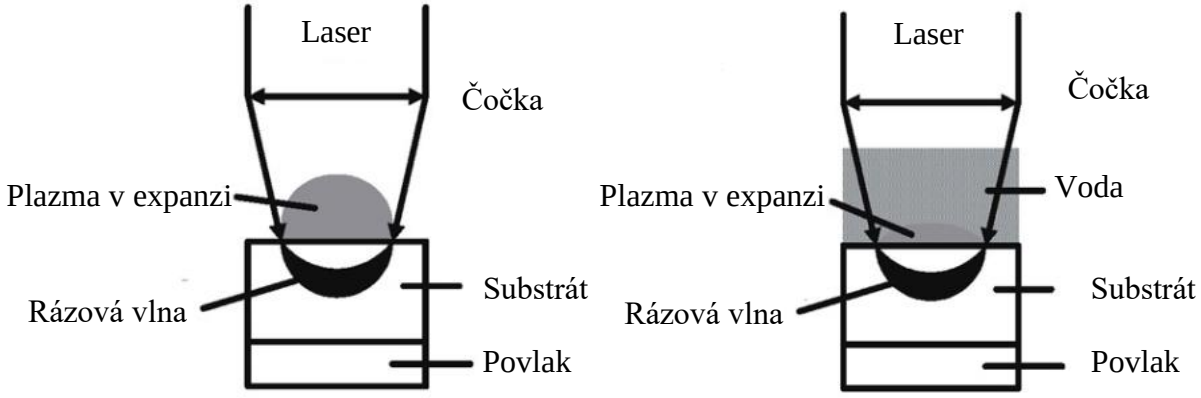
1 Měřidlo síly
2 Razník nesoucí střižný nůž
3 Střižný nůž
4 Povlak
5 Vzorek
6 Držák vzorku
7 Měřidlo posunutí
8 Zpracování dat
9 Zkušební zatížení

Obr. 17 Schéma zkoušky střihem [23]

7.4 Test adheze laserovým šokem

Jedná se o bezkontaktní zkoušku, při které se na rozhraní povlak-substrát vytváří vysoké tahové napětí. Tato zkouška využívá rázovou vlnu vyvolanou plazmatem, indukovaným laserovými pulsy, uvnitř testovaného rozhraní. Odraz těchto vln na zadním povrchu substrátu vyvolává tahové napětí uvnitř vzorku. Pokud je toto tahové napětí dostatečně vysoké, může způsobit odtržení povlaku od substrátu. [24]

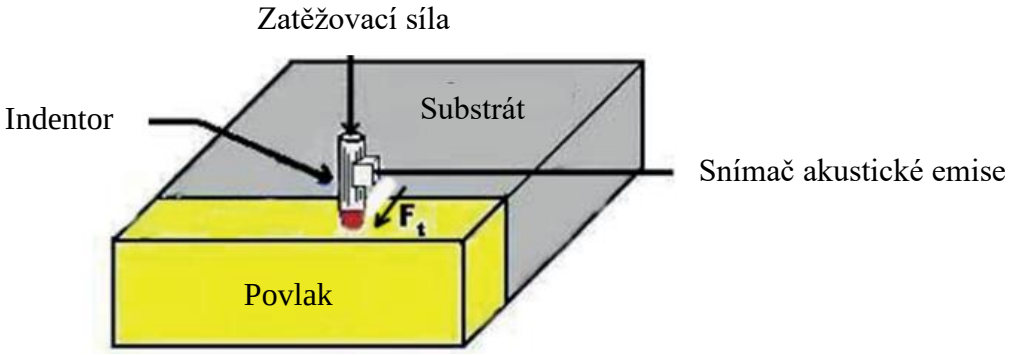
Během této zkoušky vyvolá krátký a intenzivní laserový zásah (typicky v rozsahu energií 1-40 J, doby trvání 3-20 ns a hustoty výkonu 1-300 GW cm^{-2}) na povrchu vzorku ablaci vysokotlakého plazmatu v řádech GPa. Její rychlá expanze vytvoří uvnitř vzorku kompresní vlnu na principu akce a reakce. Pro zkoušku mohou být použity dva principy, přímé nebo omezené ozařovaní, viz Obr. 18. Přímé ozařování probíhá ve vakuu, zatímco při omezeném ozařování je rozpínání plazmatu brzděno přítomností omezující látky (obvykle vody nebo skla). [24]



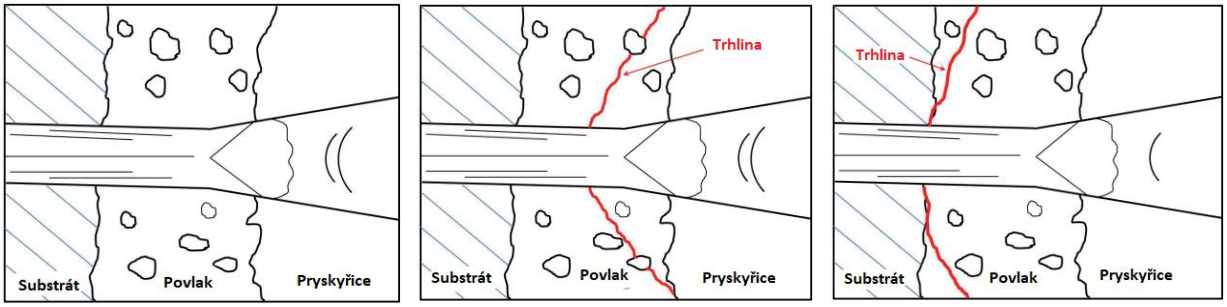
Obr. 18 Princip přímého ozařování (vlevo) a princip omezeného ozařování (vpravo) [14]

7.5 Transversní scratch test

Transversní scratch test byl vyvinut z klasické metody scratch testu, v praxi používané pro tenké vrstvy. Hlavním rozdílem těchto metod je, že se test provádí na příčném řezu vzorku a stopa po indentoru vede od substrátu směrem k povlaku, což způsobí odlupování na rozhraní povlak-substrát, viz Obr. 19. [25] Test se nejčastěji provádí pomocí Rockwellova indentoru (diamantový jehlan), kdy indentor může být po testovaném vzorku vlečen konstantním nebo postupně se zvyšujícím zatížením. V jedné variantě zkoušky se během pohybu indentoru sleduje také akustická emise, díky které je možné určit kritické zatížení způsobující první porušení. [13] Před samotným testováním je nutné příčný řez vzorku vybrousit, vyleštit a odmastit. Norma ISO 27307 udává parametry zkoušky, jako je dráha indentoru, rychlost posuvu, zatěžovací síla, teplota a vlhkost vzduchu. [26] Morfologie vzniklého porušení je pozorována optickou nebo rastrovací elektronovou mikroskopií. Schémata možného porušení jsou znázorněna na Obr. 20.



Obr. 19 Schéma transversního stratch testu [26]

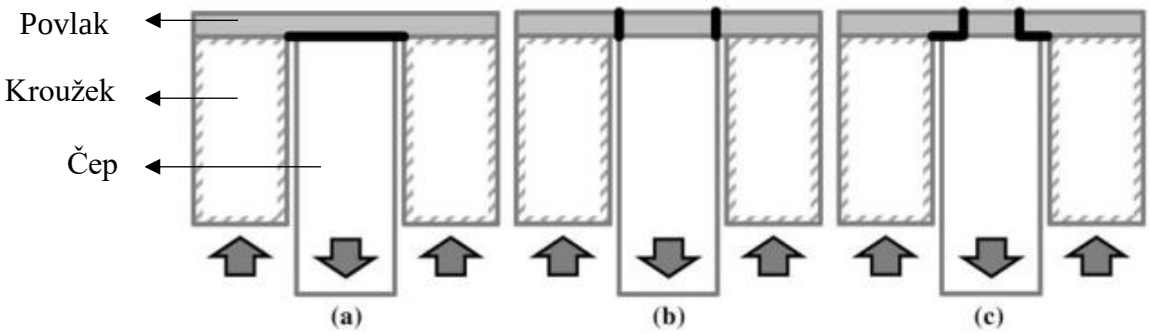


Obr. 20 Typická porušení povlaku po scratch testu. bez porušení (vlevo), kohezivní porušení (uprostřed), adhezivní porušení (vpravo) [26]

7.6 Pin and ring test

Vzorky pro zkoušku zvanou pin and ring se skládají z válcového čepu a koaxiálního kroužku vyrobených ze stejného materiálu, z důvodu eliminace poškození povlaku způsobené rozdílnou teplotní roztažností obou dílů během depozice nástřiku. Před nanesením žárového nástřiku se očištěný kroužek i čep mohou volně pohybovat a jsou seřízeny tak, aby jejich horní otryskané povrchy byly ve stejné rovině, přičemž mezi oběma díly je zanechána mezera přibližně 40 μm. Následně je na povrch nanesen povlak, jehož tuhost brání vzájemnému pohybu čepu a kroužku. Zkouška spočívá ve vytažení válcového čepu ze souosého kroužku a vyhodnocení zatížení potřebného k dosažení makroskopického porušení povlaku. Typicky dochází k selhání ve třech režimech (Obr. 21):

- Režim I (tahový režim) - typický pro silné povlaky. K adhezivnímu či kohezivnímu porušení dochází v rovině rovnoběžné s rozhraním povlak-substrát.
- Režim II (smykový režim) - typický pro tenké povlaky. Porušení vzniká uvnitř povlaku kolmo k povrchu nad obvodem čepu.
- Smíšený režim - typicky kombinace počátečního porušení v režimu I a následně v režimu II. [15]



Obr. 21 Typické režimy porušení při zkoušce (pin and ring test). Místo porušení zvýrazněno černě. (a) režim I, (b) režim II, (c) smíšený režim [15]

8 Moderní metody přípravy povrchu

Jak bylo zmíněno v kapitole 6.1, přilnavost žárových nástřiků závisí na mechanickém zakotvení povlaku k substrátu, které je ovlivněno drsností povrchu substrátu. Nejčastěji se pro zdrsnění a aktivaci povrchu používá korund, viz kapitola 3.3.1. Otryskání korundem způsobuje velké plastické deformace v celém povrchu a vyvolává mikrostrukturní změny v bezprostředním podpovrchu, které mají za následek tlaková zbytková napětí. Tato napětí v některý případech zvyšují únavovou odolnost, což bylo potvrzeno u materiálů, jako je čistý titan [27] nebo nerezová ocel [28]. U některých materiálů, jako jsou binární sloučeniny titanu, došlo naopak k poklesu meze únavy až o 40 %. [29] Další nevýhodou této metody je, že částice korundu se obvykle zachycují na podkladu, čímž zhoršují vlastnosti povlaku. Tento efekt je zvláště významný v případě tvárných substrátů, u kterých je pravděpodobné, že dojde k povrchové i podpovrchové křehkosti v důsledku toho, že částice korundu působí jako koncentrátory napětí. V neposlední řadě je používání korundu spojováno se závažnými nemocemi, jako je silikóza, aluminóza, zjizvení plic, pneumokonióza nebo emfyzém [30]. Z těchto důvodů je v posledních letech výzkum zaměřen na metody přípravy povrchu, které zcela nahradí otryskání korundem. Mezi tyto alternativní metody je zahrnuto např. tryskání proudem vody nebo vody a vzduchu, tryskání suchým ledem nebo laserem. [31] Další možností je výroba celých součástí takovou technologií, po které bude povrchu dostatečně drsný a nebude muset být před nanesením žárového nástřiku podroben dodatečné úpravě povrchu. Pro tuto myšlenku se jeví jako ideální technologie 3D tisk.

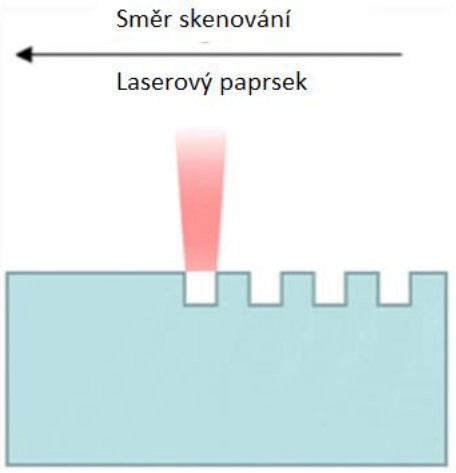
V experimentální části diplomové práce bude zkoušena přilnavost na površích připravených 3D tiskem a laserem, z toho důvodu nejsou ostatní metody popsány.

8.1 Laserové texturování

Ze všech zmíněných možností je laser jedinou úpravou, která může být integrována s procesem žárového nástřiku. Díky tomu je možné vytvořit takzvaný jednostupňový proces, během kterého je příprava povrchu ihned následována nanášením povlaku, čímž dojde k výraznému zkrácení doby výroby. Ačkoliv se laserové texturování povrchu používá už přes více jak 25 let, v oblasti žárových nástřiků jde poměrně o novou technologii. Lasery dále nabízejí oproti ostatním konvenčním metodám více ekologickou variantu přípravy povrchu.

Kromě toho je možné lasery využít také pro předehřev substrátu nebo k následnému zlepšení vlastností povlaku, jako je např. hustota a přilnavost. [31]

Laserové texturování využívá metody přímé laserové ablace, kdy energie laserového paprsku je soustřeďována do malého bodu a je v přímém kontaktu s upravovaným dílem. Interakce laserového paprsku s materiálem může být popsána jako cyklický proces. Cyklus začíná, když dopad laseru vyvolá tavení tenké vrstvy materiálu, která se následně odpaří. Vzniklý „mrak“ par vyvolá zpětný tlak na roztavený materiál, který je vytlačován směrem k okrajům dopadajícího paprsku. Většina roztaveného materiálu se po impulzu vrátí na původní místo a vytvoří taveninu, část však může být vytlačena a může vytvořit prstenec přetaveného materiálu obklopujícího texturu. Tavenina se vytváří pouze při použití infračervených ns- a ms- pulzních laserů. Je třeba také zdůraznit, že množství energie absorbované materiálem závisí na jeho tepelné difuzivitě a na délce trvání pulzu laserového svazku, která zase závisí na frekvenci a energii laseru. Nízká tepelná difuzivita znamená, že energie je absorbována povrchem materiálu, což vede k jeho tavení a odpařování, zatímco většina materiálu zůstává chladná, a tudíž neovlivněná. Mezi typy laserů nejčastěji používaných pro vytváření povrchové textury patří pevnolátkové lasery případně CO_2 lasery. Pro komerční účely se dle doby trvání pulzu využívají ns-, ps- a fs- lasery. Technologie laseru s krátkým pulzem využívá fs- a ps- laser ke generování procesu studené ablace, což se liší od tepelné ablace nanosekundového laseru. [32] [31]



Obr. 22 Schéma metody přímé laserové ablace [32]

9 Návrh experimentu

Cílem experimentální části této diplomové práce je vytvoření povrchu, který nebude před samotnou depozicí vrstev upraven otryskáním povrchu, jak je tomu běžné pro zajištění dobré přilnavosti vrstvy. Tryskáním se do podkladového materiálu vnáší tlaková zbytková napětí, která mohou zvýšit, ale i snížit mez únavy materiálu. Korund se během pískování také často zachytává do podkladu, čímž zhoršuje výsledné vlastnosti nedeponovaného povlaku. Tryskání vzorků navíc probíhá ručně, tudíž je do přípravy povrchu zanesen lidský faktor, který může způsobit nerovnoměrnost úpravy povrchu. Pro experiment byly zvoleny dvě metody přípravy povrchu před depozicí žárového nástřiku. První z nich je 3D tisk, kdy dojde k tisku celých součástí s již vytvořenou drsností povrchu. Kruhové vzorky budou tištěny z martenziticky vytvrditelné oceli MS1, na které budou technologií vysokorychlostního žárového nástřiku plamenem (HVOF) naneseny dva typy povlaku, konkrétně Amperit 508.072 a Stellite 6. Druhou technologií je laserové texturování, kdy laser jednotlivými pulsy vytváří na povrchu vzorku důlky o definovaném rozměru a vzájemné rozteči. Na takto upravené vzorky bude nanesen povlak Stellitu 6, taktéž pomocí technologie HVOF. Vzorky budou následně podrobeny testování přilnavosti v tahu dle normy ČSN EN ISO 14 916.

Veškerá experimentální činnost v rámci této diplomové práce související s tvorbou vzorků 3D tiskem, laserovým texturováním, vytvářením žárového nástřiku a následným testováním přilnavosti byla provedena ve spolupráci s:

- *Výzkumným a zkušebním ústavem (VZÚ) Plzeň s.r.o.*,
- *Regionálním technologickým institutem (RTI) Západočeské univerzity v Plzni*.
- *Hochschule Mittweida - University of Applied Sciences*

10 Experimentální metody

10.1 Použité stroje a zařízení

Tab. 1 Použité stroje a zařízení v experimentální části diplomové práce

Zařízení	Označení	Specifikace
Metalografická pila Metalografická leštička ATM	LECO 250 M2 SAPHIR 250 A1-ECO	Příprava metalografických výbrusů
Světelný mikroskop Elektronový mikroskop	Arsenal JEOL JSM 6490 LV	Pozorování a dokumentace mikrostruktury
HVOF nástřikový systém	TAFA JP 5520	Vytvoření povlaku
Opticko - skenovací zařízení	IFM G4	Topologie a měření drsnosti
Drsnoměr	INSIZE ISR-C300	Měření drsnosti
Mikrometr	0-25 μm	Kontrola tloušťky povlaku
Forma pro testování přilnavosti Horkovzdušný sterilizátor Zkušební systém tahové zk.	 HS 61 A ZZ5 Zwick 250 kN	Testování přilnavosti
3D tiskárna	EOS M290	Tisk vzorků
ns-Laser	YLP-HP	Laserové texturování

10.2 Použité materiály

Pro výrobu vzorků pomocí 3D tisku byla použita ocel MS1, takto vytvořené vzorky byly následně nadeponovány přídavným materiálem Amperit 508.072 a Stellite 6. Technologie laserového texturování byla použita na vzorky oceli 11 523, na které byl následně nadeponován žárový nástřik Stellite 6. Zmíněné použité materiály pro tuto diplomovou práci jsou podrobněji popsány v následujících dvou podkapitolách.

10.2.1 Materiály substrátu

10.2.1.1 Ocel MS1

MS1 je ocelový prášek martenziticky vytvrditelné oceli, která je charakteristická svou vynikající pevností v kombinaci s vysokou houževnatostí. Těchto vlastností je dosaženo procesem tepelného zpevnění stárnutím. Díly vyrobené z tohoto prášku jsou snadno

obrobitelné a lze je dodatečně snadno zakalit na tvrdost vyšší než 50 HRC. Ocel MS1 je vhodná pro mnoho nástrojových aplikací, jako jsou nástroje pro vstřikování, tlakové lití slitin lehkých kovů, děrování a vytlačování. Dále je vhodná pro výrobu vysoce výkonných průmyslových a strojírenských dílů v leteckém průmyslu a automobilových závodech. Chemické složení této oceli je uvedeno v Tab. 2 [33]

Tab. 2 Chemické složení oceli MS1 [hm. %] [33]

Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr	Cu	C	Mn	Si	P	S
17-19	8,5-9,5	4,5-5,2	0,6-0,8	0,05-0,15	max 0,5	max 0,5	max 0,03	max 0,1	max 0,1	max 0,01	max 0,01

10.2.1.2 Ocel 11 523

Jedná se o nelegovanou konstrukční jemnozrnnou ocel vhodnou ke svařování s definovaným maximálním obsahem prvků, viz Tab. 3. Tato ocel je dle normy vhodná k výrobě mostních a jiných svařovaných konstrukcí, ohýbaných profilů, svařovaných konstrukcí z dutých profilů a součástí strojů, automobilů, motocyklů a jízdních kol. Dále se také využívá pro součásti tepelných energetických zařízení a součásti tlakových nádob vyrobených z tyčí. [34]

Tab. 3 Chemické složení dle normy ČSN 41 1523 [hm. %] [34]

C	Mn	Si	P	S	N
max 0,200	max 1,600	max 0,550	max 0,040	max 0,040	max 0,009

10.2.2 Materiál povlaku

Níže popsané použité materiály žárového nástřiku pro technologii HVOF byly ve formě prášku. Materiál Stellite 6 byl použit pro obě zvolené technologie úpravy povrchu, zatímco Amperit 508.072 byl použit pouze na 3D tištěné vzorky.

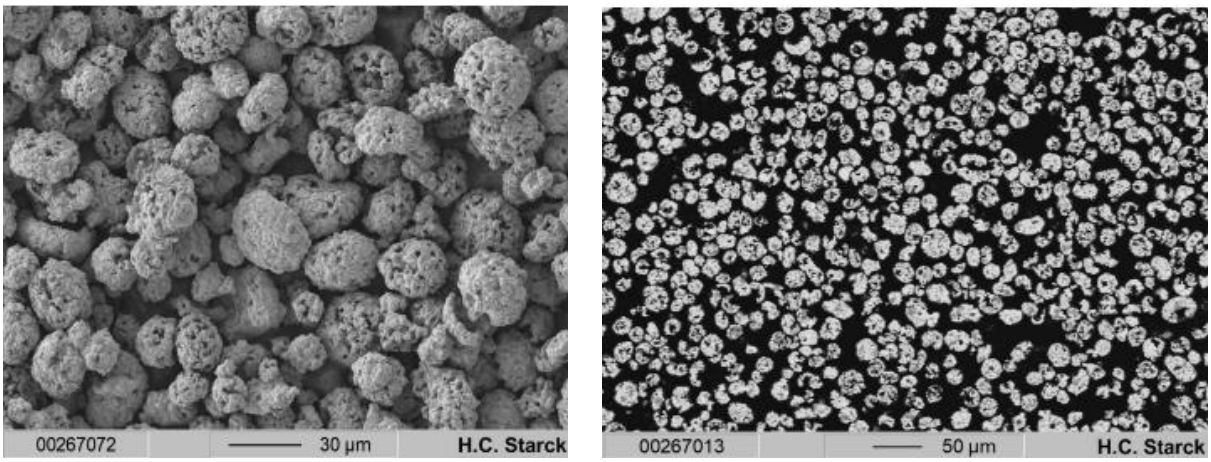
10.2.2.1 Amperit 508.072

Amperit 508.072 je aglomerovaný a slinutý prášek na bázi WC-CoCr od firmy Höganäs. Přesněji se jedná o cermetický prášek WC-Co-Cr 86-10-4 s velikostí částic od 10 do 38 μm, jehož chemické složení je uvedeno v Tab. 4. Morfologie prášku je znázorněna na Obr. 23. [35]

Povlaky vytvořené Amperitem 508.072 obsahují hrubé karbidy wolframu, díky kterým vynikají dobrou odolností vůči nárazu a kavitaci. Vzniklé povlaky jsou používány zejména pro svou otěruvzdornost. Uplatnění nachází například v rotujících částech turbín pracujících ve velmi náročných podmínkách. Dále se používají v ropném a plynárenském průmyslu nebo pro válce zpracovávající papír a celulózu. [36]

Tab. 4 Chemické složení prášku Amperit 508.072 [hm. %] [35]

Co	Cr	C	Fe	O	W
9-11	3,5-5	5,3-6,2	max 0,3	max 0,2	zbytek



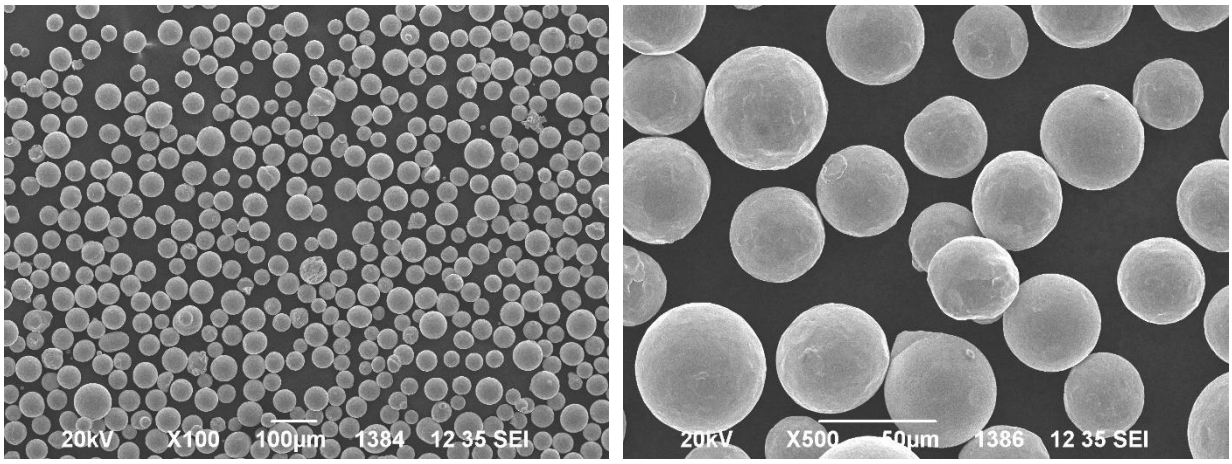
Obr. 23 SEM snímky prášku Amperit 508.072 [35]

10.2.2.2 Stellite 6

Stellite 6 (Co-Cr-W) je slitina na bázi kobaltu, která se skládá z tvrdých karbidických fází rozmístěných v matrici CoCr. Prášek byl vyroben technologií, kdy je kovová tavenina rozptýlena v plynu na malé částice, jejichž velikost se pohybuje v rozmezí 20-53 µm. Vytvořené povlaky jsou odolné vůči opotřebení, zadírání a korozi a zachovávají si tyto vlastnosti i při vysokých teplotách. Povlaky ze slitiny Stellite se široce používají k ochraně různých dílů proti opotřebení, zejména kavitaci a erozi dále také proti korozi a oxidaci. Chemické složení této slitiny je uvedeno v Tab. 5. [37] [38]

Tab. 5 Chemické složení slitiny Stellite 6 [hm. %] [37] [39]

Cr	W	Fe	Ni	C	Si	Co
28,5	4,4	1,5	1,5	1,1	1	zbytek



Obr. 24 SEM snímek morfologie prášku Stellite 6

10.3 Příprava vzorků

Pro testování přilnavosti žárového povlaku na aditivně připravených površích, byly vybrány dvě technologie. První technologie spočívala ve výrobě celého vzorku pomocí 3D tisku. Druhá technologie byla zaměřena na přípravu povrchu laserovým texturováním. Takto vytvořené vzorky byly následně nadeponovány vybranými povlaky metodou HVOF.

10.3.1 3D tisk vzorků

Jednou ze zvolených metod přípravy povrchu byl zvolen 3D tisk. Z důvodu snahy o vynechání kroku otryskání korundovým pískem, byl návrh parametrů zacílen na různou topologii povrchu tištěných vzorků. Optimalizací parametrů 3D tisku bylo navrženo 10 různých sad vzorků, které byly následně nadeponovány dvěma typy vrstev. Prvním použitým přídavným materiálem byl cermetický povlak WC-10Co4Cr, viz kapitola 10.2.2.1. Druhým byl Stellite 6, viz kapitola 10.2.2.2. Oba povlaky byly nadeponovány pomocí vysokorychlostního nástřiku plamenem HVOF JP 5000. Takto upravené vzorky byly následně podrobeny zkoušce adheze.

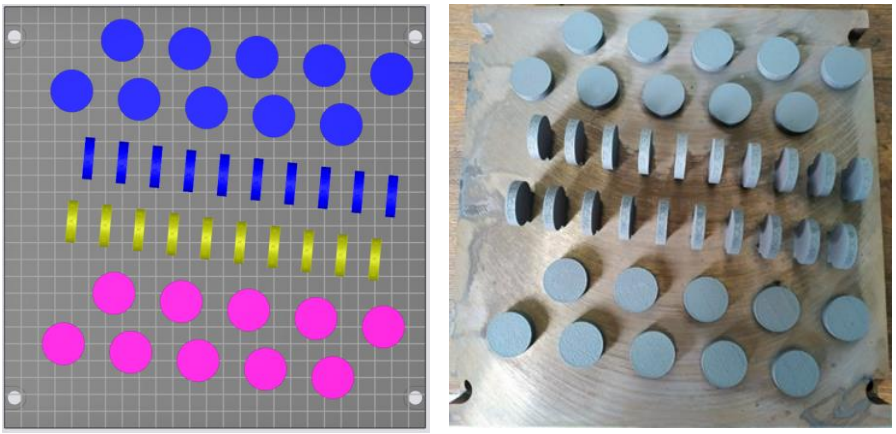
V následující tabulce je provedeno základní shrnutí použitých variant procesních parametrů. Vzorky jsou značeny dle klíče: TypÚpravy_SměrTisku_TypVrstvy. Sloupec nazvaný typ úpravy vyjadřuje základní změnu parametrů povrchu, kde zkratka SP značí standardní parametry a zkratka UP upravené parametry.

Tab. 6 Navržené parametry 3D tištěných vzorků

Označení	Typ úpravy
SP_Z_V1 (-5)	SP
SP_X_V1 (-5)	SP
SPbUS_Z_V1 (-5)	SP - Vypnutý UpSkin
SPUP1_Z_V1 (-5)	UP1 struktura jako po otryskání; Ra cca10um (standardní pra s šachovnicí v up skin)
SPUP2_Z_V1 (-5)	UP2 struktura zcela jiná než po otryskání; Ra cca10um (138 W x 600 mm/s - Vypnutý UpSkin)
SPUP3_Z_V1 (-5)	UP3 povrch s Ra větší než 10 um (195 W x 1500 mm/s - Vypnutý UpSkin)
SPUP4_Z_V1 (-5)	UP4 povrch s Ra menší než 10 um (305 W x 1000 mm/s - Vypnutý UpSkin)
SPH1_Z_V1 (-5)	UP5 změna hatch 1 (300 W x 925 mm/s + D=0,14 mm - Vypnutý UpSkin)
SPH2_Z_V1 (-5)	UP6 změna hatch 2 (350 W x 600 mm/s + D=0,2 mm - Vypnutý UpSkin)
SPH3_Z_V1 (-5)	UP7 změna hatch 3 (350 W x 750 mm/s + D=0,16 mm - Vypnutý UpSkin)

Vzorky o průměru 25 mm a výšce 5 mm byly tištěny z oceli MS1, viz kapitola 10.2.1.1, na stroji EOS M290 s ochranou atmosférou dusíku. Vzorky byly tištěny technologií DMLS neboli Direct Metal Laser Sintering, kdy vysoce výkonný laser selektivně natavuje a spojuje částice v prostoru pro nanášení prášku. Do tohoto prostoru stroj v pravidelných intervalech, mezi každou spékanou vrstvou, distribuuje rovnoměrné vrstvy kovového prášku. Během tisku dochází k automatickému generování podpůrných struktur, které jsou budovány současně ze stejného materiálu a později jsou manuálně odstraněny. [40]

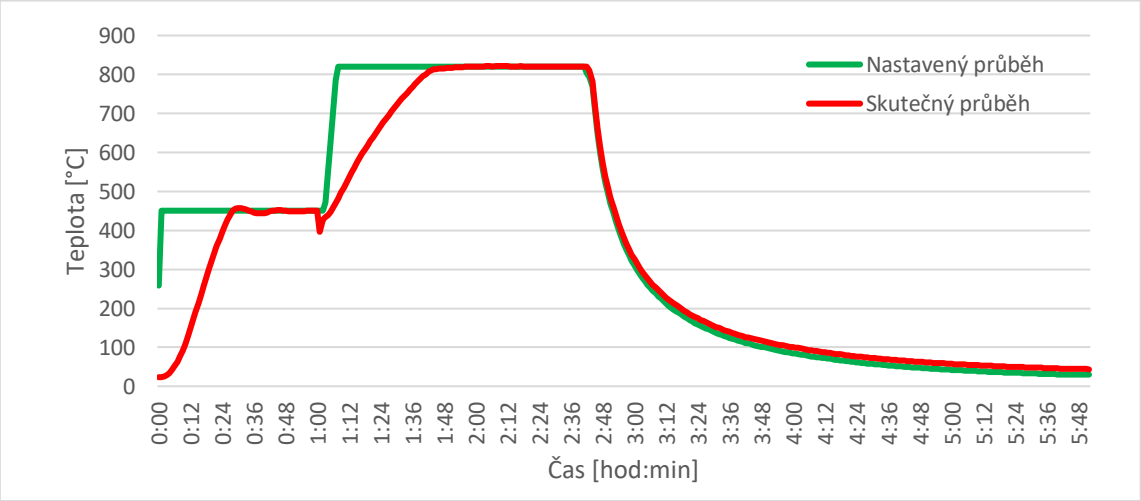
Z důvodu možnosti deklarace spolehlivosti tisku z hlediska zabezpečení teplotního rozložení a pórovitosti vzorků byl proces tisku monitorován pomocí monitorovacích systémů Melt pool a Optical tomography. Na Obr. 25 jsou pro ukázku zobrazeny vzorky pro zkoušku adheze po nastavení v SW a po tisku.



Obr. 25 Vzorky s rozdílnými parametry povrchu v SW EOS Print (vlevo), vzorky po tisku (vpravo) [16]

Všechny vzorky byly po vytištění tepelně zpracovány v režimu žíhání ke snížení vnitřního pnutí, viz Obr. 26. Během této operace došlo k eliminaci vnitřního pnutí materiálu, které je způsobeno rychlým gradientem ohřívání a chladnutí v průběhu procesu tisku.

Sady vzorků, na které byl nadeponován žárový nástřik Stellite 6, byly žíhány ke snížení vnitřního pnutí v argonu. Konkrétně se jednalo o sady SPUP3_Z_V1, SPH3_Z_V1, SPUP1_Z_V1, SPH2_Z_V1 a SPH1_Z_V1. Tato operace byla provedena z důvodu ověření vlivu tepelného zpracování na výslednou přilnavost.



Obr. 26 Průběh žíhání ke snížení vnitřního pnutí

Po tepelném zpracování proběhl postprocesing vzorků, který se týkal spodní (nefunkční) plochy, která byla po odříznutí a odstranění podpůrných struktur přebroušena z důvodu zajištění rovnoběžnosti ploch, což je nezbytným požadavkem pro zkoušku přilnavosti vrstvy.

Výroba 3D tištěných vzorků a jejich tepelné zpracování bylo zprostředkováno regionálním technologickým institutem (RTI) Západočeské univerzity v Plzni, kde se uskutečnil také návrh faktorového plánu procesních parametrů tisku. Tyto procesní parametry byly konzultovány s týmem AG. Následný postprocesing z velké části proběhl ve firmě AG.

10.3.2 Vzorky připravené laserovým texturováním

Druhou metodou přípravy povrchu bylo zvoleno laserové texturování pomocí pevnolátkového pulsního nanosekundového laseru a polygonového skeneru, kdy na povrchu substrátu z oceli 11 523 byla vytvářena důlkovitá struktura. Laser pracuje na nominální vlnové délce 1070 nm s délkou pulsu 60 ns, výkonu 1 W a frekvencí pulsu 0,7 GHz. Průměr laserového svazku je však menší, než požadovaný průměr důlků, který byl stanoven na 70 µm, z tohoto důvodu byly s ohledem na výrobu upraveny výsledné průměry struktury na 60-65 µm. Laserové texturování sestávalo ze série rovnoběžných čar pokrytých důlky. Skener zastavil laserový paprsek na určitém bodě a vzápětí byly generovány pulsy, díky kterým vznikla požadovaná struktura. Důlky byly v závislosti na jejich hloubce a průměru tvořeny určitým počtem pulsů. Aby laser vyslal jednotlivé pulzy do totožného důlku, je nutné, aby pracoval v pulzně-synchronním režimu, právě proto byl zvolen nanosekundový laser. Touto

metodou bylo ve spolupráci s Hochschule Mittweida vytvořeno 5 sad o definované hloubce a vzdálenosti mezi důlky, viz Tab. 7. Mikrostruktura takto vytvořeného povrchu je blíže popsána v kapitole 11.1.2.

Tab. 7 Definované struktury pro jednotlivé sady vzorků

Sada	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
Typ struktury	důlkovitá	důlkovitá	důlkovitá	důlkovitá	důlkovitá
Průměr důlků [µm]	60 - 65	60 - 65	60 - 65	60 - 65	60 - 65
Vzdálenost důlků [µm]	80	80	80	70	100
Hloubka důlků [µm]	40	70	100	70	70
Počet pulsů [µm]	15	20	40	26	20

10.4 Použitá technologie nástřiku

Pro nanesení žárových povlaků byla zvolena technologie vysokorychlostního nástřiku plamenem. Vzorky byly nadeponovány pomocí HVOF nástřikového systému TAFA JP 5220, viz. Obr. 27. Na kruhové vzorky o průměru 25 mm a výšce 5 mm vytištěné na 3D tiskárně byl nanesen žárový nástřik Amperit 508.074 a Stellite 6. Tloušťka výsledného povlaku se pohybovala v rozmezí 0,3-0,4 µm pro Amperit 508.072 a 0,3 µm pro Stellite 6. Vzorky texturované laserem byly nadeponovány materiálem Stellite 6 s tloušťkou povlaku okolo 0,3 µm. Pro nástřik těchto materiálů, byly ve snaze o dosažení optimálních vlastností výsledného povlaku, zvoleny nástřikové parametry, viz Tab. 8. Vzorky byly po každém přejezdu chlazeny tryskami stlačeného vzduchu. Maximální teplota vzorků během nástřiku dosahovala 130 °C. Celkový počet přejezdů pro dosažení požadované tloušťky povlaku byl 7.

Obr. 27 Nástřikový systém TAFA JP 5220

Tab. 8 Nástřikové parametry pro jednotlivé materiály

Technologie	**3D tisk**		**Texturování**
Materiál prášku	**Amperit 508.072**	**Stellite 6**	**Stellite 6**
Průtok kyslíku	1050 l/min	996 l/min	996 l/min
Průtok kerosinu	23 l/min	27 l/min	27 l/min
Depoziční vzdálenost	380 mm	360 mm	360 mm
Barel	6´´	6´´	6´´
Množství podávaného prášku	160 +/- 20 g/min	90 +/- 10 g/min	90 +/- 10 g/min
Rychlost posunu	33 m/min	33 m/min	33 m/min
Offset	6 mm	6 mm	6 mm
Tlak ve spalovací komoře	7,3 bar	7,5 bar	7,3 bar

10.5 Analýza mikrostruktury

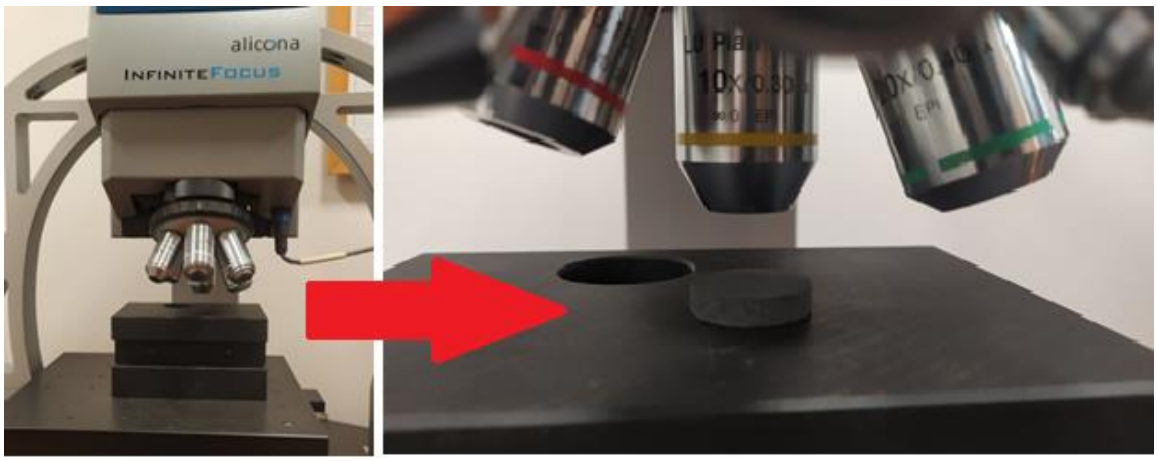
Kruhové vzorky opatřené povlakem byly nařezány dle požadovaných rozměrů na pile LECO LSM 250 M2. Následně byly jednotlivé vzorky zality do epoxidové pryskyřice sestávající z Epoxy Resin a Epoxy Hardener ve stanoveném poměru. Vytvrzení proběhlo při pokojové teplotě po dobu 24 hodin. Další operací bylo broušení a leštění na stroji ATM Saphir 250. Nejprve proběhlo broušení na kotoučích MD Piano 220, poté následovalo leštění na leštících plátnech MD Alegro a MD Dac. Během leštění byly použity diamantové leštící pasty značky Struers (9 a 3 mikronu)

Pro vyhodnocení mikrostruktury pomocí optické mikroskopie byl použit optický světelný mikroskop značky Arsenal.

Analýza mikrostruktury pomocí řádkovací elektronové mikroskopie byla provedena na přístroji JEOL JSM 6490 LV. Tento model je zároveň vybaven elektronově disperzním spektrometrem rtg. záření Oxford Instruments INCA 300.

10.6 Měření topografie povrchu

U 3D tištěných vzorků proběhlo pro určení topografie povrchu monitorování povrchu na opticko-skenovacím zařízení IFM G4, viz Obr. 28. Výstupem měření byly profilové drsnosti a barevná topografie povrchu, viz kapitola 11.2. Pro vyhodnocení profilové drsnosti byla na vzorcích scanována plocha o velikosti 25 x 5 mm. Vyhodnocované parametry drsnosti všech vzorků byly Ra, Rq, Rt a Rz, jejich výsledky jsou uvedeny v Tab. 9, která je obsažena v kapitole 11.2.



Obr. 28 Měření drsnosti a topografie 3D tištěných vzorků na zařízení IFM G4

10.7 Provedení zkoušky přilnavosti v tahu

Pro vyhodnocení přilnavosti testovaných vzorků byla použita zkouška přilnavosti v tahu, která se řídí normou ČSN EN ISO 14 916 „Žárové stříkání - stanovení přilnavosti v tahu“. Každá z testovaných sad obsahovala 5 vzorků o rozměrech Ø 25x6 mm.

Při provádění zkoušky přilnavosti na běžných vzorcích je důležitým krokem otryskání všech ploch (kromě povlaku), na které bude naneseno lepidlo. Na takto připravené kontaktní plochy bylo pomocí dřevěné špachtle rovnoměrně naneseno lepidlo HTK Ultra Bond 100 od firmy HTK Hamburg GmbH s maximální pevností lepeného spoje okolo 70 MPa. Testovaný vzorek natřený lepidlem z obou čelních ploch byl vložen do formy mezi dva válečky s vnitřním závitem (Ø 25 mm), jejichž čelní plochy byly taktéž opatřeny lepidlem. Po spojení vzorku s válečky bylo zkontrolováno, zda obě kontaktní plochy lepených spojů spolu těsně lícují.

Mezi válečky a osové utahovací šrouby byly vloženy distanční vložky. Tyto vložky slouží k vyplnění volného prostoru mezi válečky a šrouby a k vytvoření plochy pro opření utahovacích šroubů, viz Obr. 29. Následně byla nasazena horní polovina formy, která byla ke spodní polovině připevněna šrouby s vnitřním šestihranem. V posledním kroku bylo zajištěno utažení obou osových šroubů pomocí momentového klíče s definovaným momentem síly 4 Nm. Takto připravené formy byly podrobeny tepelnému zpracování v peci při 190 °C po dobu 50 minut pro zajištění dostatečného vytvrzení lepidla.

Po vychladnutí byly vzorky podrobeny tahové zkoušce na zkušebním systému ZZ5 Zwick. Vzorky byly předzatíženy silou 5 MPa a dále byly zatěžovány rychlostí 1 mm/min až do porušení. Adhezivní/kohezivní pevnost v tahu R_H byla vypočtena jako podíl maximálního zatížení F_m a průřezu vzorku v místě lomu S.

$$R_H = \frac{F_m}{S}$$

Obr. 29 Připravený lepený spoj ve formě

10.7.1 Vyhodnocení zkoušky

Po dostatečném tepelném vytvrzení adhezivního spoje a zajištění symetrického upnutí a zatížení vzorku byla provedena zkouška tahem. Zkouška se zpravidla provádí až do úplného přetržení vzorků. Součástí vyhodnocení je pečlivá vizuální kontrola testovaných vzorků, kdy může dojít k následujícím způsobům porušení:

- Adhezivní porušení - k porušení dojde na rozhraní povlak-základní materiál. Zjištěné napětí R_h v tomto případě odpovídá adhezivní síle neboli přilnavosti povlaku k substrátu.
- Kohezivní porušení - k porušení dojde uvnitř povlaku. V tomto případě je adheze povlaku k substrátu vyšší než koheze v rámci samotného povlaku.
- Kombinace adhezivního a kohezivního porušení - jedná se o tzv. adhezivně-kohezivní porušení.
- Porušení lepeného spoje - při tomto výsledku lze říct, že adhezivní spojení mezi povlakem a substrátem je vyšší než pevnost vytvrzeného lepidla. Výsledek zkoušky neodpovídá reálné hodnotě přilnavosti povlaku k substrátu. [41]

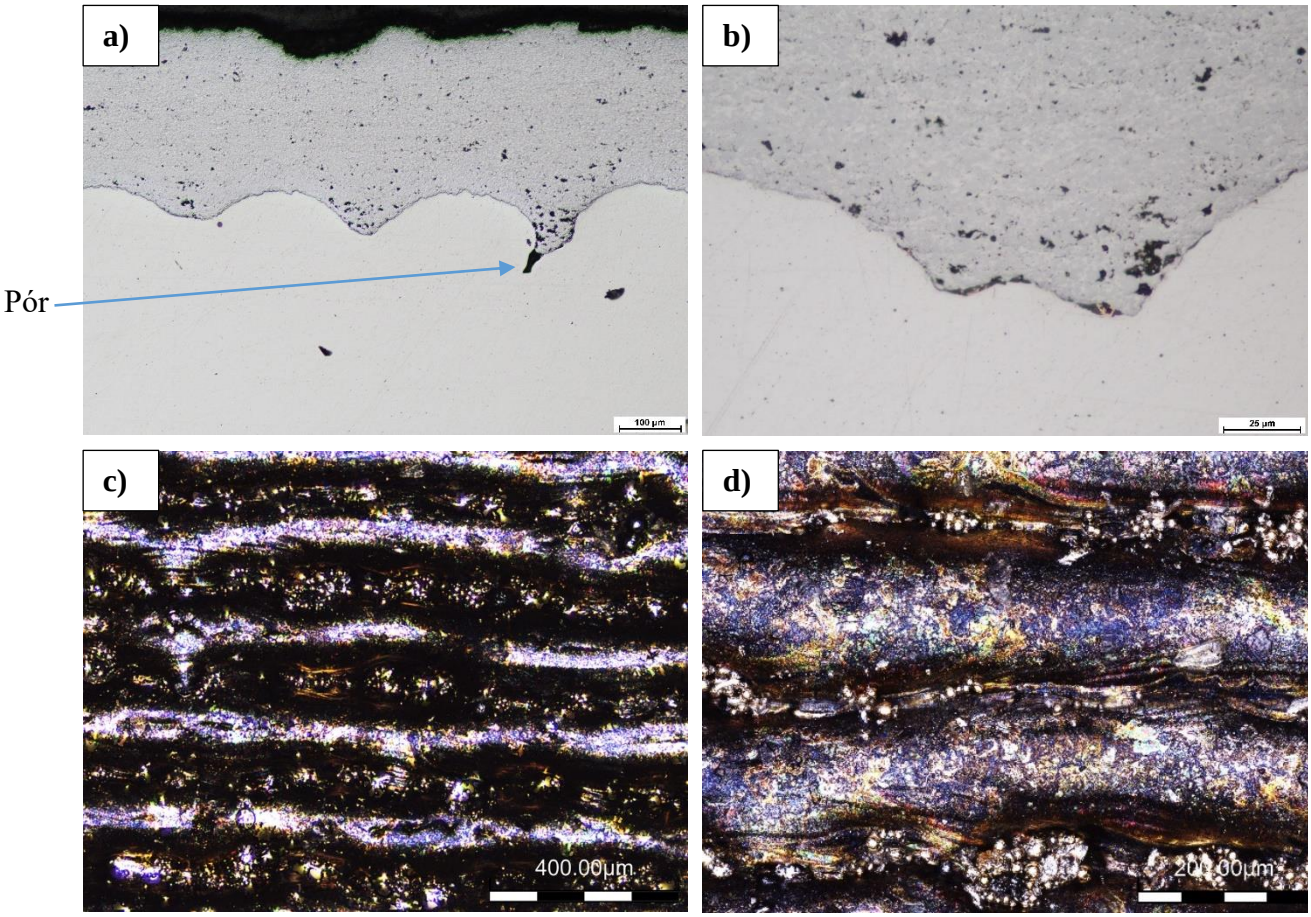
11 Výsledky

11.1 Hodnocení mikrostruktury povlaků

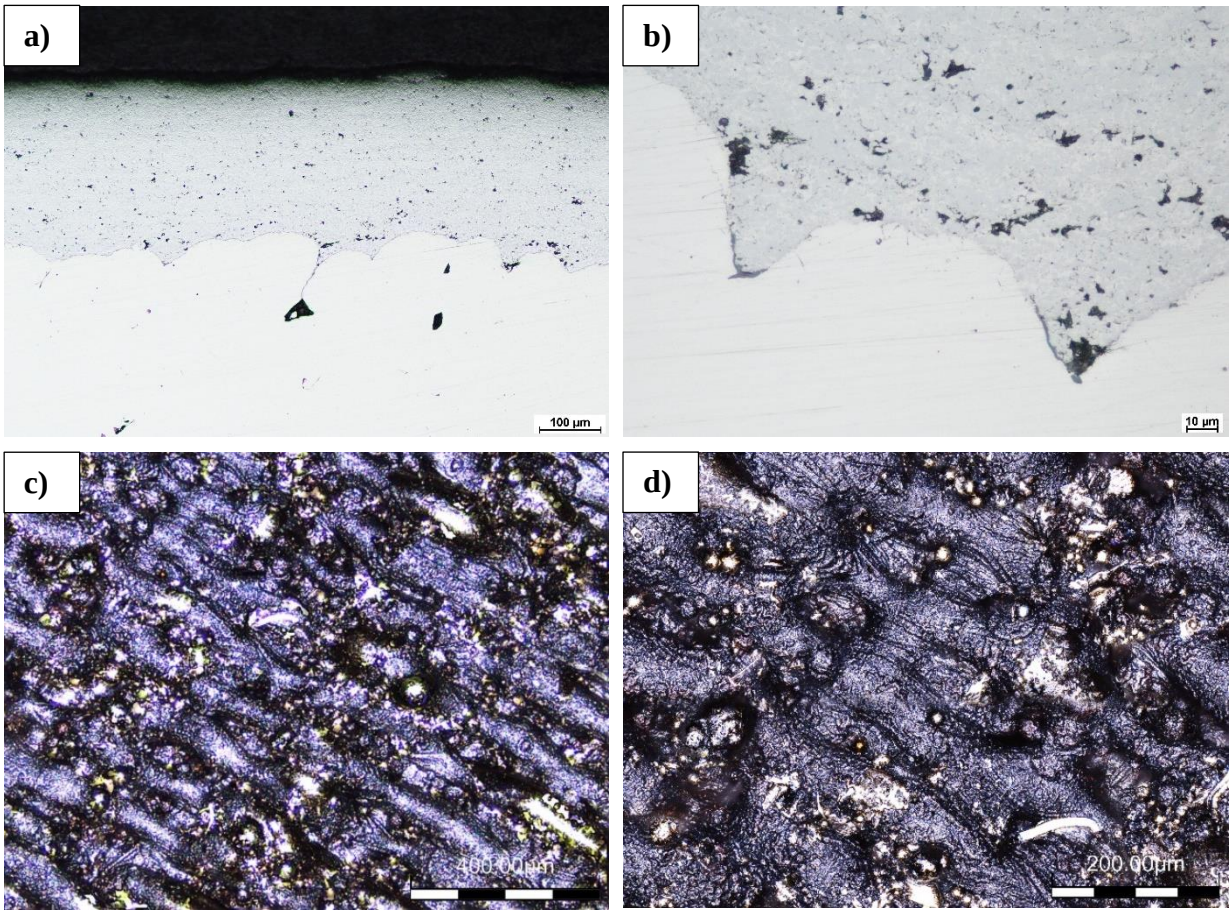
11.1.1 3D tištěné vzorky

V této kapitole jsou uvedeny příklady vzorků nedeponovaných materiálem Amperit 508.072, u kterých byly na optickém mikroskopu nafoceny mikrostruktury rozhraní povlak-substrát. U sad vzorků nadeponovaných Stellitem 6 nebylo možné provést metalografický výbrus z důvodu omezeného množství vzorků. Tyto sady totiž obsahovaly vždy pouze pět vzorků určených pro testování přilnavosti.

Jako příklady mikrostruktury povlaku Amperit 508.072 byly vybrány sady SPH2_Z_V1 a SPUP2_Z_V1. Uvedené sady vzorků jsou znázorněny na Obr. 30 a Obr. 31. Na snímcích a) a b) je znázorněna mikrostruktura rozhraní povlak-substrát po nanesení žárového nástřiku. Prášek Amperit 508.072 má jemnou zrnitost, která se projevila na mikrostruktuře výsledného povlaku. Povlak má minimální pórovitost a jednotlivé splaty jsou vzájemně propojeny bez viditelných hranic. Na rozhraní se v minimální míře vyskytovaly drobné póry, které však neměly vliv na výslednou přilnavost. Snímky c) a d) zobrazují povrch vzorků před depozicí.



Obr. 30 Snímky mikrostruktury sady SPH2_Z_V1 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - d)



Obr. 31 Snímky mikrostruktury sady SPUP2_Z_V1 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - d)

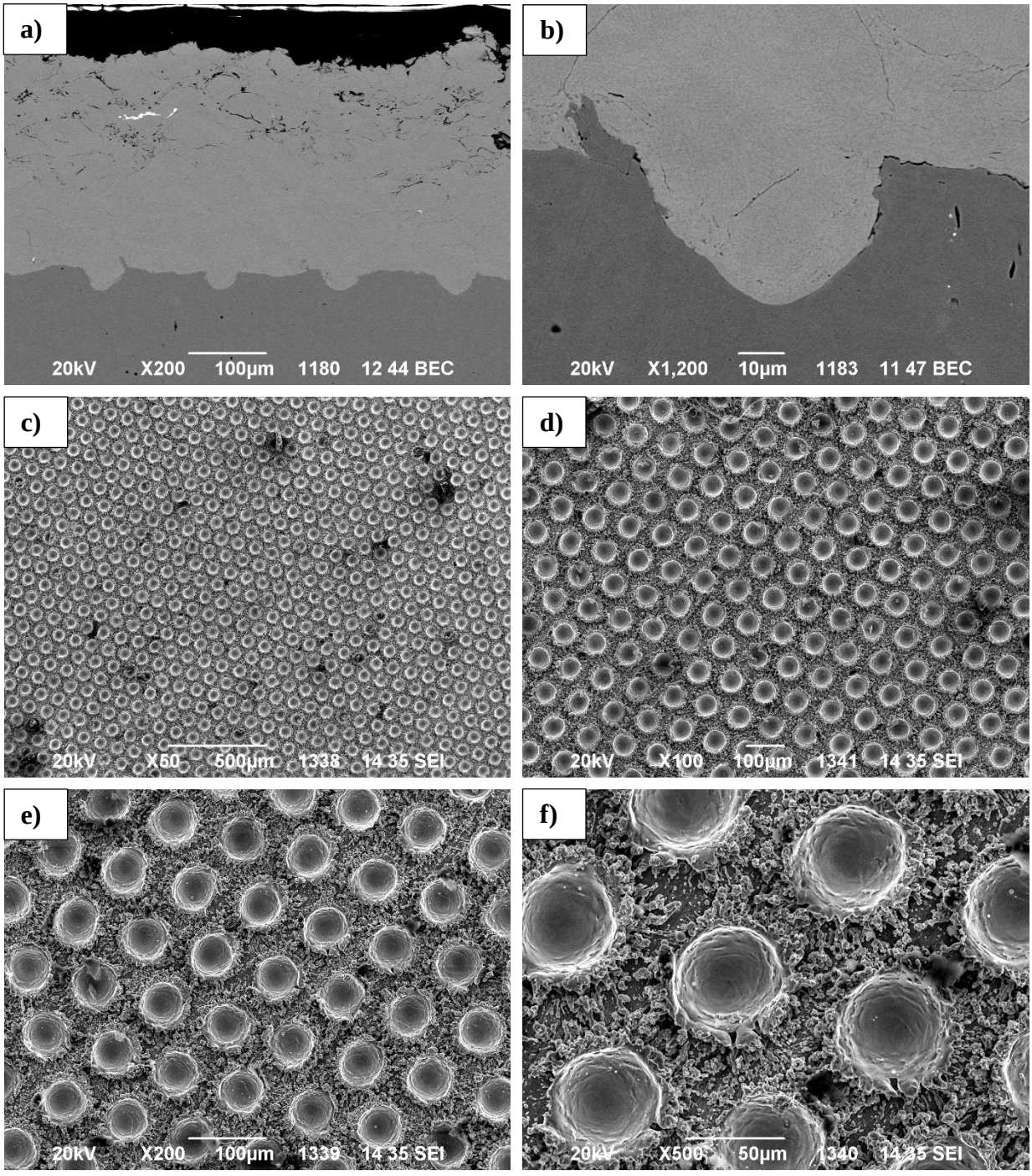
11.1.2 Laserem texturované vzorky

Snímky mikrostruktury texturovaných vzorků byly pořízeny na řádkovacím elektronovém mikroskopu v prostorách VZÚ Plzeň. U každé sady vzorků bylo pozorováno rozhraní povlak-substrát, kde byla zkoumána kvalita zaplnění vytvořených důlků. Z důvodu nepřesnosti řezání na metalografické pile nedošlo vždy k říznutí vzorku ve směru umístění důlků, z toho důvodu nejsou důlky pravidelně vykresleny v celé rovině. Jejich pravidelné uspořádání je však viditelné na snímcích povrchu před nanesením žárového nástřiku, které následují vždy po snímcích v řezu.

Na Obr. 32 a)-b) je znázorněna mikrostruktura sady 1 s důlky o průměru 60-65 µm a hloubce 40 µm. Velikost částic prášku je menší než průměr důlků, z toho důvodu došlo k plnému zaplnění vytvořené struktury bez vzniklých dutin na rozhraní. Na Obr. 32 a) až Obr. 36 a) je zřetelná lamelární struktura povlaku a ve vrstvách blíže k povrchu také značná pórovitost. Spodní část nástřiku je zhutněna, tudíž obsahuje minimální množství pórů. Povlaky dále obsahují neroztavené a poloroztavené částice a vměstky. Neroztavené částice jsou v povlaku identifikovány svou velikostí a téměř sférickou morfologií podobnou té, která je znázorněna na Obr. 24. Laserové texturování ani depozice žárového nástřiku neprobíhala ve vakuu, tudíž je rozhraní povlak-substrát zoxidované. Dále se v objemu povlaku vyskytují oxidy, které se pravděpodobně vytvořily v důsledku oxidace letících částic mezi po sobě

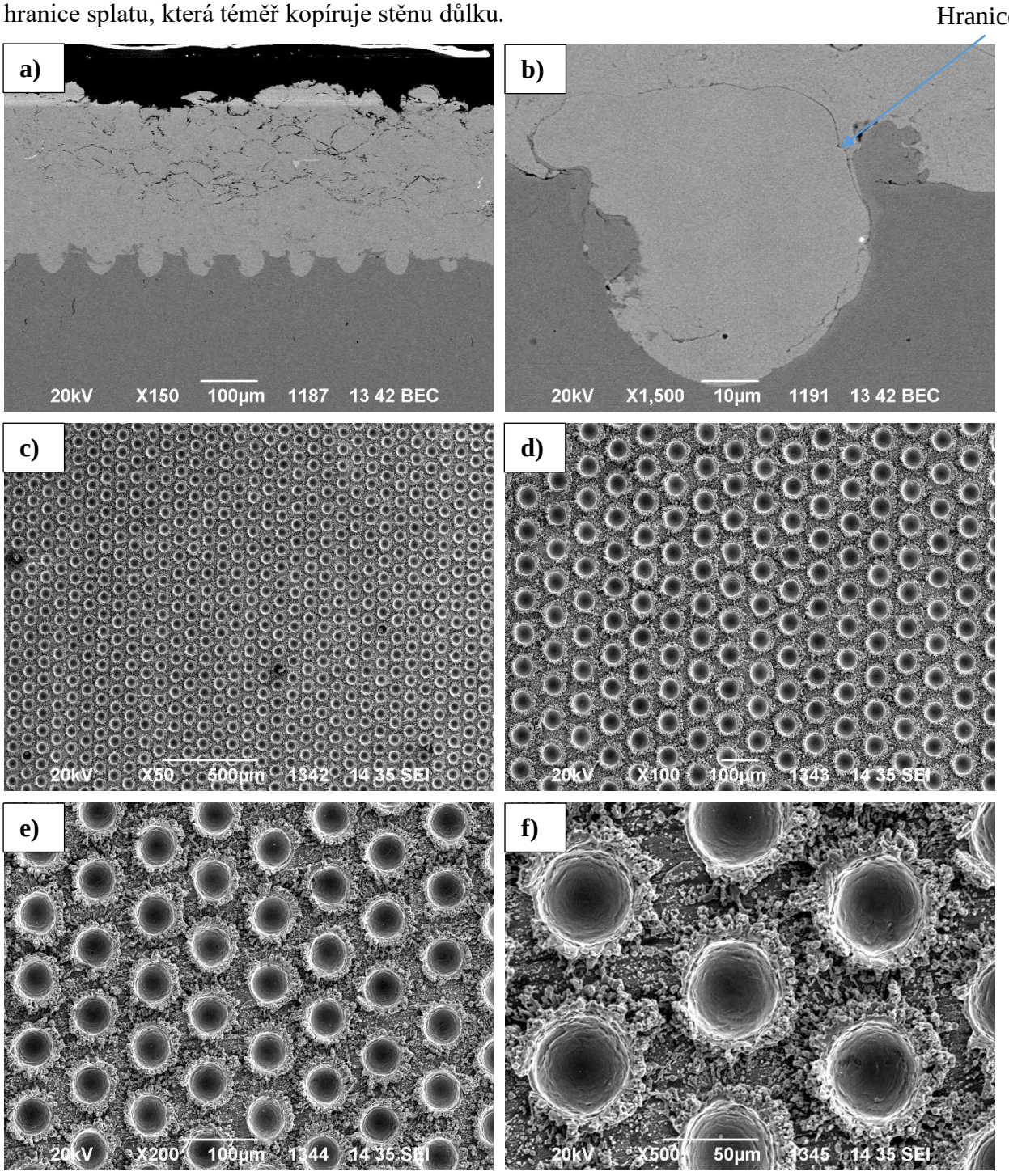
jdoucími přejezdy. Ty se v mikrostruktuře objevily ve formě meziplášťových lamel nebo globulí orientovaných rovnoběžně s povrchem substrátu. Tento popis platí i pro zbylé deponované sady vzorků.

Obrázky c)-d) vykreslují strukturu povrchu před depozicí žárového nástřiku. V okolí důlků se vyskytují drobné kapičky vytlačeného kovu, které by neměly mít vliv na výslednou hodnotu přilnavosti. Ze snímků je poznat, že se zvyšujícím se počtem pulzů se topografie povrchu kolem důlků stávala drsnější.



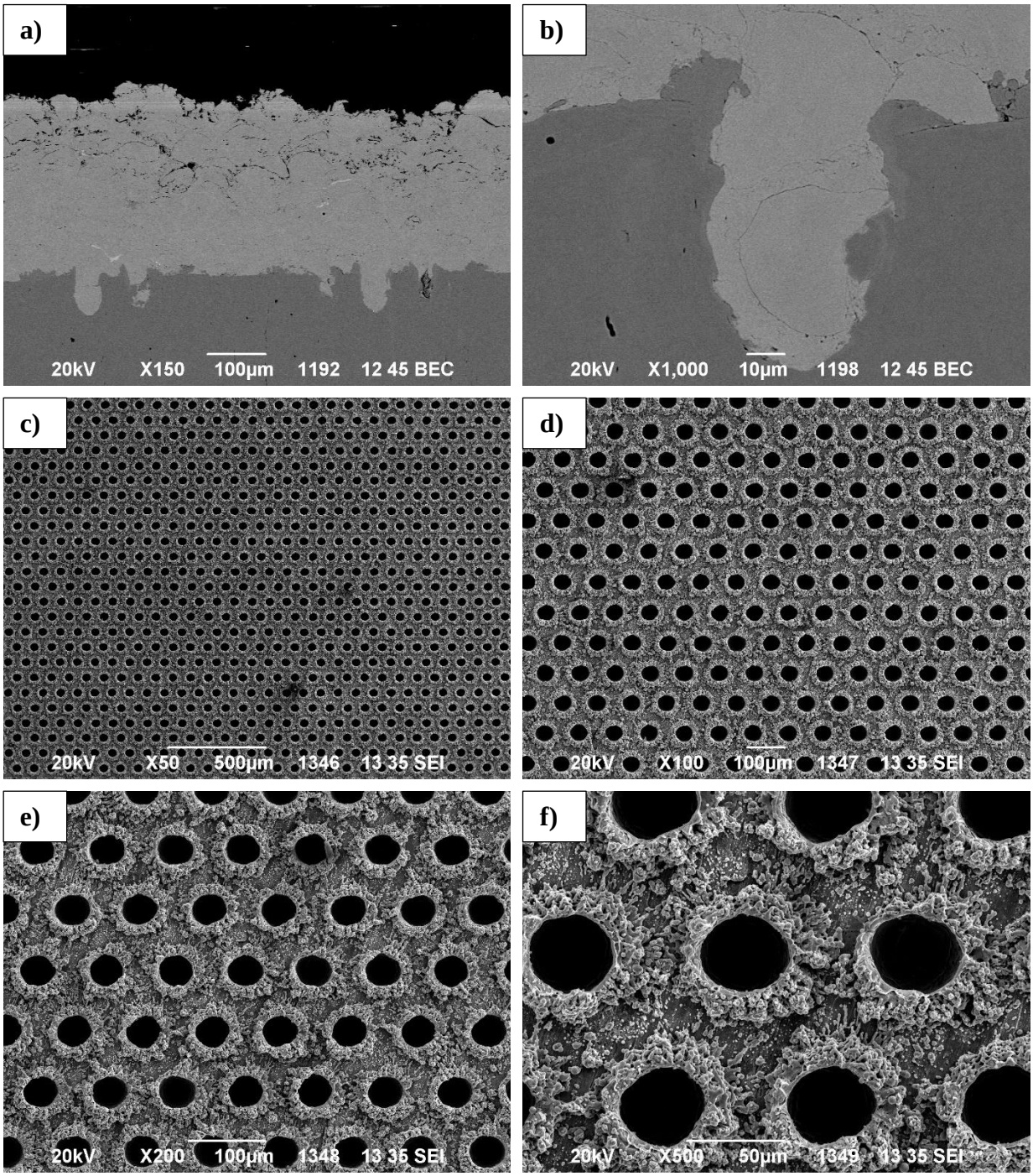
Obr. 32 SEM snímky mikrostruktury sady 1 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f)

Obr. 33 zobrazuje strukturu s důlky o hloubce 70 µm. Na obrázku b) je jasně viditelná hranice splatu, která téměř kopíruje stěnu důlku.



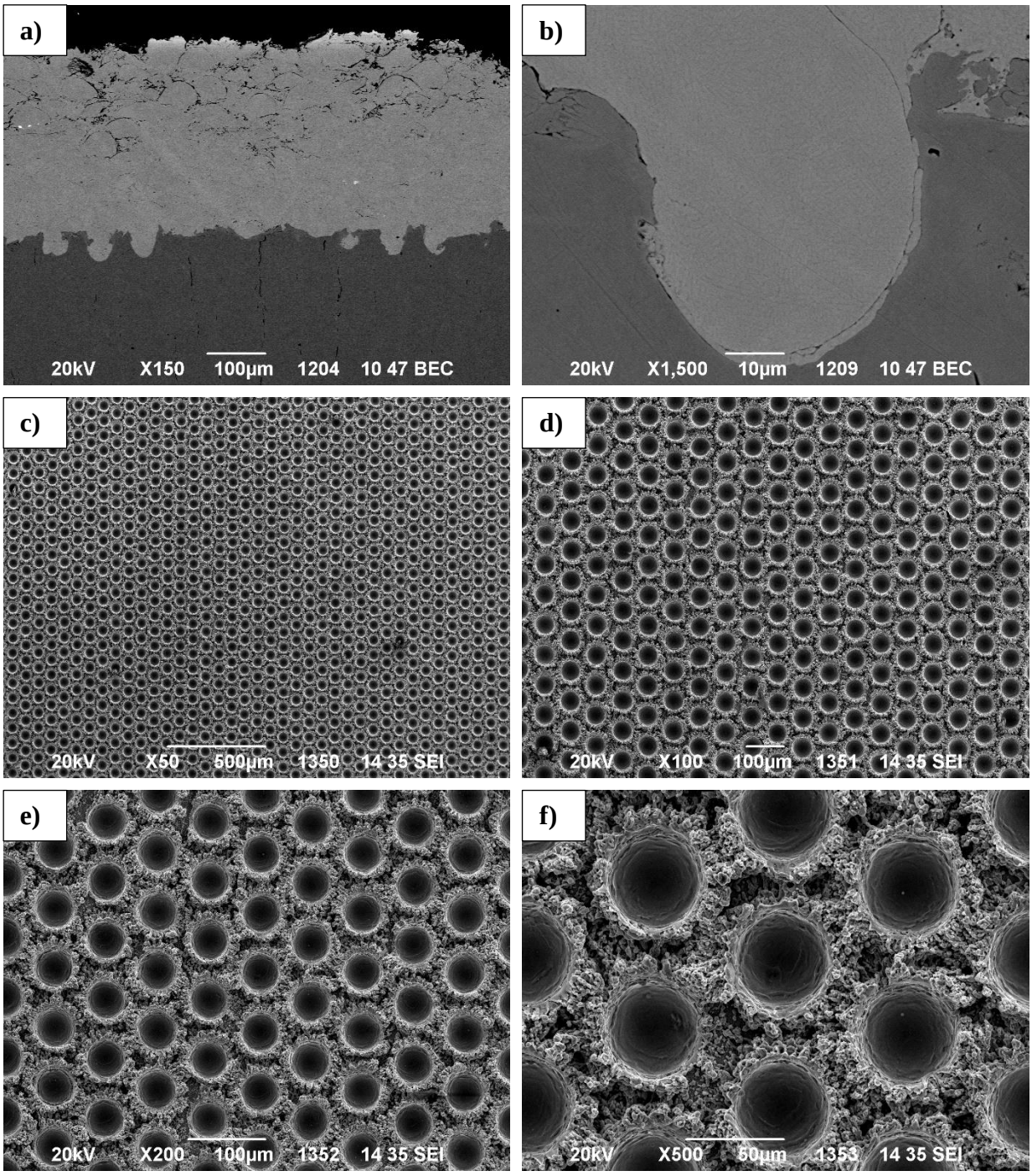
Obr. 33 SEM snímky mikrostruktury sady 2 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f)

Na Obr. 34 je struktura s největší vytvořenou hloubkou důlků, která dosahovala 100 µm. Důlky jsou zaplněny na rozdíl od předchozích struktur vícero splaty, což je viditelné opět z obrázku b). Zde se nepovedlo vytvořit řez v rovině důlků, vzniklá struktura je však zobrazena na obrázku c)-d).



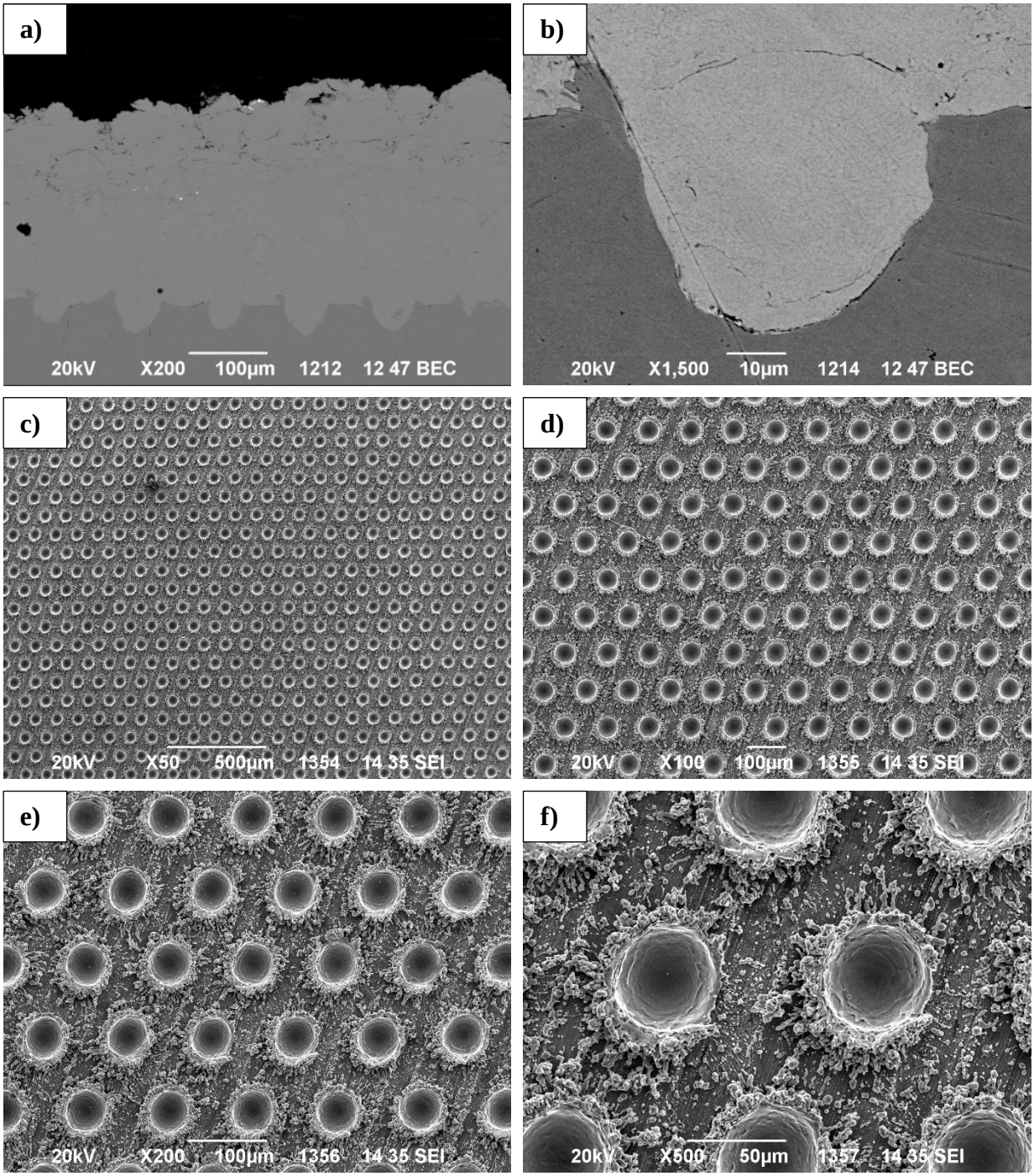
Obr. 34 SEM snímky mikrostruktury sady 3 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f)

Obr. 35 zobrazuje strukturu s důlky o hloubce 70 µm. Vzdálenost jednotlivých důlků je oproti předchozím sadám kratší, pohybuje se okolo 70 µm (předchozí sady 80 µm). Důlky byly vytvořeny větším počtem pulsů (26) a zdají se být hlubší než u sady 2 a 5, jejichž hloubka je totožná. Rozdíl je pravděpodobně způsoben větším rozevřením důlku v jeho spodní části.



Obr. 35 SEM snímky mikrostruktury sady 4 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f)

Na Obr. 36 je sada 5, na kterou byly vytvořeny důlky o hloubce 70 µm. Vzdálenost je oproti ostatním sadám největší a pohybuje se okolo 100 µm.



Obr. 36 SEM snímky mikrostruktury sady 5 v řezu a) - b), povrch před nástřikem c) - f)

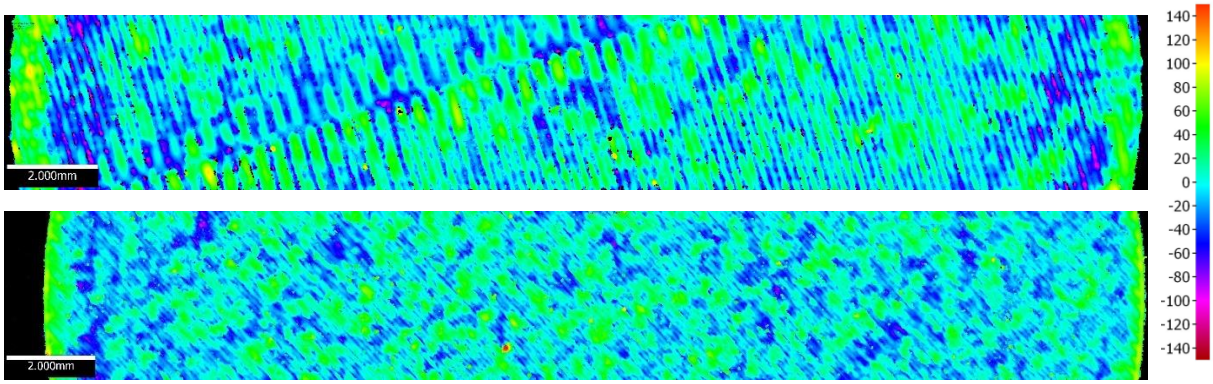
11.2 Vyhodnocení topografie

Měřením profilové drsnosti byly získány hodnoty střední aritmetické odchylky profilu (Ra), průměrné kvadratické odchylky (Rq), celkové výšky profilu (Rt) a výšky nerovnosti profilu z 10 bodů (Rz). Naměřené hodnoty jsou obsaženy v Tab. 9. Nejvyšších drsností dosahovaly sady SPUP2_Z_V1, SPUP3_Z_V1 a SPH3_Z_V1.

Topografie povrchu byla měřena pouze u 3D tištěných vzorků. Jako příklady jsou uvedeny obrázky sady SPH2_Z_V2 a SPUP2_Z_V1, viz Obr. 37.

Tab. 9 Profilová drsnost 3D tištěných vzorků

	Číslo vzorku	Profilová drsnost			
		Ra	Rq	Rt	Rz
SP_Z_V1 (-5)	5	8.4	10.8	95.6	67.7
SP_X_V1 (-5)	5	7.3	9.8	73.1	61.2
SPbUS_Z_V1 (-5)	5	15.4	19.9	158.6	134.8
SPUP1_Z_V1 (-5)	5	17.3	21.6	129.9	114.0
SPUP2_Z_V1 (-5)	5	17.4	22.3	176.1	146.6
SPUP3_Z_V1 (-5)	5	23.5	29.4	194.3	171.2
SPUP4_Z_V1 (-5)	5	12.1	15.6	120.9	92.9
SPH1_Z_V1 (-5)	5	17.8	22.9	168.2	126.4
SPH2_Z_V1 (-5)	5	20.3	25.6	172.0	129.4
SPH3_Z_V1 (-5)	5	20.0	25.1	203.6	141.7



Obr. 37 Topografie povrchu sady SPH2_Z_V1 (nahoře), SPUP2_Z_V1 (dole)

11.3 Vyhodnocení zkoušky přilnavosti

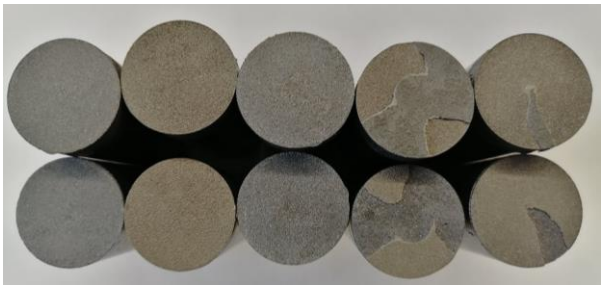
11.3.1 3D tištěné vzorky

Práškem Stellite 6 bylo celkově nastříkáno 5 sad vzorků (nástřikové parametry viz Tab. 8). Všechny vzorky byly po vyrobení žíhány v argonu, aby bylo možné ověřit, zda bude mít toto tepelné zpracování vliv na výslednou přilnavost. Nejlépe ze všech hodnocených vzorků vyšla sada SPUP3_Z_V1_Ar (66,3 MPa). Nejnižších hodnot dosáhla sada SPH1_Z_V1_Ar (23,4 MPa). Tab. 10 obsahuje průměrné hodnoty přilnavosti každé sady spolu s převažujícím typem porušení. Na Obr. 39 až Obr. 40 jsou zobrazeny vzorky po zkoušce přilnavosti. Detailnější výsledky zkoušky jsou uvedeny v PŘÍLOHA č. 1.

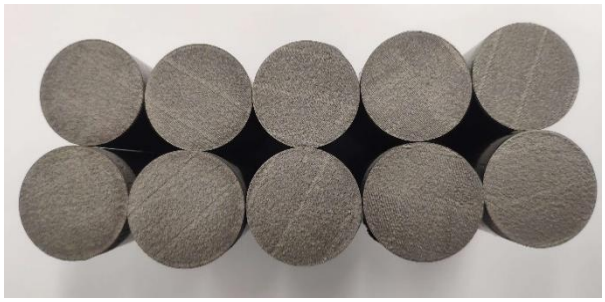
Tab. 10 Průměrné hodnoty přilnavosti 3D tištěných vzorků deponovaných práškem Stellite 6

Název sady	Průměrná přilnavost [MPa]	Směrodatná odchylka [MPa]	Převažující typ porušení
SPUP1_Z_V1_Ar	26,3	2,5	Odtržení povlaku
SPUP3_Z_V1_Ar	66,3	7,3	Adhezivně-kohezivní porušení
SPH1_Z_V1_Ar	23,4	7,4	Odtržení povlaku
SPH2_Z_V1_Ar	48,6	16,1	Kohezivně-adhezivní porušení
SPH3_Z_V1_Ar	25,6	9	Odtržení povlaku

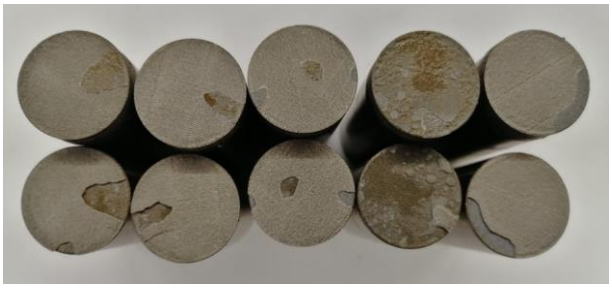
Obr. 38 Sada vzorků SPUP1_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti



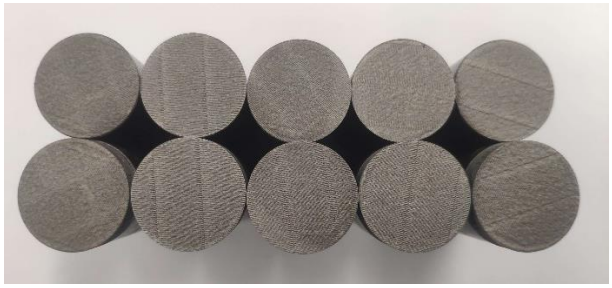
Obr. 39 Sada vzorků SPU3_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti



Obr. 40 Sada vzorků SPH1_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti



Obr. 41 Sada vzorků SPH2_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti



Obr. 42 Sada vzorků SPH3_Z_V1_Ar po zkoušce přilnavosti

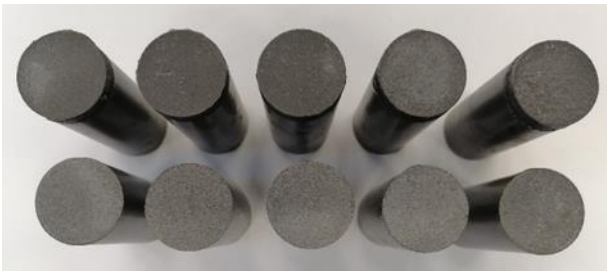
Práškem Amperit 508.072 bylo celkově nastříkáno 10 sad vzorků (nástřikové parametry viz Tab. 8). U všech nastříkaných vzorků bylo dosaženo požadované kvality povlaku. Nejlépe ze všech hodnocených vzorků vyšla sada SPUP4_Z_V1 (78,4 MPa). Naopak nejhůře dopadla sada SPUP2_Z_V1 (41,8 MPa). Tab. 11 obsahuje průměrné hodnoty přilnavosti každé sady spolu s převažujícím typem porušení. Na Obr. 43 až Obr. 50 jsou zobrazeny vzorky po zkoušce přilnavosti. Detailnější výsledky zkoušky jsou uvedeny v PŘÍLOHA č. 2.

Tab. 11 Průměrné hodnoty přilnavosti 3D tištěných vzorků deponovaných práškem Amperit 508.072

Název sady	Průměrná přilnavost [MPa]	Směrodatná odchylka [MPa]	Převažující typ porušení
SP_Z_V1	72,9	4,7	Porušení v lepidle
SP_X_V1	68,5	1,6	Porušení v lepidle
SPbUS_Z_V1	72,8	5,3	Porušení v lepidle
SPUP1_Z_V1	73,5	10,2	Odtržení povlaku
SPUP2_Z_V1	41,8	6,1	Porušení v lepidle
SPUP3_Z_V1	58,6	4,4	Kohezivně-adhezivní porušení
SPUP4_Z_V1	78,4	4	Porušení v lepidle
SPH1_Z_V1	63,3	3,8	Porušení v lepidle
SPH2_Z_V1	47,6	5,1	Porušení v lepidle
SPH3_Z_V1	58,2	10,7	Porušení v lepidle

Obr. 43 Sada vzorků SP_Z_V1 po zkoušce přilnavosti

Obr. 44 Sada vzorků SP_X_V1 po zkoušce přilnavosti



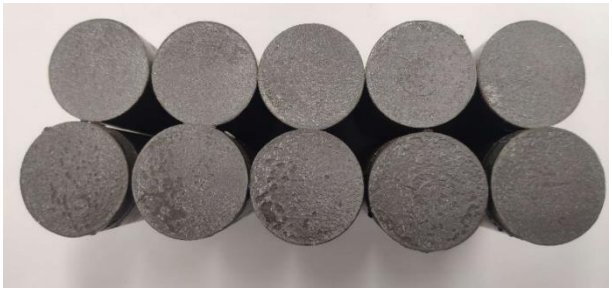
Obr. 45 Sada vzorků SPbUS_Z_V1 po zkoušce přilnavosti

Obr. 46 Sada vzorků SPUP1_Z_V1 po zkoušce přilnavosti

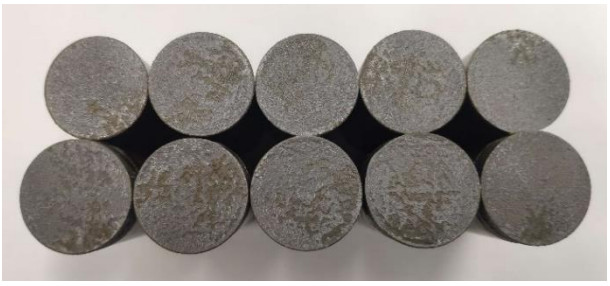
Obr. 47 Sada vzorků SPUP2_Z_V1 po zkoušce přilnavosti

Obr. 48 Sada vzorků SPUP3_Z_V1 po zkoušce přilnavosti

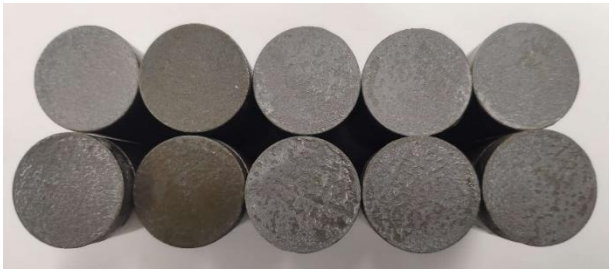
Obr. 49 Sada vzorků SPUP4_Z_V1 po zkoušce přilnavosti



Obr. 50 Sada vzorků SPH1_Z_V1 po zkoušce přilnavosti



Obr. 51 Sada vzorků SPH2_Z_V1 po zkoušce přilnavosti



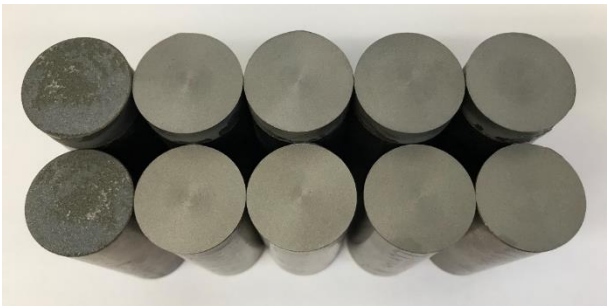
Obr. 52 Sada vzorků SPH3_Z_V1 po zkoušce přilnavosti

11.3.2 Laserem texturované vzorky

Práškem Stellite 6 bylo celkově nastříkáno 5 sad texturovaných vzorků (nástřikové parametry viz Tab. 8). U všech nastříkaných vzorků bylo dosaženo požadované kvality povlaku. Nejvyšších hodnot dosáhla sada sada 4 (75,9 MPa). Naopak nejhůře dopadla sada 5 (39,8 MPa). Tab. 11 obsahuje průměrné hodnoty přilnavosti každé sady spolu s převažujícím typem porušení. Na Obr. 53 až Obr. 57 jsou zobrazeny vzorky po zkoušce přilnavosti. Detailnější výsledky zkoušky jsou uvedeny v PŘÍLOHA č. 3.

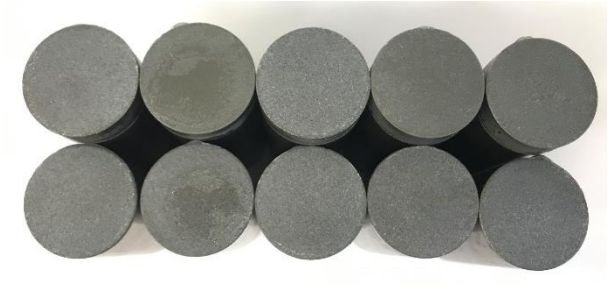
Tab. 12 Průměrné hodnoty přilnavosti texturovaných vzorků deponovaných práškem Stellite 6

Název sady	Ø Rh [MPa]	Směrodatná odchylka [MPa]	Převažující typ porušení
Sada 1	54,8	1,8	Odtržení povlaku
Sada 2	71,1	10,3	Porušení v lepidle
Sada 3	68,6	3	Porušení v lepidle
Sada 4	75,9	5,9	Porušení v lepidle
Sada 5	39,8	8,2	Kohezně-adhezivní porušení



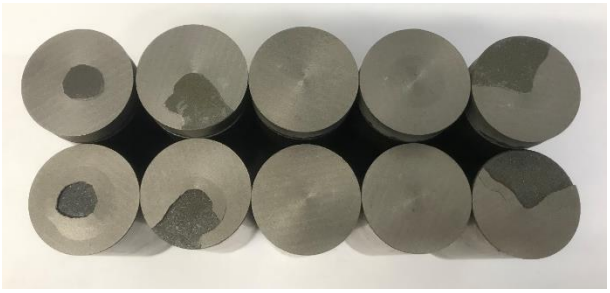
Obr. 53 Sada vzorků 1 po zkoušce přilnavosti

Obr. 54 Sada vzorků 2 po zkoušce přilnavosti



Obr. 55 Sada vzorků 3 po zkoušce přilnavosti

Obr. 56 Sada vzorků 4 po zkoušce přilnavosti



Obr. 57 Sada vzorků 5 po zkoušce přilnavosti

12 Diskuze výsledků

Z mikrostruktury vyplynulo, že u všech texturovaných vzorků došlo k přilnutí nadeponovaného povlaku k substrátu bez vzniku pórů. U 3D tištěných vzorků s větší drsností povrchu v některých případech nedošlo k plnému vyplnění povrchové struktury. Póry se však vyskytovaly v zanedbatelném množství, které nemělo vliv na výslednou hodnotu přilnavosti. Laserové texturování ani následná depozice žárového nástřiku neprobíhala ve vakuu, tudíž bylo rozhraní povlak-substrát zoxidované.

3D tištěné vzorky byly nejprve deponované práškem Stellite 6. V tomto případě byly vzorky po vyrobení žíhány v argonu. Nástřik všech 5 sad vzorků proběhl bez problémů a všechny vzorky byly podrobeny zkoušce přilnavosti v tahu, viz Tab. 10. Z hodnocených sad vyšla nejlépe sada SPUP3_Z_V1_Ar, u které byla naměřena přilnavost 66,3 MPa. V tomto případě došlo u některých vzorků k adhezivnímu i kohezivně-adhezivnímu porušení, tudíž je tento výsledek více vypovídající z hlediska vlastností povlaku. Obecně lze říct, že u vzorků deponovaných tímto způsobem bylo častěji dosaženo adhezivního nebo kohezivně-adhezivního porušení než u vzorků deponovaných práškem Amperit 508.072. Nejnižších hodnot dosáhla sada SPH1_Z_V1_AR (23,4 MPa), kdy u všech vzorků nastalo odtržení celého povlaku od substrátu.

Dalších 10 sad 3D tištěných vzorků bylo nadeponováno práškem Amperit 508.072. Vzorky byly následně vyžíhány bez ochranné atmosféry. Průměrné hodnoty přilnavostí těchto vzorků jsou obsaženy v Tab. 11. Nejvyšší hodnoty byly naměřeny u sady SPUP4_Z_V1 a to 78,4 MPa. V tomto případě došlo u všech vzorků k porušení v lepidle. Z tohoto výsledku lze tedy usuzovat pouze to, že adhezní spojení mezi povlakem a substrátem je vyšší než pevnost vytvrzeného lepidla. Nejnižších hodnot dosáhla sada SPUP2_Z_V1 (41,8 MPa), kdy také nastalo u všech vzorků porušení v lepidle.

Druhou technologií bylo laserové texturování, kdy bylo práškem Stellite 6 nadeponováno 5 sad (Tab. 7). Nejlépe hodnocenou sadou byla sada 4 s nejhustěji vytvořenou strukturou, kde se hloubka důlků pohybovala kolem 70 μm a vzdálenost mezi důlky byla taktéž 70 μm, což je nejmenší vzdálenost oproti ostatním sadám. Hodnota přilnavosti dosahovala až 75,9 MPa, porušení bylo opět v lepidle, tudíž se dá předpokládat, že vazba povlak-substrát je ještě pevnější. Nejnižších hodnot dosáhla sada 5 (39,8 MPa), kdy vzájemná vzdálenost mezi důlky oproti ostatním sadám byla největší a pohybovala se okolo 100 μm s hloubkou 70 μm. V tomto případě došlo u třech vzorků ke kohezivně-adhezivnímu porušení a u zbylých dvou vzorků dokonce k odtržení celého povlaku. Hodnota přilnavosti tedy udává skutečnou přilnavost povlaku na takto upraveném substrátu.

13 Závěr

V rámci teoretické části této diplomové práce byly představeny žárové nástřiky od principu vzniku povlaku, přes předúpravu povrchu až po jednotlivé technologie depozice. Značná část se věnovala problematice přilnavosti povlaků na záměrně zdrsněném podkladu a jejímu testování. V poslední části byly popsány motivace aditivních technologií spolu s příkladem jedné z metod použité v experimentální části.

Cílem experimentální části bylo ověřit, zda je možné technologií 3D tisku a laserového texturování vyrobit či upravit vzorky tak, aby před žárovým nástřikem nebyla potřeba povrchová úprava otryskáním korundovým pískem. K tomuto ověření byla použita technologie HVOF, kdy proběhlo žárové stříkání dvou různých druhů prášku. Hodnocení přilnavosti vytvořených povlaků bylo poté testováno dle zkoušky přilnavosti v tahu provedené v souladu s normou ČSN EN ISO 14 916.

V rámci projektu Zeta byl testován 3D tisk vzorků, na které byly nadeponovány dva druhy povlaků. U 3D tištěných vzorků deponovaných práškem Stellite 6 byl vyzkoušen vliv tepelného zpracování (žíhání v argonu) na výslednou přilnavost vzorků. U těchto vzorků došlo převážně k odtržení celého povlaku a dosahované hodnoty přilnavosti byly nižší než u dalších technologií. Vzorky vytvořené 3D tiskem a deponované práškem Amperit 508.072 naopak dosáhly vysokých hodnot přilnavosti. Téměř u všech vzorků došlo k porušení v lepidle, z čeho je patrné, že adhezní spojení mezi povlakem a substrátem je vyšší než pevnost vytvrzeného lepidla.

Laserové texturování bylo řešeno v rámci projektu Adventure, kdy do oceli 11 523 byly pomocí nanosekundového laseru hloubeny důlky. Nejvyšších hodnot dosáhly sady s nejhlubšími a nejblíže umístěnými důlky. V těchto případech došlo opět k porušení v lepidle jako u předchozí metody. Zbylé dvě sady byly porušeny kohezivně-adhezivním způsobem či došlo k úplnému odtržení povlaku.

Dle výsledků experimentu lze usuzovat, že navržené technologie přípravy povrchu splňují požadavky kladené na substrát, pro dosažení spolehlivé přilnavosti vrstvy. Vytváření vhodných kotvících povrchů bez otryskání je výhodné mimo jiné také z ekologického hlediska, jelikož by korundový písek vůbec nebyl použit. Díky tomu je možné urychlit výrobní proces, protože by výroba dílů mohla probíhat na automatických linkách, kde by nebylo nutné aplikovat kroky uvedené v teoretické části v kapitole příprava povrchu. Při technologii 3D tisku by dokonce došlo k vynechání celého kroku úpravy povrchu, čímž by došlo k výraznému šetření nákladů. Další možnou aplikací těchto metod, je příprava povrchu materiálů (keramika, nitridované a cementované vrstvy atd.), u kterých není možné vytvořit vhodný kotvící profil běžně dostupnými metodami. Aplikace na tyto materiály bude testována v dalších stádiích projektu Adventure.

Seznam použité literatury

[1] DAVIS, J.R., *Handbook of Thermal Spray Technology.* Ohio: ASM International, 2004. ISBN 0-87170-795-0.

[2] ZAHÁLKA, F., ENŽL, R., *Žárově stříkané povlaky - moderní technologie tvorby povrchových ochran*. [online] MM Průmyslové spektrum, © 2002-2021 [cit. 19.10.2021]. Dostupné z: https://www.mmspektrum.com/clanek/zarove-strikane-povlaky-moderni-technologie-tvorby-povrchovych-ochra

[3] *Žárové stříkání - Povrchové úpravy současnosti i budoucnosti* [online]. PLASMAMETAL, © 2022 [19.10.2021]. Dostupné z: https://www.plasmametal.cz/zarove-strikani

[4] VUORISTO, P., *Thermal Spray Coating Processes.* Elsiver, 2014, s. 229-275.

[5] KRAUS, V., *Povrchy a jejich úpravy*. Plzeň, 2009, s. 98. ISBN. 978-80-7043-668-1.

[6] PAWLOWSKI, L., *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings*, 2. vydání. Chichester: John Wiley & Sons, © 2008. ISBN 978-0-471-49049-4

[7] ČSN EN 13507. *Žárové stříkání - Příprava povrchů kovových dílů*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2019.

[8] KUBÍČEK, J., *Žárové nástřiky* [online]. 2018 [cit. 23.11.2021]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani/img/opory/hpu_renovace_a_povrchove_upravy_zarove_nastriky_2018_kubicek.pdf.

[9] ČELKO. L., JECH, D., KOMAROV, P., REMEŠOVÁ, M., ROČŇÁKOVÁ, I., *Technologie žárových nástřiků: Aplikace, kvalita povlaků a rizika při jejich výrobě*. [online] Povrcháři, č. 3, 2017 [cit. 24.11.2021]. Dostupné z: http://www.povrchari.cz/kestazeni/201703_povrchari.pdf

[10] MAJUMDAR, J.D., Thermal and Cold Spraying Technology in Manufacturing, *Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*. Londýn: Springer, 2013. ISBN 978-1-4471-4976-7

[11] *An Introduction to Thermal Spray* [online]. Oerlikon metco, 2015 [cit. 28.11.2021]. Dostupné z: https://hartmetallgroup.com/wp-content/uploads/2021/03/Introduccion-al-Thermal-Spray-V6.pdf

[12] LI, M., CHRISTOFIDES, P.D., Modeling and Control of High-Velocity Oxygen-Fuel (HVOF) Thermal Spray: A Tutorial Review, *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2009 [cit. 2.12.2021] 18:753. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11666-009-9309-2

[13] BERNDT, C.C., LIN, C.K., Measurement of adhesion for thermally sprayed materials, *Journal of Adhesion Sciense and Technology* [online]. 1993 [cit. 18.2.2022]. 7:12, s. 1235-1264. Dostupné z: https://doi.org/10.1163/156856193X00088

[14] SIAO MING ANG, A., BERNDT, C.C., A review of testing methods for thermal spray

coatings, *International Materials Reviews* [online]. 2014 [cit. 18.2.2022]. 59:4, s. 179-223. Dostupné z: https://doi.org/10.1179/1743280414Y.0000000029

[15] MUŠÁLEK, R., PEJCHAL, V., VILÉMOVÁ, M., MATEJÍČEK, J., Multiple-Approach Evaluation of WSP Coatings Adhesion/Cohesion Strength, *Journal of Adhesion Sciense and Technology* [online]. 2013 [cit. 18.2.2022] 22, s. 221-232. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11666-012-9850-2

[16] *Odborná zpráva o řešení projektu* [interní dokument]. Praha: Technologická agentura České republiky, 2020.

[17] ČSN EN ISO 14916. *Žárové stříkání - Stanovení přilnavosti v tahu*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2017.

[18] CHICOT, D., ARAUJO, P., HORNY, A., TRICOTEAUX, A., LESAGE, J., Application of the interfacial indentation test for adhesion toughness determination, *Surface and Coatings Technology* [online]. 2005 [cit. 20.2.2022]. 200:1-4, s. 174-177. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.02.045

[19] MAROT, G., LESAGE, J., DÉMARÉCAUX, PH., HADAD, M., SIEGMANN, ST., STAIA, M.H., Interfacial indentation and shear tests to determine the adhesion of thermal spray coatings, *Surface and Coatings Technology* [online]. 2006 [cit. 20.2.2022]. 201:5, s. 2080-2085. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.04.046

[20] DÉMARÉCAUX, PH., CHICOT, D., LESAGE, J., Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings, *Journal of Materials Science Letters* [online]. 1996 [cit. 21.2.2022]. s. 1377-1380. Dostupné z: DOI: 10.1007/BF00275281

[21] CHICOT, D., DÉMARÉCAUX, P., LESAGE, J., Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests, *Thin Solid Films* [online]. 1996 [cit. 21.2.2022]. 283:1-2, s. 151-157. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/0040-6090(96)08763-9

[22] LESAGE, J., CHICOT, D., *Models for hardness and adhesion of coatings*, Surface Engineering [online]. 1999 [cit. 21.2.2022]. 15:6, s. 447-453. Dostupné z: DOI: 10.1179/026708499101516821

[23] ČSN EN 15340. *Žárové stříkání - Stanovení odolnosti žárově stříkaných povlaků proti namáhání střihem*. Praha: Český normalizační institut, 2007.

[24] BERTHE, L., ARRIGONI, M., BOUSTIE, M., CUQ-LALENDAIS, J.P., BROUSSILLOU, C., FABRE, G., State-of-the-art laser adhesion test (LASAT), *Nondestructive Testing and Evaluation* [online]. 2011 [cit. 22.12.2021]. 26:3-4, s. 303-317. Dostupné z: https://doi.org/10.1080/10589759.2011.573550

[25] SAUNDERS, S.R.J., BANKS, J.P., CHUNNILALL, C., An evaluation of tests for the adhesion of thermal barrier coatings, *Materials science forum* [online]. National Physical Laboratory, 2001 [cit. 15.11.2021]. p. 775-784. Dostupné z: https://eprintspublications.npl.co.uk/2098/1/MATC59.pdf

[26] ISO 27307. *Thermal spraying - Evaluation of adhesion/cohesion of thermalsprayed ceramic coatings by transverse scratch testing*. Switzerland, 2015.

[27] JIANG, X.P., WANG, X.Y., LI, J.X., LI, D.Y., MAN, C.-S., SHEPARD, M.J., ZHAI, T., Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting, *Materials Science and Engineering* [online]. 2006 [cit. 8.3.2022]. 429:1-2, s. 30-35. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.024.

[28] MULTIGNER, M., FRUTOS, E., GONZÁLES-CARRASCO, J.L., JIMÉNEZ, J.A., MARÍN, P., IBÁNEZ, J., Influence of the sandblasting on the subsurface microstructure of 316LVM stainless steel: Implications on the magnetic and mechanical properties, *Materials Science and Engineering* [online]. 2009 [cit. 8.3.2022]. 29:4, s. 1357-1360. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.msec.2008.11.002

[29] MULTIGNER, M., FRUTOS, E., MERA, C.L., CHAO, J., GONZÁLES-CARRASCO, J.L., Interrogations on the sub-surface strain hardening of grit blasted Ti-6Al-4V alloy, Surface and Coatings Technology [online]. 2009 [cit. 8.3.2022]. 203:14, s. 2036-2040. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.02.003

[30] PETAVRATZI, E., KINGMAN, S., LOWNDES, I., Particulates from mining operations: A review of sources, effects and regulations, *Minerals Engineering* [online]. 2005 [cit. 10.3.2022]. 18:12, s. 1183-1199. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.06.017

[31] GaARCIA-ALONSO, D., SERRES, N., DEMIAN, C. a kol., Pre-/During-/Post-Laser Processes to Enhance the Adhesion and Mechanical Properties of Thermal-Sprayed Coatings with a Reduced Environmental Impact, *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2011 [cit. 8.3.2022]. 20, s. 719-735. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11666-011-9629-x

[32] WU, Z., BAO, H., XING, Y. a kol., Tribological characteristics and advanced processing methods of textured surfaces: a review, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2021 [cit. 10.3.2022]. 114, s. 1241-1277. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s00170-021-06954-2

[33] *Materiálový list oceli EOS Maraging Steel MS1* [online]. [cit. 10.2.2022]. Dostupné z: https://www.eos.info

[34] ČSN 41 1523. *Ocel 11 523*. Praha: Český normalizační institut, 1994.

[35] *Powders for Thermal Spraying - Amperit 508* [online]. [cit. 5.2.2022]. Dostupné z: https://www.hoganas.com/globalassets/download-media/stc/pd-4127.pdf.

[36] *Höganäs - Thermal spray powders* [online]. Höganäs AB, 2019 [cit. 5.2.2022]. Dostupné z: https://www.fst.nl/images/downloads/material/amperit-thermal-spray-powders.pdf

[37] *Stellite 6 alloy* [online]. USA: Deloro Stellite, 2008 [cit. 26.1.2022]. Dostupné z: http://specialmetals.ir/images/technical_info/cobalt_base/Stellite_6.pdf

[38] HOUDKOVÁ, Š., PALA, Z., SMAZALOVÁ, E., VOSTŘÁK, M., ČESÁNEK, Z., Microstructure and sliding wear properties of HVOF sprayed, laser remelted and laser clad Stellite 6 coatings, *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017 [cit. 26.1.2022]. 318, s. 129-141. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.012

[39] KARMAKAR, D. P., MUVVALA, G., NATH, A. K., High-temperature abrasive wear characteristics of H13 steel modified by laser remelting and cladded with Stellite 6 and Stellite 6/30% WC, *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021 [cit. 26.1.2022]. 422. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127498

[40] Materialise, *3D tisk kovů* [online]. Materialise, 2022 [cit. 17.3.2022]. Dostupné z: https://www.materialise.com/cs/manufacturing/technologie-materialy-a-dokoncovaci-upravy/3d-tisk-kovu

[41] DLOUHÁ, Ž., DULIŠKOVIČ, J., VOSTŘÁK, M., ANTOŠ, J., NAĎOVÁ, J., *Analýza přilnavosti HVOF a APS stříkaných povlaků na různé struktury povlaku vytvořené aditivní výrobou* [interní dokument].

PŘÍLOHA č. 1

Výsledky zkoušky přilnavosti 3D tištěných vzorků Stellite 6

Tab. 13 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPUP1_Z_V1_Ar

SPUP1_Z_V1_Ar (210517)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	12145	24,74	Odtržení povlaku
2	~~4661~~	~~9,5~~	~~Špatně provedená zkouška~~
3	~~6044~~	~~12,31~~	~~Špatně provedená zkouška~~
4	11928	24,3	Odtržení povlaku
5	14662	29,87	Odtržení povlaku
Minimum	24,3 MPa		
Průměr	26,3 MPa		
Směrodatná odchylka	2,5 MPa		

Tab. 14 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPUP3_Z_V1_Ar

SPUP3_Z_V1_Ar (210514)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	37459	76,31	Porušení v lepidle
2	30474	62,08	Odtržení povlaku
3	34970	71,24	Porušení v lepidle
4	27052	55,11	Adhezivně - kohezivní porušení
5	32864	66,95	Adhezivně - kohezivní porušení
Minimum	55,11 MPa		
Průměr	66,3 MPa		
Směrodatná odchylka	7,3 MPa		

Tab. 15 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPH1_Z_V1_Ar

SPH1_Z_V1_Ar (210520)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	~~4835~~	~~9,85~~	~~Špatně provedená zkouška~~
2	7723	15,73	Odtržení povlaku
3	12148	24,75	Odtržení povlaku
4	8952	18,24	Odtržení povlaku
5	17176	34,99	Odtržení povlaku
Minimum	15,73 MPa		
Průměr	23,4 MPa		
Směrodatná odchylka	7,4 MPa		

Tab. 16 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPH2_Z_V1_Ar

SPH2_Z_V1_Ar (210519)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	~~9614~~	~~19,59~~	~~Špatně provedená zkouška~~
2	16292	33,19	Kohezně - adhezivní porušení
3	20503	41,77	Kohezně - adhezivní porušení
4	~~3828~~	~~7,8~~	~~Špatně provedená zkouška~~
5	34710	70,71	Kohezně - adhezivní porušení
Minimum	33,19 MPa		
Průměr	48,6 MPa		
Směrodatná odchylka	16,1 MPa		

Tab. 17 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPH3_Z_V1_Ar

SPH3_Z_V1_Ar (210515)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	~~6601~~	~~13,45~~	~~Špatně provedená zkouška~~
2	14922	30,4	Odtržení povlaku
3	8737	17,8	Odtržení povlaku
4	7978	16,25	Odtržení povlaku
5	18702	38,1	Odtržení povlaku
Minimum	16,25 MPa		
Průměr	25,6 MPa		
Směrodatná odchylka	9 MPa		

PŘÍLOHA č. 2

Výsledky zkoušky přilnavosti 3D tištěných vzorků Amperit 508.072

Tab. 18 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SP_Z_V1

SP_Z_V1 (21-121-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	33285	67,81	Porušení v lepidle
2	37672	76,74	Porušení v lepidle
3	34669	70,63	Porušení v lepidle
4	39290	80,04	Porušení v lepidle
5	34020	69,30	Porušení v lepidle
Minimum	67,81 MPa		
Průměr	72,9 MPa		
Směrodatná odchylka	4,7 MPa		

Tab. 19 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SP_X_V1

SP_X_V1 (21-123-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	34853	71	Porušení v lepidle
2	32975	67,18	Porušení v lepidle
3	33610	68,47	Porušení v lepidle
4	32997	67,22	Porušení v lepidle
5	~~19320~~	~~39,36~~	~~Neslepena celá plocha~~
Minimum	67,18 MPa		
Průměr	68,5 MPa		
Směrodatná odchylka	1,6 MPa		

Tab. 20 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPbUS_Z_V1

SPbUS_Z_V1 (21-124-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	38795	79,03	Porušení v lepidle
2	32239	65,68	Porušení v lepidle
3	37602	76,60	Porušení v lepidle
4	34238	69,75	Porušení v lepidle
5	~~13191~~	~~26,87~~	~~Neslepena celá plocha~~
Minimum	65,68 MPa		
Průměr	72,8 MPa		
Směrodatná odchylka	5,3 MPa		

Tab. 21 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPUP1_Z_V1

SPUP1_Z_V1 (21-127-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	33788	68,83	Odtržení povlaku
2	31086	63,33	Odtržení povlaku
3	40794	83,1	Porušení v lepidle
4	31482	64,13	Odtržení povlaku
5	43211	88,03	Odtržení povlaku
Minimum	63,33 MPa		
Průměr	73,5 MPa		
Směrodatná odchylka	10,2 MPa		

Tab. 22 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPUP2_Z_V1

SPUP2_Z_V1 (21-128-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	20520	41,8	Porušení v lepidle
2	20420	41,6	Porušení v lepidle
3	18940	38,58	Porušení v lepidle
4	16870	34,37	Porušení v lepidle
5	25840	52,64	Porušení v lepidle
Minimum	34,37 MPa		
Průměr	41,8 MPa		
Směrodatná odchylka	6,1 MPa		

Tab. 23 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPUP3_Z_V1

SPUP3_Z_V1 (21-125-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	29590	60,28	Kohezně-adhezivní porušení
2	25890	52,74	Kohezně-adhezivní porušení
3	26640	54,27	Odtržení povlaku
4	30180	61,48	Porušení v lepidle
5	31520	64,21	Kohezně-adhezivní porušení
Minimum	52,74 MPa		
Průměr	58,6 MPa		
Směrodatná odchylka	4,4 MPa		

Tab. 24 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPUP4_Z_V1

SPUP4_Z_V1 (21-122-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	37540	76,48	Porušení v lepidle
2	41450	84,44	Porušení v lepidle
3	36149	73,64	Porušení v lepidle
4	~~16424~~	~~33,46~~	~~Neslepena celá plocha~~
5	38799	79,04	Porušení v lepidle
Minimum	73,64 MPa		
Průměr	78,4 MPa		
Směrodatná odchylka	4 MPa		

Tab. 25 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPH1_Z_V1

SPH1_Z_V1 (21-130-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	32683	41,8	Porušení v lepidle
2	30502	41,6	Porušení v lepidle
3	~~23259~~	~~38,58~~	~~Špatně provedená zkouška~~
4	28287	34,37	Porušení v lepidle
5	32824	52,64	Porušení v lepidle
Minimum	57,63 MPa		
Průměr	63,3 MPa		
Směrodatná odchylka	3,8 MPa		

Tab. 26 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPH2_Z_V1

SPH2_Z_V1 (21-129-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	~~15319~~	~~31,21~~	~~Špatně provedená zkouška~~
2	23335	47,54	Porušení v lepidle
3	20306	41,37	Porušení v lepidle
4	~~17834~~	~~36,33~~	~~Špatně provedená zkouška~~
5	26466	53,92	Porušení v lepidle
Minimum	41,37 MPa		
Průměr	47,6 MPa		
Směrodatná odchylka	5,1 MPa		

Tab. 27 Výsledky zkoušky přilnavosti sady SPH3_Z_V1

SPH3_Z_V1 (21-126-1-5)			
Vzorek	**Fm [N]**	**Rh [MPa]**	**Poznámka**
1	34250	69,77	Porušení v lepidle
2	0	0	Porušení při vyndávání z formy
3	0	0	Porušení při vyndávání z formy
4	21603	44,01	Porušení v lepidle
5	29868	60,85	Porušení v lepidle
Minimum	44,01 MPa		
Průměr	58,2 MPa		
Směrodatná odchylka	10,7 MPa		

PŘÍLOHA č. 3

Výsledky zkoušky přilnavosti texturovaných vzorků Stellite 6

Tab. 28 Výsledky zkoušky přilnavosti sady 1 (220006)

Vzorek	Fm [N]	Rh [MPa]	Poznámka
1	~~20396~~	~~41,55~~	Chyba zkoušky
2	27166	55,34	Odtržení povlaku
3	25358	51,66	Odtržení povlaku
4	27355	55,73	Odtržení povlaku
5	27625	56,26	Odtržení povlaku
Minimum	51,66 MPa		
Průměr	54,8 MPa		
Směrodatná odchylka	1,8 MPa		

Tab. 29 Výsledky zkoušky přilnavosti sady 2 (220007)

Vzorek	Fm [N]	Rh [MPa]	Poznámka
1	30930	63,01	Kohezně-adhezivní porušení
2	37194	75,77	Porušení v lepidle
3	27799	56,63	Porušení v lepidle
4	36187	73,72	Porušení v lepidle
5	42375	86,33	Porušení v lepidle
Minimum	56,63 MPa		
Průměr	71,1 MPa		
Směrodatná odchylka	10,3 MPa		

Tab. 30 Výsledky zkoušky přilnavosti sady 3 (220008)

Vzorek	Fm [N]	Rh [MPa]	Poznámka
1	35512	72,34	Porušení v lepidle
2	~~14703~~	~~29,95~~	Špatně provedená zkouška
3	32877	66,98	Porušení v lepidle
4	31680	64,54	Porušení v lepidle (na straně povlaku)
5	34539	70,36	Porušení v lepidle (na straně povlaku)
Minimum	64,54 MPa		
Průměr	68,6 MPa		
Směrodatná odchylka	3,0 MPa		

Tab. 31 Výsledky zkoušky přilnavosti sady 4 (220009)

Vzorek	Fm [N]	Rh [MPa]	Poznámka
1	~~22909~~	~~46,67~~	Zbytky lepenky v otryskaném povrchu
2	33712	68,68	Porušení v lepidle
3	36528	74,41	Porušení v lepidle
4	41797	85,15	Porušení v lepidle
5	37057	75,49	Porušení v lepidle
Minimum	68,68 MPa		
Průměr	75,9 MPa		
Směrodatná odchylka	5,9 MPa		

Tab. 32 Výsledky zkoušky přilnavosti sady 5 (220010)

Vzorek	Fm [N]	Rh [MPa]	Poznámka
1	16438	33,49	Kohezně-adhezivní porušení
2	13926	28,37	Kohezně-adhezivní porušení
3	24670	50,26	Odtržení povlaku
4	23316	47,50	Odtržení povlaku
5	19372	39,46	Kohezně-adhezivní porušení
Minimum	28,37 MPa		
Průměr	39,8 MPa		
Směrodatná odchylka	8,2 MPa		