

ČVUT v Praze
Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Možnosti nedestruktivního hodnocení kvality difúzních spojů

Disertační práce

Autor: Ing. Pavel Nachtnebl

Školitel: doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D.

v Praze 2021

Studijní program: P2301 – Strojní inženýrství

Studijní obor: 2303V002 – Strojírenská technologie

Školící pracoviště: Ústav strojírenské technologie

OBSAH	
OBSAH	2
PROHLÁŠENÍ	4
PODĚKOVÁNÍ	5
ABSTRAKT	6
ABSTRACT	7
SEZNAM OBRÁZKŮ	8
SEZNAM TABULEK	10
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	11
1. ÚVOD	12
2. POPIS PROBLEMATIKY DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ	14
2.1 Teorie difúzního procesu	14
2.2 Fyzikální hypotézy vzniku difúzního spoje	15
2.2.1 Vrstvová hypotéza	15
2.2.2 Rekrytalizační hypotéza	15
2.2.3 Energetická hypotéza	15
2.2.4 Dislokační hypotéza	16
2.2.5 Difúzní hypotéza	16
2.3 Mechanismy objemové difúze	16
2.3.1 Individuální mechanismy	17
2.3.2 Skupinové mechanismy	19
2.4 Fickovy zákony	20
2.4.1 První Fickův zákon a stacionární difúze	20
2.4.2 Druhý Fickův zákon a nestacionární difúze	22
2.5 Parametry difúzního svařování	25
2.5.1 Teplota	25
2.5.2 Čas	27
2.5.3 Tlak	28
2.5.4 Okolní atmosféra	28
2.6 Příprava povrchu styčných ploch	29
2.6.1 Experiment přípravy stykových ploch (kontaktních ploch)	31
2.7 Mechanismus vzniku homogenního difúzního spoje	34
2.8 Přehled současného stavu problematiky difúzního spojování	35
3. CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE	46
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	49
4. ZAŘÍZENÍ A VOLBA MATERIÁLU	49

4.1 Zařízení pro difúzní svařování	49
4.2 Volba materiálu pro experiment.....	53
4.2.1 Heterogenní spoje.....	53
4.2.2 Homogenní spoje	59
4.3 Příprava zkušebního materiálu pro homogenní Al spoje	60
5. SPOJOVÁNÍ HOMOGENNÍCH SPOJŮ	63
5.1 První experiment	64
5.1.1 Popis procesní části prvního experimentu.....	65
5.1.2 Metalografická analýza	72
5.1.3 Vyhodnocení prvního experimentu.....	76
5.2 Druhý experiment	78
5.2.1 Popis procesní části druhého experimentu	78
5.2.2 Metalografická analýza	84
5.2.3 Rastrovací elektronový mikroskop.....	87
5.2.4 Měření elektrických vlastností spojených vzorků.....	88
5.2.5 Ultrazvuková defektoskopie.....	94
5.2.6 Vyhodnocení druhého experimentu	99
5.3 Třetí experiment.....	102
5.3.1 Popis procesní části třetího experimentu.....	102
5.3.2 Metalografická analýza	108
5.3.3 Rastrovací elektronový mikroskop.....	112
5.3.4 Měření elektrických vlastností difúzních spojů sady vzorků S1 až S5	114
5.3.5 Ultrazvuková defektoskopie.....	116
5.3.6 Zkouška tahem	123
5.3.7 Prozařovací zkouška.....	124
5.3.8 Vyhodnocení třetího experimentu	126
6. DISKUZE VÝSLEDKŮ	131
7. DŮSLEDKY PRO VĚDU A PRAXI	137
7.1 Důsledky pro vědu	137
7.2 Důsledky pro praxi.....	138
8. ZÁVĚR	139
9. POUŽITÉ LITERÁRNÍ ZDROJE	142
10. SEZNAM PUBLIKACÍ AUTORA	153
Přílohy	154

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem svou disertační práci vypracoval samostatně pod vedením mého školitele doc. Ing. Ladislava Kolaříka, Ph.D. a použil jsem pouze podklady uvedené v přiloženém seznamu literárních zdrojů.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto dokumentu ve smyslu § 60 Zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne 30. června 2021

Ing. Pavel Nachtnabl

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych chtěl poděkovat svému školiteli panudoc. Ing. Ladislavu Kolaříkovi, Ph.D., IWE za jeho profesionální přístup a odbornou pomoc při tvorbě disertační práce. Velké poděkování patří panu prof. Ing. Janu Suchánkovi, CSc. za podporu v počátcích mého doktorského studia.

Dále bych chtěl poděkovat panu prof. Dr.-Ing. Uwe Reisinger, panu Dr.-Ing. Lars Stein a panu Dr.-Ing. Wilfried Behr. Také bych chtěl poděkovat kolektivu pracovníků Ústavu strojírenské technologie FS ČVUT v Praze, Institutu svařování a spojování RWTH Aachen, Výzkumnému centru v Jülich a Katedřemateriálů a strojírenské metalurgie ZČU v Plzni za jejich vstřícný přístup.

V neposlední řadě děkuji mé rodině a manželce za podporu při tvorbě a sepisování této disertační práce.

ABSTRAKT

Název disertační práce: Možnosti nedestruktivního hodnocení kvality difúzních spojů

Metodou difúzního spojování ve vakuu byly svařeny homogenní spoje z hliníkové slitiny AlMg3 (EN AW-5754), aby byly vyzkoušeny vhodné metody nedestruktivního zkoušení difúzních spojů a analyzovány difúzní procesy z hlediska tvorby difúzních rozhraní ve spojovaných vzorcích. Slitina AlMg3 (EN AW-5754) byla zvolena, aby výsledky difúzních procesů mohly být snadno vztaženy k výsledkům nedestruktivní zkoušek.

Disertační práce se ve své rešeršní, teoretické části zabývá principem difúzního spojování slitin, popisem a zmapováním hlavních světových trendů v této oblasti a současnými možnostmi hodnocení kvality provedení difúzních spojů. Ve výzkumné části je popsán způsob přípravy experimentálních vzorků, popis zařízení pro difúzní spojování použitých při experimentu a kvalitativním vyhodnocením provedených difúzních spojů.

V závěru disertační práce hodnotí možnost aplikace vybraných nedestruktivních metod testování pro technologii difúzního spojování a dále analyzuje difúzní spoje hliníkové slitiny AlMg3 (EN AW-5754).

Klíčová slova: difúze, difúzní svařování, spojování, AlMg3 (EN AW-5754), zkouška ultrazvukem, impedance, elektrický odpor, Phased Array

Vysoká škola: ČVUT v Praze, Fakulta strojní

Ústav: 12133 – Ústav strojírenské technologie

Školní rok vyhotovení: 2021

Jméno autora: Ing. Pavel Nachtnebl, IWE

Školitel: doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE

Počet stran: 155

Počet obrázků: 113

Počet tabulek: 16

Počet příloh: 2

ABSTRACT

Title of dissertation:

Possibilities of non-destructive evaluation of the quality of diffusion joints

Homogeneous diffusion bonded joints of aluminium alloy AlMg3 (EN AW-5754) were welded using the diffusion bonding in vacuum. Research was focused on testing suitable methods of non-destructive testing of diffusion joints and to analyse diffusion processes in terms of the formation of diffusion interfaces in the bonded samples.

The AlMg3 (EN AW-5754) alloy was chosen so that the results of diffusion processes could be easily related to the results of non-destructive tests.

Theoretical part of the dissertation deals with the principle of diffusion bonding of alloys, description, mapping of the main world trends in this area and the current possibilities of evaluating the quality of diffusion joints. The research part describes the method of preparation of experimental samples, a description of the devices for diffusion bonding used in the experiment and the qualitative evaluation of the diffusion joints performed.

At the end the dissertation evaluates the possibility of application of selected non-destructive testing methods for diffusion bonding technology and further analyses the diffusion joints of aluminium alloy AlMg3 (EN AW-5754).

Keywords: diffusion, diffusion welding, bonding, AlMg3 (EN AW-5754), ultrasonic testing, impedance, electric resistance, phasedarray

University: CTU in Prague, Mechanical Engineering Faculty

Institute: 12133 – Manufacturing technology institute

Year of publication: 2021

Author: Ing. Pavel Nachtnabl, IWE

Supervisor: doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE

Number of text pages: 155

Number of images: 113

Number of tables: 16

Number of appendices: 2

SEZNAM OBRÁZKŮ

OBRÁZEK 1 MODEL HETEROGENNÍ DIFÚZE [61]	14
OBRÁZEK 2 SCHÉMATICKÉ VYOBRAZENÍ INDIVIDUÁLNÍCH MECHANISMŮ DIFÚZE [19]	17
OBRÁZEK 3 ZOBRAZENÍ KIRKENDALLOVA EXPERIMENTU [23]	18
OBRÁZEK 4 VÝMĚNNÝ (A), KRUHOVÝ (B) A NEPŘÍMÝ INTERSTICIÁLNÍ MECHANISMUS (C) [61]	19
OBRÁZEK 5 MODEL PRVNÍHO FICKOVA ZÁKONA [7]	21
OBRÁZEK 6A) ZNÁZORNĚNÍ STACIONÁRNÍ DIFÚZE, B) A LINEÁRNÍHO KONCENTRAČNÍHO PROFILU [19]	21
OBRÁZEK 7 GRAFICKÉ ZNÁZORNĚNÍ VÝZNAMU VÝRAZU $\partial C/\partial t$ VE DRUHÉM FICKOVĚ ZÁKONĚ; A) KONCENTRAČNÍ PROFILY PRO 4 ČASY DIFÚZE (T_0 AŽ T_3); B) ZÁVISLOST KONCENTRACE VE VZDÁLENOSTI x_1 NA ČASE DIFÚZE [62]	22
OBRÁZEK 8 GRAF CHYBOVÉ FUNKCE $ERF(z)$ [19]	23
OBRÁZEK 9 KONCENTRAČNÍ PROFIL PRO NESTACIONÁRNÍ DIFÚZI [19]	24
OBRÁZEK 10 VLIV TEPLoty NA DIFUZIVITU [64]	26
OBRÁZEK 11 ARRHENIŮV DIAGRAM – ZÁVISLOST DIFÚZNÍHO KOEFICIENTU NA TEPLOTĚ [63]	26
OBRÁZEK 12 VLIV ČASU NA PEVNOST V TAHU DIFÚZNÍHO SPOJE [64]	27
OBRÁZEK 13 VLIV TLAKU NA PEVNOSTNÍ VLASTNOSTI DIFÚZNÍHO SPOJE [64]	28
OBRÁZEK 14 VLIV VELIKOSTI VAKUA NA PEVNOST DIFÚZNÍHO SPOJE [64]	29
OBRÁZEK 15 VLIV POVRCHU NA PEVNOST DIFÚZNÍHO SPOJE [64]	30
OBRÁZEK 16 MĚŘENÍ ROVINNOSTI LEŠTĚNÉ PLOCHY - 3 VZORKY [11]	31
OBRÁZEK 17 MĚŘENÍ ROVINNOSTI BROUŠENÉ PLOCHY – 3 VZORKY [11]	31
OBRÁZEK 18 STRATEGIE MĚŘENÍ ROVINNOSTI VZORKŮ – VYPOUKLÁ STYČNÁ PLOCHA [11]	32
OBRÁZEK 19 MODEL DIFÚZNÍHO SVAŘOVÁNÍ HOMOGENNÍHO SPOJE [65]	34
OBRÁZEK 20 PŘÍKLAD ZAŘÍZENÍ PRO DIFÚZNÍ SVAŘOVÁNÍ: MUT – IFW JENA [37]	51
OBRÁZEK 21 SCHÉMATICKÉ ZNÁZORNĚNÍ PECÍ SE STUDENOU STĚNOU (VLEVO); S HORKOU STĚNOU (STŘED); ISO-PEC (VPRAVO) [37]	52
OBRÁZEK 22 ZAŘÍZENÍ PVA TEPLA – FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH [73]	52
OBRÁZEK 23 SCHÉMA SYSTÉMU PVA TEPLA [31]	52
OBRÁZEK 24 VZOREK A ($T=1000\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$; $F=9\text{ kN}$; VERFAHRENSCHRITT – KROK POSTUPU; ZEIT – ČAS; TEMPERATUR – TEPLOTA; PRESSKRAFT – PŘÍTLAČNÁ SÍLA)	54
OBRÁZEK 25 VZOREK B ($T=800\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$; $F=9\text{ kN}$)	55
OBRÁZEK 26 METALOGRAFICKÉ VYHODNOCENÍ VZORKŮ A A B	55
OBRÁZEK 27 SEM ANALÝZA VZORKU A	56
OBRÁZEK 28 HETEROGENNÍ SPOJE S NIKLOVOU FOLÍ (VZORKY 4,5 A 6)	56
OBRÁZEK 29 VZOREK 1 ($T=700\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$)- VLEVO	57
OBRÁZEK 30 VZOREK 3 ($T=750\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$)- VLEVO	57
OBRÁZEK 31 VZOREK 5 ($T=800\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$)- VLEVO	57
OBRÁZEK 32 ODEBRÁNÍ ZKUŠEBNÍCH TĚLES $\varnothing 8\text{--}60\text{ mm}$ PRO TAHOVOU ZKOUŠKU	58
OBRÁZEK 33 ROZMĚRY ZKUŠEBNÍHO VZORKU PŘED SVAŘENÍM – $\varnothing 50\text{--}50\text{ mm}$ Z ALMG3 (EN AW-5754) ..	60
OBRÁZEK 34 ROVINNOST KONTAKTNÍ PLOCHY LAPOVANÉ (HORNÍ SNÍMEK) A LEŠTĚNÉ (DOLNÍ SNÍMEK) ..	61
OBRÁZEK 35 PROFIL LAPOVANÉ A LEŠTĚNÉ KONTAKTNÍ PLOCHY; OSA Y - VÝŠKA	61
OBRÁZEK 36 ROVINNOST SOUSTRUŽENÉ KONTAKTNÍ PLOCHY ALMG3 (EN AW-5754)	62
OBRÁZEK 37 PRVNÍ ZKUŠEBNÍ EXPERIMENT DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ SLITINY ALMG3 (EN AW-5754)	66
OBRÁZEK 38 PROCES DIFÚZNÍHO SVAŘOVÁNÍ PRVNÍ SADY VZORKŮ ALMG3 (EN AW-5754);	67
OBRÁZEK 39 POHLED DO PRACOVNÍ KOMORY PVA TEPLA	67
OBRÁZEK 40 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU 1: $T=445\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$; $F=25\text{ kN}$; DRUCK – TLAK; TEMPERATUR – TEPLOTA	68
OBRÁZEK 41 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU 2: $T=445\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$; $F=12\text{ kN}$; DRUCK – TLAK; TEMPERATUR – TEPLOTA	69
OBRÁZEK 42 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU 3: $T=445\text{ }^\circ\text{C}$; $t=60\text{ min.}$; $F=8\text{ kN}$; DRUCK – TLAK; TEMPERATUR – TEPLOTA	70

OBRÁZEK 43 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU 4: T = 500 °C; T= 180 MIN.; F = 12 kN; DRUCK – TLAK; TEMPERATUR – TEPLOTA.....	71
OBRÁZEK 44 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU 5: T = 500 °C; T= 300 MIN.; F = 8 kN; DRUCK – TLAK; TEMPERATUR – TEPLOTA.....	72
OBRÁZEK 45 MIKROSTRUKTURA VZORKU 1.....	73
OBRÁZEK 46 MIKROSTRUKTURA VZORKU 2.....	73
OBRÁZEK 47 MIKROSTRUKTURA VZORKU 3.....	74
OBRÁZEK 48 MIKROSTRUKTURA VZORKU 4.....	74
OBRÁZEK 49 MIKROSTRUKTURA VZORKU 5.....	75
OBRÁZEK 50 METALOGRAFIE VZORKU 3 (VLEVO) A VZORKU 5 (VPRAVO).....	76
OBRÁZEK 51 METALOGRAFIE VZORKU 1 (VPRAVO) A VZORKU 3 (VLEVO).....	76
OBRÁZEK 52 VYTVOŘENÉ VZORKY SVAROVÝCH SPOJŮ Z DRUHÉHO EXPERIMENTU.....	78
OBRÁZEK 53 VYSVĚTLENÍ ZNAČEK NA TLAKOVÉ FOLII [76].....	79
OBRÁZEK 54 TLAKOVÁ FOLIE PO ZKOUŠCE 1-30 MPa BEZ VZORKŮ [76].....	79
OBRÁZEK 55 TLAKOVÁ FOLIE PO ZKOUŠCE 1-30 MPa S OCELOVÝMI VZORKY: A) SPODNÍ DESKA B) HORNÍ DESKA [76].....	80
OBRÁZEK 56 TLAKOVÁ FOLIE PO ZKOUŠCE 1-30 MPa S OCELOVÝMI VZORKY: B) NOVĚ OBROBENÉ VZORKY C) STEJNÉ POMNÍKY JAKO U B – ZRCADLOVĚ PŘEROVNANÉ VZORKY [76].....	80
OBRÁZEK 57 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU I: T = 500 °C; T= 500 MIN.....	81
OBRÁZEK 58 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU II: T = 500 °C; T= 400 MIN.....	82
OBRÁZEK 59 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU III: T = 500 °C; T= 300 MIN.....	83
OBRÁZEK 60 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU IV: T = 500 °C; T= 500 MIN.....	83
OBRÁZEK 61 PROCES DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ U VZORKU V: T = 500 °C; T= 300 MIN.....	84
OBRÁZEK 62 MIKROSTRUKTURA DIFÚZNÍHO ROZHRAŇÍ – VZOREK I.....	85
OBRÁZEK 63 MIKROSTRUKTURA DIFÚZNÍHO ROZHRAŇÍ – VZOREK II.....	85
OBRÁZEK 64 MIKROSTRUKTURA DIFÚZNÍHO ROZHRAŇÍ – VZOREK III.....	86
OBRÁZEK 65 MIKROSTRUKTURA DIFÚZNÍHO ROZHRAŇÍ – VZOREK IV.....	86
OBRÁZEK 66 MIKROSTRUKTURA DIFÚZNÍHO ROZHRAŇÍ – VZOREK V.....	87
OBRÁZEK 67 ANALÝZA SEM – VZORKU III.....	88
OBRÁZEK 68 REM PLOŠNÁ ANALÝZA.....	88
OBRÁZEK 69 ZOBRAZENÍ ELEKTRICKÉ IMPEDANCE [22].....	89
OBRÁZEK 70 A) MODEL PRO IMPEDANČNÍ CHARAKTERISTIKU B) ELEKTRICKÝ MODEL [44].....	90
OBRÁZEK 71 MĚŘÍCÍ STANICE PRO MĚŘENÍ ELEKTRICKÉ REZISTIVITY.....	91
OBRÁZEK 72 ELEKTRICKÉ SCHÉMA ZAPOJENÍ MĚŘÍCÍ STANICE.....	92
OBRÁZEK 73 IMPEDANČNÍ KŘIVKY PRO JEDNOTLIVÉ VZORKY.....	93
OBRÁZEK 74 ECHOGRAM VZORKU I.....	96
OBRÁZEK 75 ECHOGRAM VZORKU II.....	96
OBRÁZEK 76 ECHOGRAM VZORKU III.....	97
OBRÁZEK 77 ECHOGRAM VZORKU IV.....	97
OBRÁZEK 78 ECHOGRAM VZORKU V.....	98
OBRÁZEK 79 POROVNÁNÍ IMPEDANČNÍCH CHARAKTERISTIK VZORKŮ I-V S UT.....	100
OBRÁZEK 80 ROZMÍSTĚNÍ VZORKŮ ALMg3 (EN AW-5754) V KOMOŘE PŘI TŘETÍM EXPERIMENTU.....	103
OBRÁZEK 81 ROZMÍSTĚNÍ VZORKŮ ALMg3 (EN AW-5754) V KOMOŘE PŘI TŘETÍM EXPERIMENTU; F – PŘÍTLAČNÁ SÍLA [kN]; T – TEPLOTA/OHŘEV [°C].....	103
OBRÁZEK 82 DEFORMACE VZORKŮ [%] VE TŘETÍM EXPERIMENTU.....	104
OBRÁZEK 83 PARAMETRY PROCESU V ZÁVISLOSTI NA ČASE PRO SADU VZORKŮ S1.....	104
OBRÁZEK 84 PARAMETRY PROCESU V ZÁVISLOSTI NA ČASE PRO SADU VZORKŮ S2.....	105
OBRÁZEK 85 PARAMETRY PROCESU V ZÁVISLOSTI NA ČASE PRO SADU VZORKŮ S3.....	106
OBRÁZEK 86 PARAMETRY PROCESU V ZÁVISLOSTI NA ČASE PRO SADU VZORKŮ S4.....	107
OBRÁZEK 87 PARAMETRY PROCESU V ZÁVISLOSTI NA ČASE PRO SADU VZORKŮ S5.....	107
OBRÁZEK 88 POROVNÁNÍ VOLNÉHO A AKTIVNÍHO OCHLAZOVÁNÍ.....	108
OBRÁZEK 89 DIFÚZNÍ ROZHRAŇÍ VZORKU S1: 500 °C; 400 MIN.; 9kN.....	109
OBRÁZEK 90 DIFÚZNÍ ROZHRAŇÍ VZORKU S2: 500 °C; 400 MIN.; 30kN.....	110

OBRÁZEK 91 DIFÚZNÍ ROZHRAŇÍ VZORKU S3: 500 °C; 90 MIN.; 12 kN	110
OBRÁZEK 92 DIFÚZNÍ ROZHRAŇÍ VZORKU S4: 350 °C; 90 MIN.; 30 kN	111
OBRÁZEK 93 DIFÚZNÍ ROZHRAŇÍ VZORKU S5: 350 °C; 180 MIN.; 30 kN	111
OBRÁZEK 94 SEM ANALÝZA VZORKŮ VE TŘETÍM EXPERIMENTU (VZOREK S4)	112
OBRÁZEK 95 ANALÝZA DIFÚZNÍHO ROZHRAŇÍ VZORKU S4 (OSA X – POČET MĚŘENÝCH BODŮ)	113
OBRÁZEK 96 MĚŘICÍ STANICE ELEKTRICKÉ REZISTIVITY – MODIFIKACE	114
OBRÁZEK 97 GRAF ELEKTRICKÉ REZISTIVITY PŘI STEJNOSMĚRNÉM PROUDU	115
OBRÁZEK 98 GRAF IMPEDANČNÍCH KŘIVEK VZORKŮ S1-S5	116
OBRÁZEK 99 ECHOGRAM VZORKU SADY S1	118
OBRÁZEK 100 ECHOGRAM VZORKU SADY S2	118
OBRÁZEK 101 ECHOGRAM VZORKU SADY S3	119
OBRÁZEK 102 ECHOGRAM VZORKU SADY S4	119
OBRÁZEK 103 ECHOGRAM VZORKU SADY S5	120
OBRÁZEK 104 S – SCAN PRO VZOREK ZE SADY S1 (GATE - BRÁNA)	121
OBRÁZEK 105 S – SCAN PRO VZOREK ZE SAD S2 A S3	121
OBRÁZEK 106 S – SCAN PRO VZOREK ZE SAD S4 A S5	122
OBRÁZEK 107 PŘÍKLAD OBROBENÝCH VZORKŮ PRO ZKOUŠKU TAHEM (S1, S2, S3, S5)	123
OBRÁZEK 108 SROVNÁNÍ DOSAŽENÉ MEZE PEVNOSTI A ELEKTRICKÉ REZISTIVITY	124
OBRÁZEK 109 RT VZORKU S4 A) BEZ FILTRŮ, B) S POUŽITÍM DIGITÁLNÍHO FILTRU, C) S POUŽITÍM DIGITÁLNÍHO FILTRU A KONTRASTU, D) S DRÁTKOVOU MĚRKO (ISO 19232-1)	125
OBRÁZEK 110 POROVNÁNÍ VZORKŮ Z PRVNÍHO A TŘETÍHO EXPERIMENTU	127
OBRÁZEK 111 VÝŘEZ Z GRAFU IMPEDANČNÍCH KŘIVEK VZORKŮ SAD S1-S5	129
OBRÁZEK 112 POROVNÁNÍ METOD UT V ZÁVISLOSTI NA PEVNOSTI SPOJE	130
OBRÁZEK 113 GRAFICKÉ ZNÁZORNĚNÍ DAT ZE VŠECH TESTŮ VE TŘETÍM EXPERIMENTU	136

SEZNAM TABULEK

TABULKA 1 NAMĚŘENÉ HODNOTY ROVINNOSTI NA BROUŠENÝCH A LEŠTĚNÝCH VZORCÍCH	32
TABULKA 2 HLAVNÍ PARAMETRY DIFÚZNÍHO SVAŘOVÁNÍ PRO HETEROGENNÍ SPOJE	56
TABULKA 3 VÝSLEDKY TAHOVÉ ZKOUŠKY HETEROGENNÍCH SVARŮ TI-OCEL (+ NI)	58
TABULKA 4 ZNAČENÍ HLINÍKOVÉ SLITINY POUŽITÉ V EXPERIMENTU [77]	59
TABULKA 5 CHEMICKÉ SLOŽENÍ [%] HLINÍKOVÉ SLITINY [77]	59
TABULKA 6 ZÁKLADNÍ MECHANICKÉ VLASTNOSTI HLINÍKOVÉ SLITINY [77]	59
TABULKA 7 ZÁKLADNÍ HODNOTY STRUKTURY POVRCHU LAPOVANÉHO, LEŠTĚNÉHO A SOUSTRUŽENÉHO [μm]	62
TABULKA 8 PARAMETRY SPOJOVÁNÍ PRO VZORKY V PRVNÍM EXPERIMENTU	65
TABULKA 9 HLAVNÍ PARAMETRY DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ PRO DRUHÝ EXPERIMENT	78
TABULKA 10 NAMĚŘENÁ ELEKTRICKÁ REZISTIVITA PŘI STEJNOSMĚRNÉM PROUDU	92
TABULKA 11 HLAVNÍ PARAMETRY DIFÚZNÍHO SVAŘOVÁNÍ A DEFORMACE PRO TŘETÍ EXPERIMENT	103
TABULKA 12 DEFORMACE VZORKŮ Z TŘETÍHO EXPERIMENTU	104
TABULKA 13 VÝSLEDKY SEM ANALÝZY [AT. %]	112
TABULKA 14 VÝSLEDKY ULTRAZVUKOVÉHO ZKOUŠENÍ A MEZE PEVNOSTI V TAHU	122
TABULKA 15 HODNOTY REÁLNÉHO CHEMICKÉHO SLOŽENÍ JEDNOTLIVÝCH TAVEB SLITINY ALMg3 (EN AW-5754) POUŽITÉ PRO EXPERIMENTY	127
TABULKA 16 POROVNÁNÍ METOD ZKOUŠENÍ ULTRAZVUKEM V ZÁVISLOSTI NA PEVNOSTI SPOJE	130

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

ČVUT v Praze	České vysoké učení technické v Praze
FS	Fakulta strojní
J [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$]	Difúzní tok
D	Difuzivita
C	Koncentrace
R [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]/ $[\Omega]$	Plynová konstanta, Elektrický odpor
T [$^{\circ}\text{C}$]	Teplota
D_0	Frekvenční faktor
Δ	Gradient
$\text{erf}(z)$	Chybová funkce, Gaussova funkce
Q [kJ/mol]	Aktivační energie
k [$\text{J}\cdot\text{K}^{-1}$]	Boltzmannova konstanta
x [s]	Dráha difúze
t [s]	Čas
ZEA	Zentralinstitut für Engineering
FZ	Forschungszentrum (Výzkumné centrum)
IFW Jena	Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung (Institut spojování a materiálů)
SS	Stainless steel (Korozivzdorná ocel)
SEM mikroskop)	Scanning electron microscope (Rastrovací elektronový mikroskop)
R_a [μm]	Průměrná aritmetická úchylka posuzovaného profilu
R_z [μm]	Největší výška profilu
R_{max} [μm]	Největší výška profilu – absolutně
H_2O	Voda
HF	Kyselina fluorovodíková
F [N]	Přítlačná síla
Impedační křivky/ charakteristika	Výstup z Bodeho grafu
Bodeho graf	Grafické znázornění závislosti impedance na frekvenci
A/B/S-Scan	Typ zobrazení z ultrazvukové zkoušky Phased Array
UT	Ultrasonic test (Zkouška ultrazvukem)
Z [Ω]	Impedance
REM	Rastrovací elektronová mikroskopie (scanning electron microscope, SEM)
RT	Radiographic test (Prozařovací zkouška)
AlMg3 (EN AW-5754)	Slitina hliníku
RWTH Aachen	Technická univerzita v Aachen
ZČU v Plzni	Západočeská univerzita v Plzni
TU v Liberci	Technická univerzita v Liberci
EPMA	Electron probe microanalyzer
IPDB	Impulse pressuring diffusion bonding
PVD	Physical Vapour Deposition (Fyzikální depozice z plynné fáze)
NDT	Nedestruktivní testování

1. ÚVOD

Difúzní spojování materiálů se řadí do skupiny tlakového svařování, což je proces spojování materiálů a slitin v tuhém stavu za současného působení zvýšeného tlaku na stykových plochách spojovaných dílů a teploty po dostatečně dlouhou dobu. Během procesu difúzního spojování se nevytváří tekutá fáze, jako u běžného tavného svařování, a působení tlaku na stykových plochách způsobuje pouze mikroskopické deformace. Celý proces difúzního spojování probíhá v uzavřené pracovní komoře, která chrání spojovaný materiál před účinky okolní atmosféry na základě vakuové ochrany, v ochranné atmosféře inertních plynů, případně jejich kombinací. [1],[2], [17]

Technický a technologický pokrok stále častěji umožňuje a vyžaduje vytvářet průmyslové produkty z různorodých kovových i nekovových materiálů, které jsou běžnými technologiemi a metodami tavného i tlakového svařování za běžných podmínek nesvařitelné nebo svařitelné s velkými obtížemi. Tyto materiály a jejich slitiny mají obvykle vysokou teplotu tavení, jsou vzájemně nerozpustné nebo vytváří křehké fáze a mají nízkou tvárnost. Do této skupiny materiálů a slitin je možné obecně zařadit oceli s vysokým obsahem uhlíku, korozivzdorné oceli, žárovečné oceli, různé typy neželezných slitin (z kovů jako Ti, Ni, Mo, atd.), slinuté karbidy, neželezné materiály jako křemen, sklo, grafit a podobně. Pro spojení takovýchto materiálů je tedy nutné použít některou ze speciálních metod spojování, jako je například difúzní spojování v ochranné atmosféře nebo difúzní spojování ve vysokovakuové komoře. Základní průmyslové aplikace difúzního spojování jsou ve výrobě deskových výměníků tepla, chladicích či topných desek, mikrostrukturované a vysoce výkonné výměníky tepla a mikroreaktory, části turbíny (plynové turbíny, letecké motory), ve zdravotnické technologii (smíšené spoje a komponenty), v prototypové výrobě (laminované předměty) a při výrobě forem (kontury spojů chlazených forem, vysoce namáhané rozváděcí desky). [3],[4], [7], [11]

Kvůli vysoké ceně zařízení pro difúzní spojování, vlastní často tyto stroje pouze výzkumné ústavy a univerzity, které se zabývají rozvojem technologií difúzního spojování. Proto i vytižení těchto zařízení musí být hospodárné a v kontextu toho, že jde o uzavřený proces, jehož kontrola a kvalita vlastního spoje jsou možné provést až po ukončení procesu, je nutné spojovat (vyrábět – svařovat) produkty, které dosahují

požadované kvality v co nejkratším čase. Kontrola během procesu difúzního spojování není tedy možná a zpravidla se v praxi provádí „pouze“ kontrola spojení prvního vzorku, který je podroben destruktivnímu zkoušení. Pokud tyto zkoušky potvrdí dosažení požadované kvality spoje, provede se spojení dalšího kusu stejnými parametry, kde se předpokládá stejná úroveň kvality spoje.

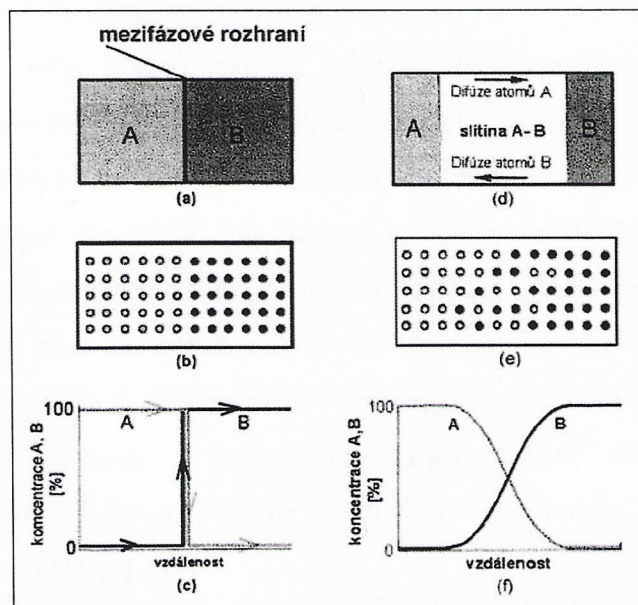
Motivací vzniku disertační práce je popsat a kvalifikovat nejvhodnější metody nedestruktivního zkoušení pro difúzní spojování, což by významně zefektivnilo výrobu prototypů metodou difúzního svařování.

2. POPIS PROBLEMATIKY DIFÚZNÍHO SPOJOVÁNÍ

2.1 Teorie difúzního procesu

Difúze je proces, kterým se ve vícesložkové soustavě dosahuje rovnoměrného rozložení atomů. To znamená, že tok atomů určitého prvku směřuje z oblasti s vyšší koncentrací do oblasti s nižší koncentrací tohoto prvku. Difúzní proces probíhá jak v jednosložkové soustavě (homogenní), tak i ve vícesložkové (heterogenní). V technické praxi je využíváno heterogenní difúze, protože jde často o kombinace materiálu konvenčními metodami nesvařitelné. Podmínkou však je, že difundující prvek musí být alespoň částečně rozpustný v dané fázi. [1] [61]

Na obrázku 1 je vyobrazena modelová situace heterogenní difúze, kde na počátku jsou dva rozdílné materiály (označené jako materiály A a B). Aby mohla probíhat atomová výměna mezi oběma materiály, musí mít mezi sebou velmi těsný kontakt. Pokud jsou splněny další podmínky difúze (teplota, čas, tlak), začnou atomy na styčných plochách obou materiálů vytvářet mezifázové rozhraní, což vytvoří výsledné spojení, které je tvořeno třemi materiálovými fázemi (materiál A, slitina A-B a materiál B). [61]



Obrázek 1 Model heterogenní difúze [61]

- a) rozdílné materiály na počátku difúze, b) rozložení atomů na počátku difúze, c) koncentrace složek na počátku difúze, d) materiály na konci difúze, e) rozložení atomů na konci difúze, f) koncentrace složek na konci difúze

2.2 Fyzikální hypotézy vzniku difúzního spoje

Vznik difúzního spoje je podle odborné fyzikální literatury [např. 10] popsán pěti hypotézami:

- 1) Vrstvová hypotéza
- 2) Rekrytalizační hypotéza
- 3) Energetická hypotéza
- 4) Dislokační hypotéza
- 5) Difúzní hypotéza

2.2.1 Vrstvová hypotéza

Vrstvová hypotéza pracuje s předpokladem, že všechny slitiny a kovy mají stejnou schopnost k vytvoření spoje, pokud se ideálně čisté povrchy spojovaných částí přiblíží na meziatomovou vzdálenost, tj. na poloměr meziatomových sil. Samotné těsné přiblížení spojovaných povrchů není dostatečné, pokud jsou kontaktní plochy znečištěny nebo obsahují oxidické vrstvy, které mají vyšší teplotu tavení než spojované slitiny a kovy, což brání prostupu difundujících atomů. Pokud však na kontaktních plochách začne působit tlaková síla, která způsobí mikroplastické deformace kontaktních ploch, dojde k narušení oxidických vrstev a odkrytí čistého kovového povrchu a může dojít k atomové výměně mezi spojovanými součástmi. [15],[19], [23], [30]

2.2.2 Rekrytalizační hypotéza

Rekrytalizační hypotéza je založena na předpokladu, že základním faktorem je rekrytalizace krystalických mřížek spojovaných materiálů v pevném stavu. Za vysokých teplot dochází k přestupu atomů mezi krystalickými mřížkami a v místě fázového rozhraní spojovaných materiálů vznikají nová krystalická zrna, která náleží oběma krystalickým mřížkám. [30]

2.2.3 Energetická hypotéza

Základním pojmem hypotézy je tzv. energetický práh, který představuje energetickou úroveň atomů v místě styku kontaktních ploch spojovaných materiálů. V okamžiku

překročení energetického prahu dochází k zániku atomové vazby v mateřském materiálu a k vytvoření nové atomové vazby mezi spojovanými materiály. [30]

2.2.4 Dislokační hypotéza

Dle dislokační hypotézy je proces difúzního spojení výsledkem plastického tečení kovů a slitin v oblasti stykových ploch. Existence dislokací na stykových plochách spojovaných materiálů způsobuje jejich členitost (plastickou deformaci), a tím narušení oxidických vrstev, které jinak brání atomové výměně. [19], [23], [30]

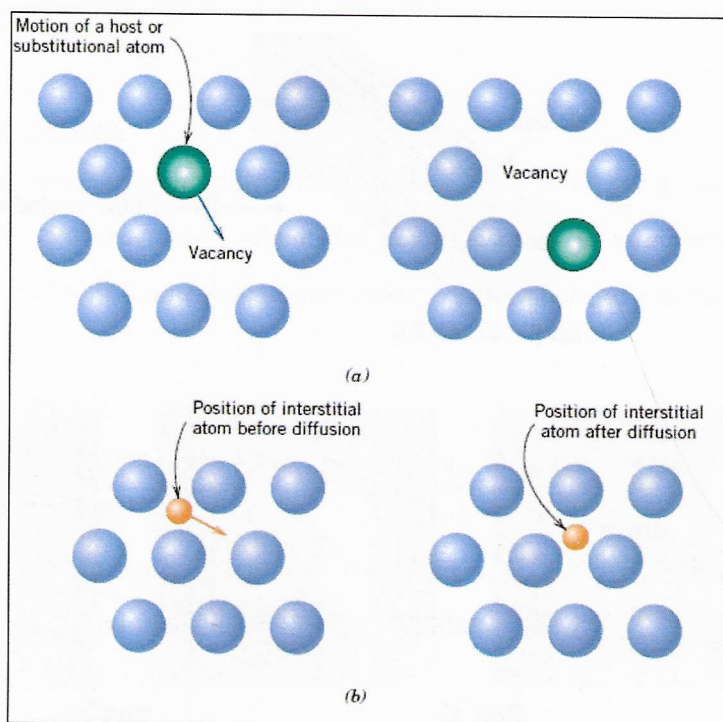
2.2.5 Difúzní hypotéza

Difúzní hypotéza předpokládá, že každý systém se snaží dosáhnout nejmenšího energetického stavu. Pokud dojde k přiblížení spojovaných povrchů na vzdálenost meziatomových sil, povrchové atomy mající volné vazby se přitahují s dalšími volnými atomy z povrchu druhé součásti a přemisťují se navzájem do hloubky od stykových ploch, protože volný atom má nadbytek energie a jeho spojením se částečně energetická hladina sníží. [19], [23], [30]

2.3 Mechanismy objemové difúze

Existují různé faktory, aby atom přešel z jednoho materiálu do druhého. Jsou to například krystalická materiálová struktura, velikost difundujících atomů a chemické složení materiálů. Vyskytují se případy, kdy difúzní jev je zcela náhodný proces a v jiných případech existuje vzájemný vztah s následujícím přechodem atomů. Pokud pravděpodobnost přechodu dalšího atomu je závislá na směru předcházejícího přechodu, jedná se o tzv. korelační jev.

Mechanismy difúze jsou rozděleny do dvou základních skupin. První skupina, která zahrnuje *intersticiální mechanismus* a *vakantní mechanismus*, je nazvaná jako **individuální mechanismus** (obrázek 2). V případě individuálních mechanismů dochází k difúzi jednoho atomu nezávisle na ostatních atomech. Opakem je **skupinový mechanismus**, který se dělí na *výměnný*, *kruhový* a *nepřímý intersticiální mechanismus* (obrázek 4). [19], [23]



Obrázek 2 Schématické vyobrazení individuálních mechanismů difúze [19]
 a) vakantní mechanismus – pohyb substitučního atomu
 b) intersticiální mechanismus – pohyb atomu v meziatomovém prostoru

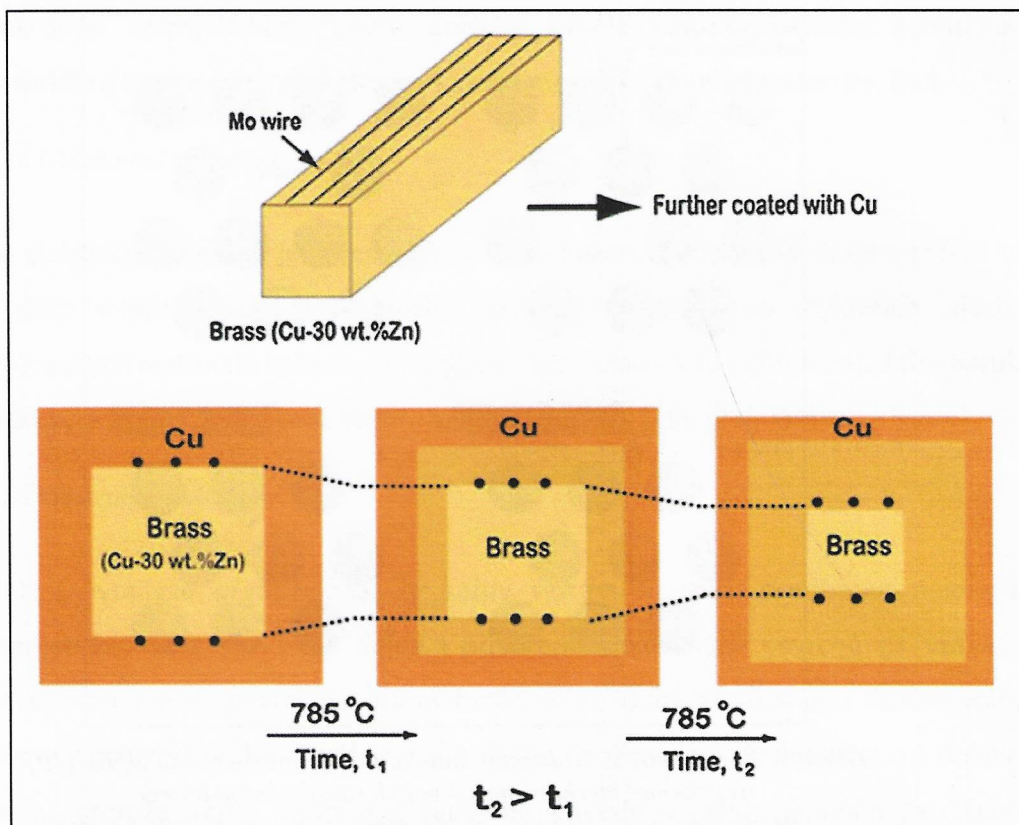
2.3.1 Individuální mechanismy

Vakantní mechanismus

V případě bodových mřížkových poruch v difundujících materiálech je zakotvený substituční atom vlivem tepla vytržen z dané vazby a přechází na místo nejbližší vakance. Vakantní mechanismus (obrázek 2a) je energeticky náročnější než intersticiální mechanismus, protože se uvažuje i energie potřebná pro pohyb samotných vakancí. [19], [23]

Intersticiální mechanismus

Pokud je velikost difundujícího atomu dostatečně menší než velikost okolních atomů, může probíhat intersticiální mechanismus (obrázek 2b), kdy dochází k pohybu intersticiálního atomu z jedné intersticiální polohy do druhé. Základní podmínkou tohoto mechanismu je, že se musí tvořit intersticiální tuhý roztok. [19], [23]



Obrázek 3 Zobrazení Kirkendallova experimentu [23]

Ernest Kirkendall v roce 1947 prezentoval výsledky experimentů [23] difúze mezi mědí a zinkem v mosazi, kde pozoroval pohyb difúzního rozhraní mezi různými fázemi difúze vlivem vysoké teploty. Tento jev se dnes nazývá Kirkendallův efekt, který popisuje přesun atomů nastávající jejich umístěním na rozhraní mezi spojované materiály a nastává při vakantním mechanismu. Atomy se budou pohybovat směrem k oblasti slitiny. Na obrázku 3 je ukázán experiment na jehož základě byl výše zmíněný Kirkendallův efekt popsán. Molybdenové dráty (Mo wire) jsou zde umístěny mezi měď (Cu) a mosaz (Brass), a po zahřátí na teplotu difúze (785 °C) se po určitém čase ($t_2 > t_1$) molybdenové dráty přemístí směrem k mosazi. Atomy zinku difundují rychleji než atomy mědi, a tak se pohybuje ven ze slitiny za účelem snížení koncentračního gradientu. Kirkendallův efekt může při difúzi atomů různými rychlostmi způsobit tvorbu dutin a pórů. [23]

2.3.2 Skupinové mechanismy

Výměnný mechanismus

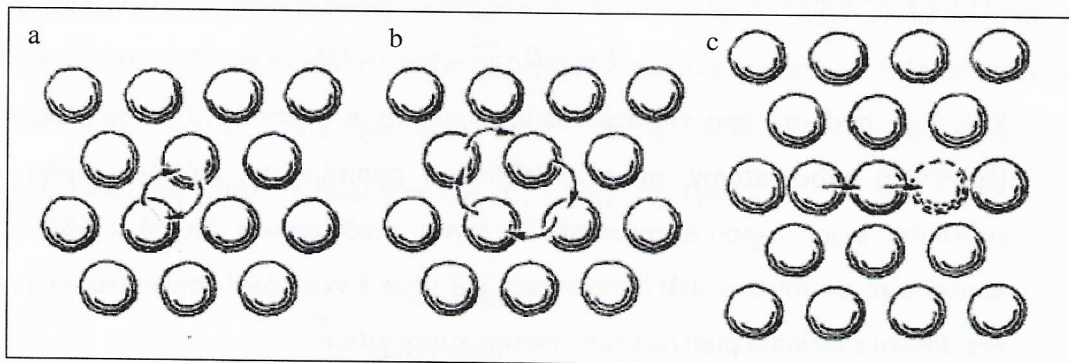
Při výměnném mechanismu (obrázek 4a) dochází k výměně dvou sousedních stejně velikých atomů. Ve srovnání s vakantním mechanismem je výměnný mechanismus energeticky náročnější, tudíž pravděpodobnost výskytu tohoto mechanismu je malá. [61]

Kruhový mechanismus

Je principem stejný jako výměnný mechanismus (obrázek 4b), ale dochází, místo výměny dvou sousedních atomů, k výměně několika sousedících atomů. Z energetického hlediska je kruhový mechanismus méně náročný než výměnný mechanismus. V porovnání s vakantním mechanismem je asi o jednu třetinu energeticky náročnější. [61]

Nepřímý intersticiální mechanismus

Při tomto mechanismu (obrázek 4c) dochází v krystalické mřížce k přesunu atomu z uzlové polohy do polohy intersticiální a následně do další uzlové polohy. [61]



Obrázek 4 Výměnný (a), kruhový (b) a nepřímý intersticiální mechanismus (c) [61]

2.4 Fickovy zákony

A. Fick (roku 1855) vytvořil první fenomenologický popis difúze. Ve Fickově pojetí dochází k difúzi vlivem gradientu koncentrace. Jde o zvláštní případ obecného pojetí difúze, platný za zjednodušujících předpokladů. Přesto je Fickovo pojetí technicky významné pro svou jednoduchost a velký počet zjištěných hodnot difúzního součinitele D . [1], [11]

2.4.1 První Fickův zákon a stacionární difúze

První Fickův zákon je definován v jednorozměrném prostoru se změnou koncentrace C v jednom směru na velmi malém úseku x . Zákon dále definuje pojem difúzní tok J , který je určen počtem atomů n , které projdou (difundují) skrze jednotkovou plochu A , za jednotku času τ . Difúzní tok je uvažován v jednom směru, tj. ve směru osy x . [19], [28]

$$J = \frac{1}{A} \frac{\partial n}{\partial \tau} \quad (1)$$

První Fickův zákon je v matematickém vyjádření definován následovně:

$$J = -D \cdot \frac{\partial C}{\partial x} \quad (2)$$

Kde C je hodnota koncentrace částic na úseku x . Jednotka J je definovaná jako $[\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}]$ nebo $[\text{atomy} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}]$. Veličina D popisuje tzv. difuzivitu nebo difúzní součinitel a její záporné znaménko v rovnici značí přenos atomů z místa o vyšší koncentraci do místa s nižší koncentrací, což vede k vyrovnání koncentračních rozdílů.

Pro difúzní součinitel platí následný matematický vztah:

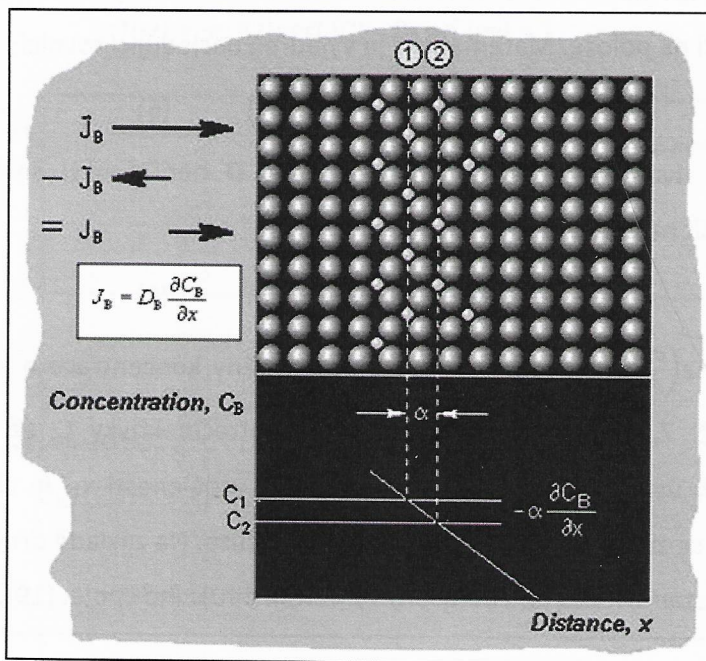
$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta E}{R \cdot T}\right) \quad (3)$$

Kde D_0 je frekvenční faktor závislý na frekvenci tepelného kmitání atomů, ΔE je aktivační energie difúze, R je plynová konstanta a T je absolutní teplota. Difúzní součinitel vyjadřuje míru rychlosti přenosu atomů, difúze. Z matematického vyjádření $D(3)$ je vidět jasná závislost difúze na teplotě, protože s vyšší teplotou bude difúze probíhat snadněji.

Prvním Fickovým zákonem je předpokládána přímá úměrnost mezi difúzním tokem J a koncentračním gradientem ΔC . Za stavu, že je koncentrace obou látek stejná, je koncentrační gradient nulový. [19], [23], [28]

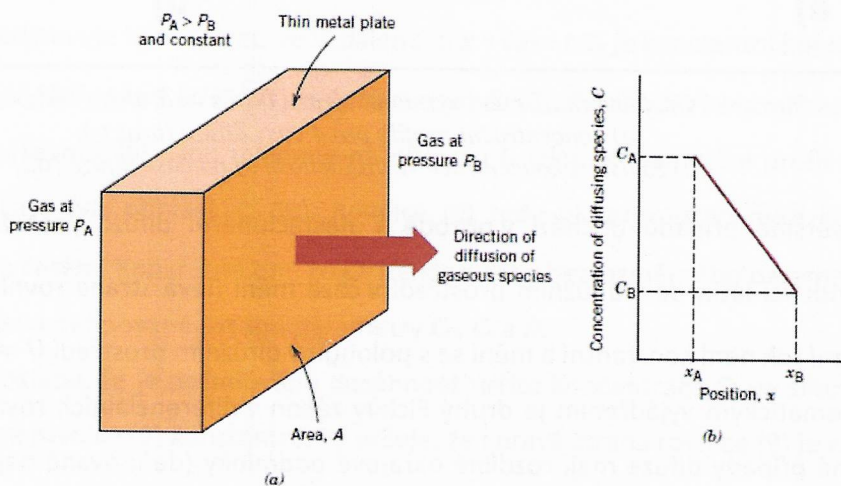
$$\Delta C = \frac{\partial C}{\partial x} = 0 \quad (4)$$

Pokud je ΔC nulový, stejně tak je nulový difúzní tok J a k difúzi nedochází.



Obrázek 5 Model prvního Fickova zákona [7]

Stacionární difúzi matematicky popisuje první Fickův zákon. V jejím průběhu platí, že koncentrace difundující látky v difúzním prostředí zůstává neměnná v čase (levá strana rovnice 6: $\frac{\partial C}{\partial t} = 0$), ale současně musí být splněna podmínka stacionárního (konstantního) difúzního toku ($J = konst.$). [[19], [23], [28]



Obrázek 6a) Znárodnění stacionární difúze, b) a lineární koncentračního profilu [19]

2.4.2 Druhý Fickův zákon a nestacionární difúze

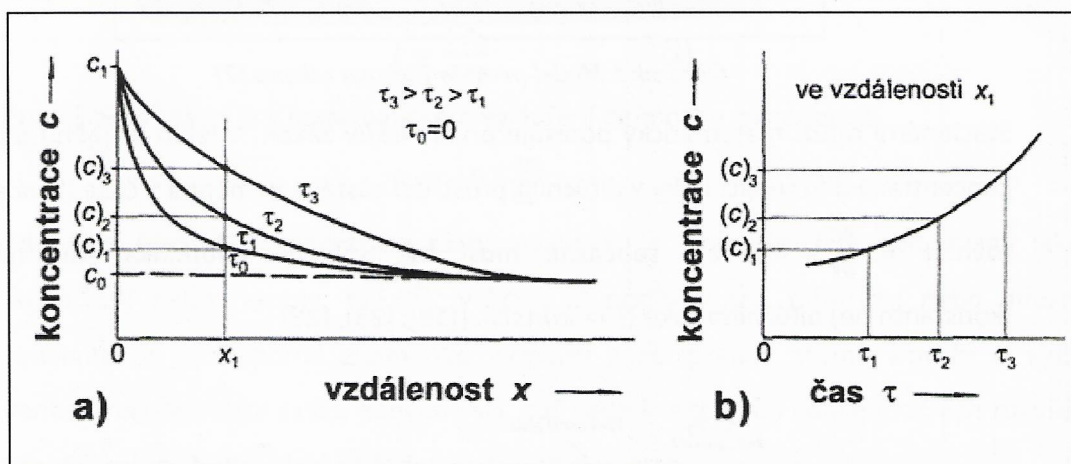
Druhý Fickův zákon uvažuje změnu koncentrace C nejen v závislosti na čase ale i v závislosti na poloze. Matematicky je vyjádřen následující rovnicí:

$$\frac{\partial C}{\partial \tau} = \frac{\partial}{\partial x} \cdot \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (5)$$

Pokud je uvažováno, že difúzní koeficient D není funkcí směru, můžeme vztah zjednodušit následovně:

$$\frac{\partial C}{\partial \tau} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (6)$$

Levá strana $\left(\frac{\partial C}{\partial \tau}\right)$ rovnice (6) určuje rychlost změny koncentrace a lze vyobrazit pomocí obrázku č. 7, kde jsou zaznamenány koncentrační křivky C_1 až C_3 difundující látky v časových úsecích τ_1 až τ_3 a koncentrace ve vzdálenosti x_1 . Je vidět, že koncentrace v bodě x_1 se zvyšuje s prodlužující se dobou difúze. Na základě druhého Fickova zákona je možné stanovit čas potřebný pro vytvoření difúzního spoje. [19], [23], [28]



Obrázek 7 Grafické znázornění významu výrazu $\partial C/\partial \tau$ ve druhém Fickově zákoně;
 a) koncentrační profily pro 4 časy difúze (t_0 až t_3);
 b) závislost koncentrace ve vzdálenosti x_1 na čase difúze [62]

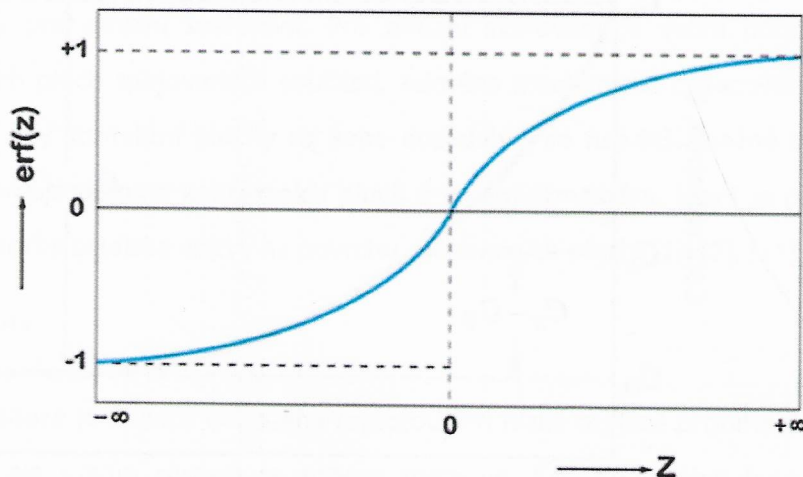
Ve většině případů dochází v přírodě k nestacionární difúzi, protože koncentrace difundující látky se v difúzním prostředí v čase mění (levá strana rovnice 6: $\frac{\partial C}{\partial \tau} \neq 0$) a difúzní tok není konstantní a mění se s polohou v difúzním prostředí ($J \neq konst.$).

Matematickým vyjádřením je druhý Fickův zákon v diferenciálních rovnicích (5) a (6). Různé případy difúze mají rozdílné okrajové podmínky (definované například v [23]) a jiné tvary řešení, které mohou obsahovat Gaussovu funkci chyb. Je označena jako **erf(z)** a je definovaná vztahem:

$$\operatorname{erf}(z) = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-t^2} \cdot dt \quad (7)$$

Základní vlastnosti chybové funkce (7) jsou:

$$\operatorname{erf}(-z) = -\operatorname{erf}(z); \operatorname{erf}(0) = 0; \operatorname{erf}(\infty) = 1. \quad (8)$$



Obrázek 8 Graf chybové funkce $\operatorname{erf}(z)$ [19]

Pokud platí následující předpoklady:

- 1) před difúzí jsou všechny difundující atomy rovnoměrně rozloženy s koncentrací C_0 ,
- 2) hodnota x na povrchu je nulová a zvyšuje se se vzdáleností od povrchu,
- 3) čas je nulový v okamžiku zahájení procesu difúze.

Zavedením okrajových podmínek v rovnici (6) poskytně řešení:

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (9)$$

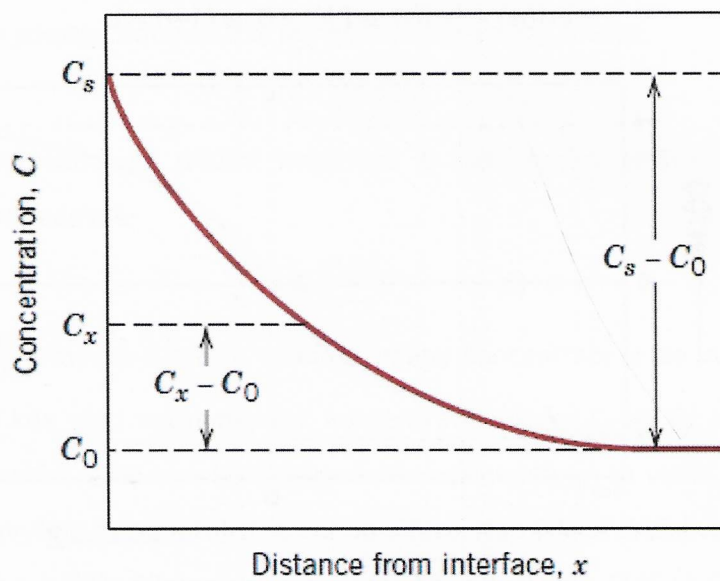
Kde C_x představuje koncentraci ve vzdálenosti x v čase t . C_s je konstantní koncentrace na povrchu. Vyjádření $\operatorname{erf}(x/2\sqrt{Dt})$ je úprava rovnice (7). Parametry koncentrace, které se objevují v rovnici (9), jsou uvedeny na obrázku 6 jako koncentrační profil pořízený v určitém čase (viz obrázek č. 6b). Rovnice (9) tedy ukazuje vztah mezi koncentrací, polohou a časem. Konkrétně tím, že C_x lze stanovit z bezrozměrného parametru x/\sqrt{Dt} a pokud jsou definované ostatní parametry C_0 , C_s a D .

Za předpokladu, že je požadováno dosáhnout určité koncentrace C_1 ve slitině, stává se levá strana rovnice (9) konstantní. To určuje, že i pravá strana rovnice (9) je konstantní:

$$\frac{C_1 - C_0}{C_s - C_0} = \text{konst.} \quad (10)$$

$$\frac{x}{2\sqrt{Dt}} = \text{konst.} \quad (11)$$

Na základě vztahů (10) a (11) jsou některé difúzní výpočty usnadněny. [19], [23], [28]



Obrázek 9 Koncentrační profil pro nestacionární difúzi [19]

2.5 Parametry difúzního svařování

Hlavní parametry difúzního svařování jsou teplota, čas a tlak. Dobu, po kterou probíhají difúzní procesy za současného působení tepla a tlaku, definují základní technické parametry pro difúzní svařování. Pro difúzní svařování je velmi důležitá příprava kontaktních ploch spojovaných součástí, zejména mechanické opracování a přesnost. Je nutné, aby kontaktní plochy na sebe dosedaly v co největší možné ploše. Kvalitu spoje ovlivňuje drsnost kontaktních ploch a okolní atmosféra, která je odpovědná za rychlost tvorby oxidické vrstvy na povrchu spojovaných ploch. [1], [2], [11]

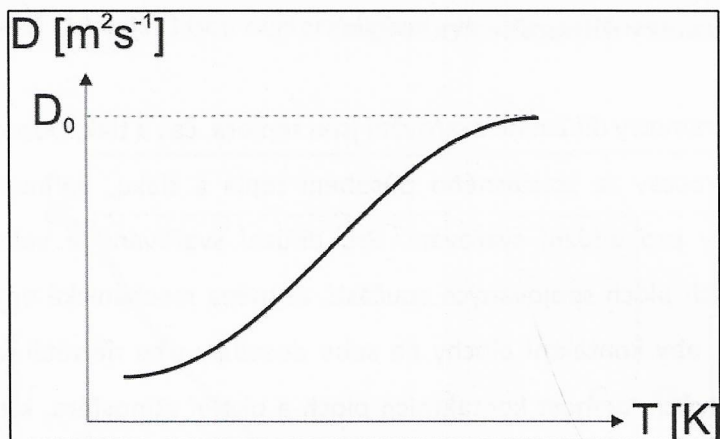
2.5.1 Teplota

Rychlost difúze je nejvíce ovlivněna teplotou. Při nízké teplotě probíhá difúzní proces pomaleji, ale s jejím růstem se proces zrychluje. Experimentálně bylo zjištěno, že difúzní koeficient roste s teplotou podle vztahu (11), což je jiný zápis rovnice (3). Následující zápis zmíněné rovnice (12) se nazývá Arrheniova rovnice.

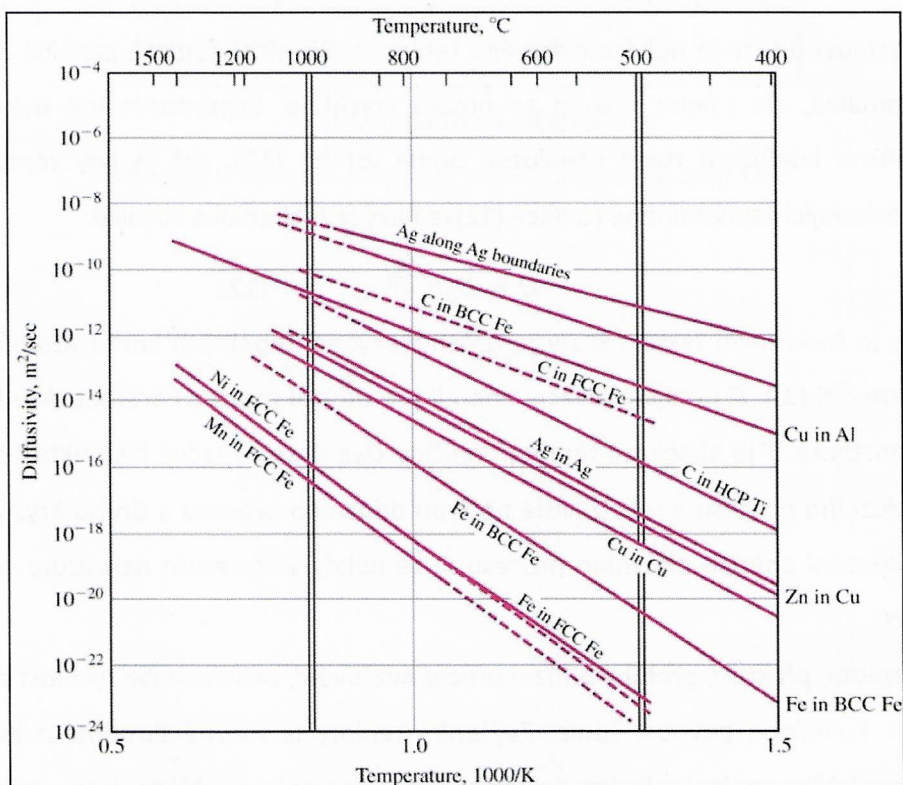
$$D = D_0 e^{-\frac{Q}{kT}} \quad (12)$$

D_0 je frekvenční faktor, který je určen frekvencí tepelných kmitů atomů (stejně jako v rovnici (3)). Q určuje aktivační energii pro difúzní proces. Parametr k je Boltzmannova konstanta. T je absolutní teplota. Veličiny D_0 a Q se označují jako aktivační parametry difúzního procesu a jsou závislé na typu difúzního procesu a druhu krystalové mřížky. Aktivační energie difúzního procesu Q se někdy v literatuře nahrazuje entalpií difúze ΔH .

Teplota, při které probíhá difúzní proces svařování, ovlivňuje jak rychlost difúze atomů, tak konečnou pevnost spoje. Zvýšením teploty je možné dosáhnout kvalitnějšího a pevnějšího spojení, ale jen do určité meze, protože s vyšší teplotou začne narůstat i velikost zrna spojovaných materiálů a dochází ke změnám mechanických vlastností základního materiálu i spoje. Pro metodu difúzního svařování by se měla teplota pohybovat v rozmezí 50 % až 70 % z teploty tavení spojovaného materiálu. V případě, že jsou spojovány dva různé materiály (heterogenní spoj), volí se teplota dle materiálu s nižší teplotou tavení. [1], [2], [11]



Obrázek 10 Vliv teploty na difuzivitu [64]



Obrázek 11 Arrheniův diagram – závislost difúzního koeficientu na teplotě [63]

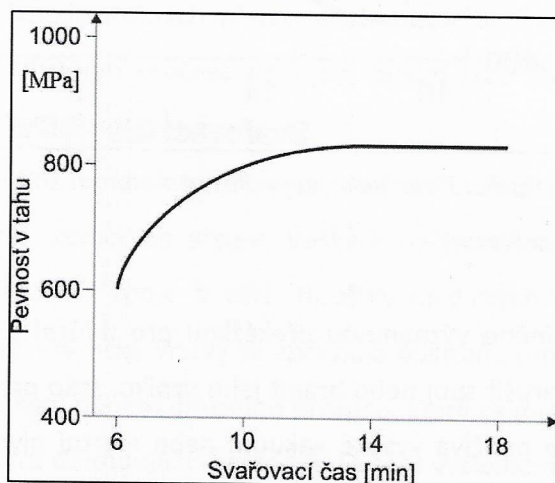
2.5.2 Čas

Doba trvání difúzního procesu úměrně ovlivňuje změnu koncentrace prvků ve spojovaných součástech a do jisté meze (stejně jako teplota) dosahuje spoj lepších vlastností. Po určitém čase se koncentrační rozdíly vyrovnají a dále nemá čas prakticky žádný vliv na vyšší kvalitu spoje. Naopak, což souvisí s teplotou, může mít delší doba trvání negativní vliv na kvalitu spoje, protože hrozí možný růst zrna v základních spojovaných materiálech. Výrazný vliv na kvalitu spoje má způsob a čas ochlazování spojených součástí, protože ponecháním spojených materiálů v peci za současného pomalého ochlazování a působení stálého tlaku se zvyšují mechanické vlastnosti spojení. U heterogenních difúzních spojů je pomalé ochlazování nutnou podmínkou, protože se snižuje vliv pnutí, které je dáno rozdílnou tepelnou roztažností spojovaných základních materiálů.

Pokud jsou rovnice (10) a (11) upraveny do podoby rovnice (13), lze konstatovat, že difúzní reakce probíhají s odmocninou času, tudíž prodloužení času difúzního procesu není tolik účinné (nemá zásadní vliv na pevnost spoje – obr. 12) jako zvýšení teploty difúzního procesu.

$$x = C\sqrt{Dt} \quad (13)$$

Kde x označuje dráhu difúze, D je difúzní koeficient a t je čas difúze. Člen C je koncentrace, která je konstantní. [1], [2], [11]

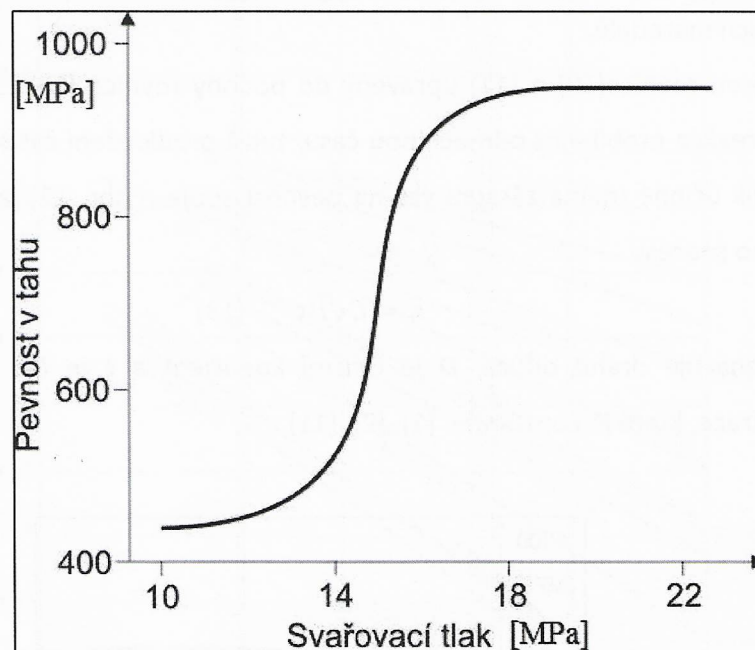


Obrázek 12 Vliv času na pevnost v tahu difúzního spoje [64]

2.5.3 Tlak

Hlavním úkolem tlaku při difúzním spojování je zapříčinit vzájemný těsný kontakt mezi styčnými plochami spojovaných součástí. Tlak musí zaručit takové přiblížení kontaktních ploch, aby došlo na styčných plochách k působení meziatomových sil, ale nedošlo k makroskopické deformaci spojovaných materiálů. [1], [2], [11]

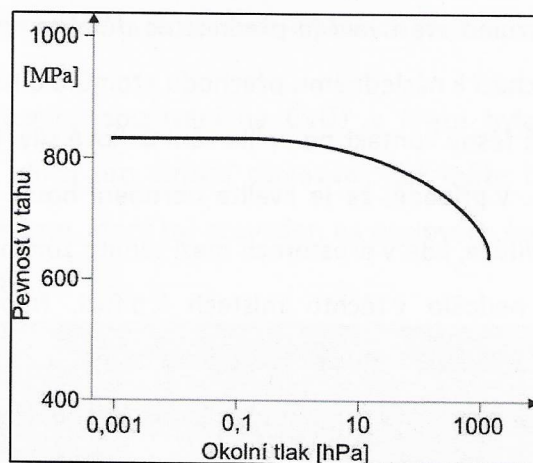
Proces difúzního spojování není tak zásadně ovlivněn velikostí tlaku jako teplotou, ale čím vyšší bude jeho mezní hodnota, tím kvalitnější bude spoj, protože v místech těsného kontaktu mezi spojovanými plochami probíhá difúze snadněji. Díky působení tlaku dochází k tečení materiálu, a to hlavně v místech mikronerovností. Hodnoty tlaku se v technické praxi pohybují řádově v jednotkách, maximálně v desítkách MPa.[1], [2], [11]



Obrázek 13 Vliv tlaku na pevnostní vlastnosti difúzního spoje [64]

2.5.4 Okolní atmosféra

Jak již bylo zmíněno významnou překážkou pro difúzní proces jsou oxidické vrstvy, které mohou narušit spoj nebo bránit jeho vzniku. Jako pracovní prostředí pro difúzní proces se často používá vysoké vakuum nebo inertní plyn, a to zejména argon. Na obrázku 14 je možné pozorovat, že čistota (velikost) vakua ovlivňuje pevnost spoje.[1], [2], [11]



Obrázek 14 Vliv velikosti vakua na pevnost difúzního spoje [64]

2.6 Příprava povrchu styčných ploch

Příprava styčných ploch je velmi důležitá pro snadný průběh difúzního procesu, a to zejména z hlediska drsnosti a rovinnosti povrchu styčných ploch.

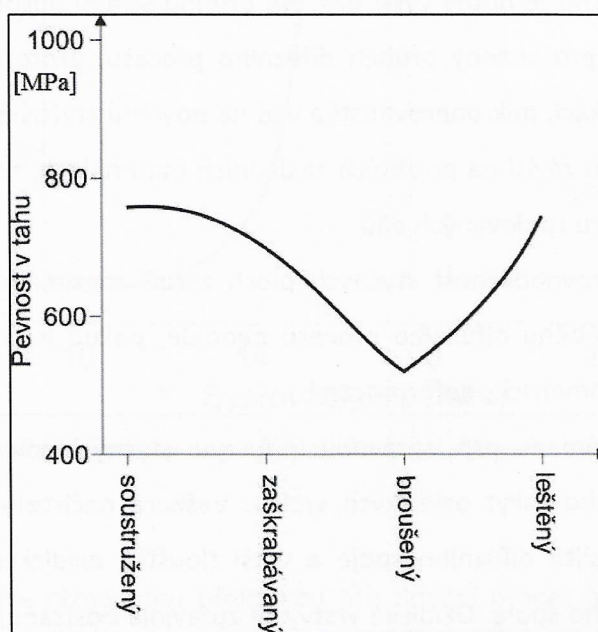
Drsnost povrchu má vliv na dostatečné přiblížení kontaktních ploch, protože s větší drsností povrchu je nutný vyšší tlak. Na druhou stranu absolutně hladký povrch není také vhodný pro snadný průběh difúzního procesu, protože difúzní proces využívá vakancí, dislokací, mikronerovností a vad na povrchu styčných ploch. Vhodná příprava styčných ploch závisí na použitých základních materiálech, teplotě difúzního procesu, velikosti a tvaru spojovaných dílů.

Rovinnost a rovnoběžnost styčných ploch zaručí maximální kontakt mezi nimi. Ke snadnému průběhu difúzního procesu nedojde, pokud jsou styčné plochy vypouklé nebo jinak geometricky deformované.

Dalším problémem pro správnou přípravu styčných ploch je jejich povrchové znečištění, anebo výskyt oxidických vrstev. Veškeré nečistoty mají nepříznivý vliv na výslednou kvalitu difúzního spoje a větší tloušťky oxidických vrstev mohou bránit vzniku difúzního spoje. Oxidické vrstvy se zpravidla odstraňují mechanicky (broušení), nebo dostatečným tlakem během difúzního procesu, který oxidickou vrstvu naruší, aby mohlo dojít ke kontaktu difundujících materiálů. Ovšem výsledkem je často difúzní spoj obsahující oxidické vměstky nebo absorbovaná oxidická vrstva v základním materiálu. [1], [2], [11]

Pro metodu difúzního svařování je přednostně důležitá rovinnost kontaktních ploch, mezi kterými dochází k následnému přechodu atomů a difúzi, protože právě rovinnost zajistí maximálně těsný kontakt po aplikování tlakové síly. Další podmínkou je vhodná drsnost povrchu. V případě, že je kvalita obrobení horší, mohou se vytvářet lokální oblasti zvýšené difúze, kde v prostorech mezi těmito zónami nebyl kontakt dostatečný nebo žádný a nedošlo v těchto místech k difúzi. Naopak velice hladká plocha z technologického hlediska může vytvářet problém nerovinného povrchu, protože technologické postupy leštění mohou způsobit vypouklý povrch. V ideálním případě mají kontaktní plochy jemné výstupky, které jsou místem prvotních mikroplastických deformací a prvotních přeskoků atomů, od kterých se následně difúze šíří po celé kontaktní ploše. Takového ideálního stavu lze dosáhnout vhodnou kombinací přípravy povrchu (rovinnost, drsnost, čistota) a přitlačné síly během procesu svařování.

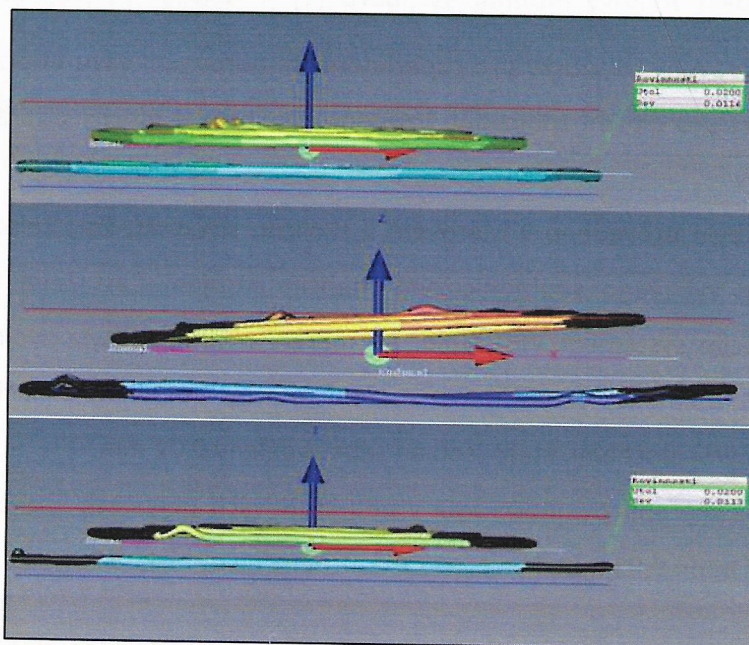
Lze tedy konstatovat, že vedle hlavních parametrů difúzního svařování: teploty, času a tlaku, je dalším důležitým faktorem (ovlivňujícím kvalitu výsledného spoje) stav povrchu kontaktní plochy. [1], [2], [11]



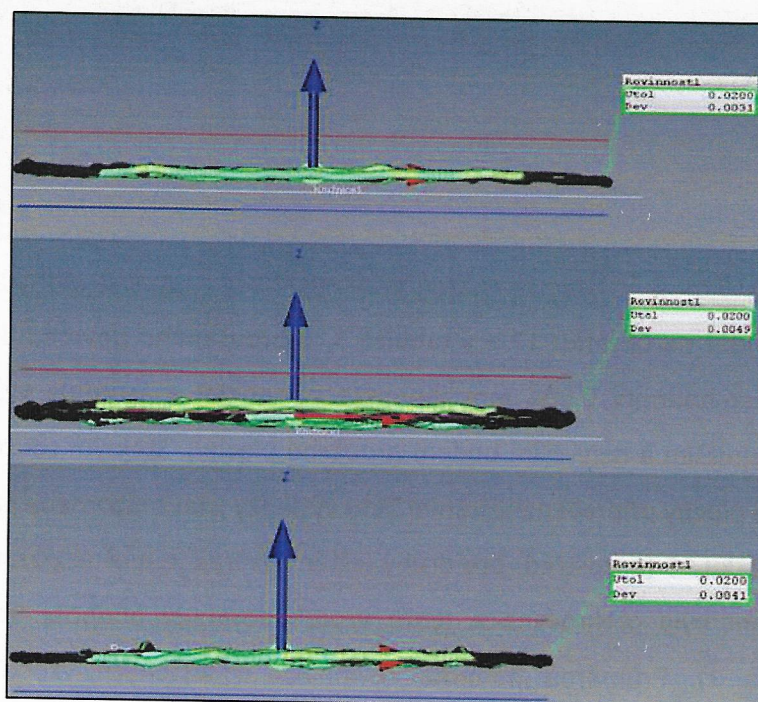
Obrázek 15 Vliv povrchu na pevnost difúzního spoje [64]

2.6.1 Experiment přípravy stykových ploch (kontaktních ploch)

V rámci výzkumu difúzního spojování na ČVUT v Praze byla ověřovaná vhodnost přípravy kontaktních ploch pro difúzní spojování, což může být ukázáno na tomto jednoduchém experimentu, který byl proveden na ocelových vzorcích, a jeho výsledky byly publikovány v [11].



Obrázek 16 Měření rovinnosti leštěné plochy - 3 vzorky [11]



Obrázek 17 Měření rovinnosti broušené plochy - 3 vzorky [11]

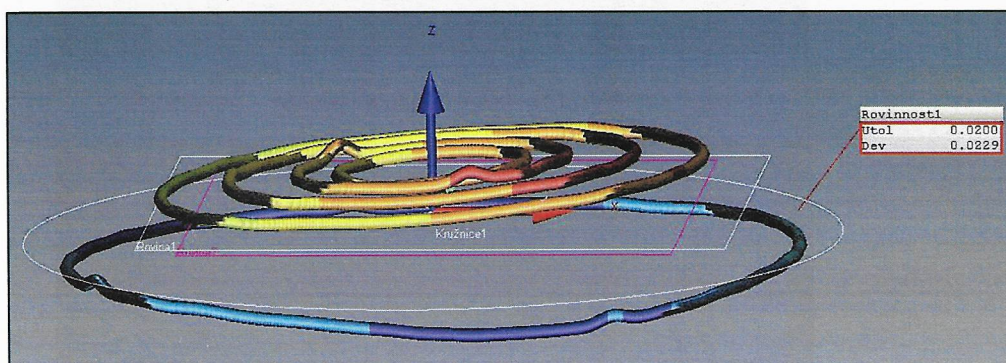
Tabulka 1 Naměřené hodnoty rovinnosti na broušených a leštěných vzorcích

vzorek	rovinnost [mm]	
	broušený povrch	leštěný povrch
1	0,0041	0,0116
2	0,0049	0,0229
3	0,0031	0,0113
průměrná hodnota rovinnosti	0,0040	0,0153
dovolená odchylka	0,0200	

Byly připraveny tři vzorky pro experimentální porovnání vlivu přípravy povrchu na její vhodnost pro difúzní spojování. Vzorky měly stykové plochy připraveny broušením a leštěním.

Měření bylo provedeno v Měrovém a školicím středisku Carl Zeiss při ČVUT v Praze, které je vybaveno souřadnicovým měřicím strojem Carl Zeiss MC 850 s aktivní skenovacím systémem Vast Gold. Při měření rovinnosti byla zvolena tolerance 0,02 mm. To znamená, že rovinnost měřené plochy by se měla nacházet mezi dvěma pomyslnými plochami, které jsou od sebe vzdáleny 0,02 mm.

Strategie měření rovinnosti byla v pěti kruhových oblastech skenování s rozestupem snímání bodů 0,05 mm, které jsou znázorněny na obrázku 18.



Obrázek 18 Strategie měření rovinnosti vzorků – vypouklá styčná plocha [11]

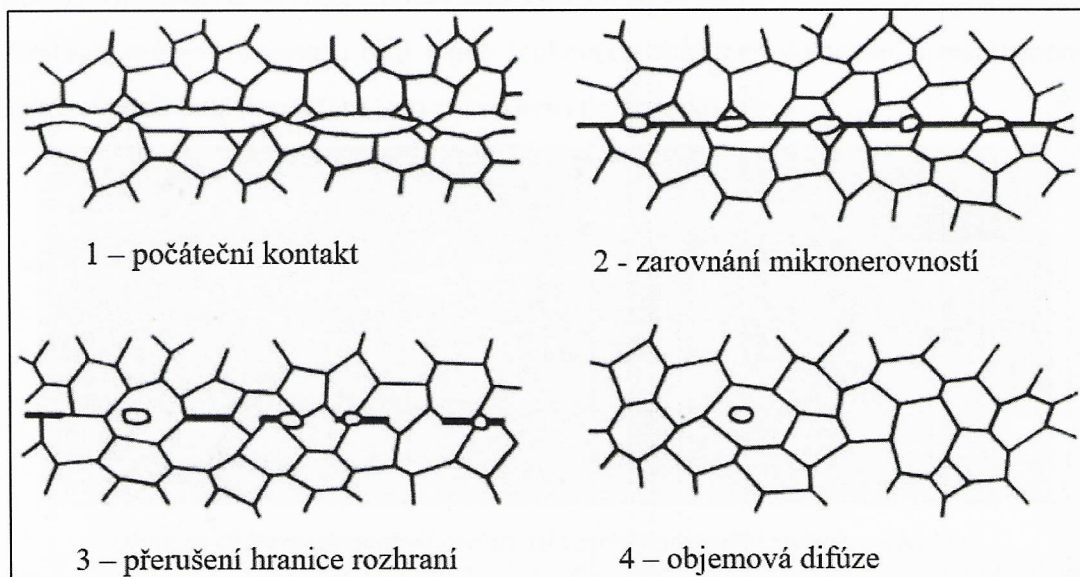
Jak je vidět na obrázku 17 a v tabulce 1, u broušeného povrchu dosahuje průměrná rovinnost hodnoty 0,004 mm (hodnota rovinnosti znázorňuje výškovou vzdálenost mezi nejnižším a nejvyšším bodem broušené plochy). Stejným způsobem byly měřeny stykové plochy připravené leštěním. Tyto výsledky jsou znázorněny na obrázku 16.

Na obrázku 16 (uprostřed) pro druhý leštěný vzorek je možné pozorovat, že tolerance 0,02 mm byla překročena a tento vzorek dosahuje hodnoty úchylky 0,0229 mm (tabulka 1). Průměrná hodnota rovinnosti u leštěných vzorků je 0,0153 mm. V porovnání s broušenými vzorky je průměrně o 0,0113 mm větší.

V praktickém pojetí to znamená potvrzení již uvedeného faktu, že broušené stykové plochy budou na sebe mnohem lépe dosedat oproti leštěným stykovým plochám, které dle zjištěné rovinnosti budou vypouklé. Z tohoto pohledu jsou hodnoty drsnosti povrchu méně důležité oproti jeho celkové rovinnosti. V odborné literatuře nejsou přímo definované vhodné tabulkové parametry pro vlastnosti povrchů slitin k difúznímu spojování. Kazakov v [1] uvádí, že jenutné vytvořit takovou stykovou plochu, aby tlak vyvolal mikroplastickou deformaci a maximální kontakt mezi stykovými plochami. V místě mikroplastických deformací bude probíhat přednostně materiálová výměna mezi povrchy. [11], [60]

2.7 Mechanismus vzniku homogenního difúzního spoje

Průběh vzniku homogenního spoje je popsán čtyřmi fázemi, které jsou znázorněny na obrázku 19. Nutnou podmínkou fáze 1 je přiblížení styčných ploch a kontakt mikronerovností obou spojovaných povrchů. Ve fázi 2 vzniká počáteční kontakt obou spojovaných povrchů a nastává mikrodeformace povrchových vrstev na stykových plochách. Výsledkem fáze 2 je zarovnání povrchových mikronerovností na styčných plochách obou materiálů, což usnadňuje ve fázi 3 vzájemnou difúzi atomů, pohyb vakancí a dislokací. Ve 3. fázi nastává přerušování hranice původního rozhraní mezi povrchy spojovaných materiálů, což umožňuje ve fázi 4 intenzivní difúzní pochody a vymizení původního rozhraní ve snaze o vyrovnání energie rovnovážné struktury mezi spojovanými materiály. Pokud se spojuje heterogenní spoj (spoj různých materiálů), vzniká jasně viditelné rozhraní mezi spojovanými materiály.



Obrázek 19 Model difúzního svařování homogenního spoje [65]

2.8 Přehled současného stavu problematiky difúzního spojování

Technologii difúzního svařování jako první navrhl a patentoval profesor N. F. Kazakov [1], [55] z Moskevského technologického institutu. V roce 1964 K. Voleník publikoval v ČS časopisu pro fyziku referát „Difuse v kovech“ [10], ve kterém se zabývá fyzikálním popisem mechanismů difúze v kovech. Autor disertační práce problematiku zpracovával v rámci doktorské zkoušky „Difúze v pevných látkách“. Teorie difúze je obsažena v řadě mezinárodních publikacích, například [19], [23], [28] a [30] a současně byla popsána v kapitole 2.1 disertační práce.

V 80. letech 20. století byly nejvýznamnější práce N. F. Kazakova přeloženy do češtiny a vydány v souborné knize „Difúzní svařování“ [1], která komplexně popisuje teoretickou a praktickou problematiku difúzního spojování. Dle této práce lze difúzní svařování řadit mezi metody spojování materiálů v tuhém stavu a lze ho definovat jako: „způsob dosáhnutí monolitního spojení vznikem vazeb na atomové úrovni“. Spoj vzniká jako následek minimální lokální plastické deformace při zvýšené teplotě zaručující vzájemnou difúzi v povrchových vrstvách spojovaných materiálů.

Z novějších publikací, které na tyto původní v teoretické rovině navazují, lze jmenovat např. knihu „Werkstofftechnik: Herstellung Verarbeitung Fertigung“ [9] od autorů: S. Kalpakjian, R. Schmid a E. Werner zabývající se materiály a jejich zpracováním, která popisuje i difúzní svařování.

V současné době se difúznímu svařování ve světě věnuje řada průmyslových firem. Velké zastoupení výrobních podniků zaměřených na technologii difúzního svařování je zejména na území Spojených států amerických a na dálném východě. Za všechny výrobce používající tuto technologii v praxi, lze jmenovat následující společnosti: Vacuum process engineering (USA), Sacramento California (USA), MKI Company, Greensboro North Carolina (USA), Refrac Systems, Chandler Arizona (USA), VACCO Industries, El Monte California (USA), INDUTHERM (Německo), Metso Materials Technology (Finsko) atd. Na technologický proces difúzního svařování tyto firmy používají obvykle vakuové pece s přesně kontrolovanou teplotou. Teplo na aktivování difúze se získává prostřednictvím odporového nebo indukčního ohřevu, zejména ve vakuovém prostředí. Zařízení jsou dnes obvykle plně automatizovaná a zabezpečují digitální zpracování použitých parametrů svařování [11].

Z historického hlediska patří difúzní svařování k novějším metodám, která stále nachází uplatnění v mnoha průmyslových odvětvích, od použití v automobilovém průmyslu přes letecký a lékařský průmysl, manipulační techniku, zařízení na vodíkové palivové články, výměníky tepla. Dále na součásti pro výrobu senzorů, chladících přístrojů, odhlučňovacích zařízení a mikrozařízení na přívod kapalin, biomedicínské implantáty apod.

Difúzní svařování se zvláště využívá pro spojování obtížně svařitelných materiálů, nebo v těch případech, kdy nemohou být použity běžné metody tavného svařování. Často se tímto způsobem svařují např. materiály žárupevné, těžkotavitelné, supertvrdé, materiály s vysokou afinitou ke kyslíku apod. Metody difúzního svařování se též využívá ke svařování kombinovaných materiálů (tzv. heterogenních spojů), a to jak pro vzájemné spojení kovů, tak i kovů s nekovy (nejčastěji keramika apod.) Tyto spoje se vyrábějí z širokého sortimentu materiálů s různými strukturami, včetně použití mezivrstev z kovových prášků, drátů a tenkostěnných fólií. Mezi svařované materiály pro vyhotovování spojů kombinovaných kovů a nekovů patří především: Al, Cu, Mo, Pt, Ag, Ti, Mg, Ni (včetně slitin těchto prvků), CrNi oceli a keramika.

Současný výzkum v Česku, který se zabývá konkrétní problematikou difúzního spojování, probíhá zejména v akademickém prostředí. Na ČVUT v Praze byla vytvořena v roce 2015 habilitační práce L. Kolaříka [11], která zkoumala problematiku difúzního svařování titanu s korozivzdornou ocelí v inertní ochranné atmosféře. V [11] je dosaženo uspokojivého difúzního spojení i bez použití vakua, za nízkého tlaku a pomocí Ni mezivrstvy. Na TU v Liberci pod vedením J. Moravce byl realizován obdobný výzkum difúzních spojů, zejména kombinace vysokolegované korozivzdorné austenitické oceli s titanem (včetně využití mezivrstev) pomocí teplotně-napěťového simulátoru Gleeble 3500 [86, 87]. Na obou pracovištích vznikla i řada bakalářských a diplomových prací zaměřených na tuto problematiku, například [3, 4, 5, 7, 14].

Na Slovensku se difúznímu svařování věnoval především M. Turňa a jeho tým na STU v Bratislavě, MTF v Trnavě [88], který se věnoval tvorbě speciálních kombinovaných spojů [6, 89, 90]. Bylo zde například vyřešeno svařování rotačních anod (W + grafit s mezivrstvou), používaných v RTG přístrojích. Grafitová část dovoluje u rentgenových přístrojů použít podstatně vyšší otáčky, čím se zabezpečí rovnoměrnější rozdělení

teploty na rotační anodě [6]. Dále bylo zkoumáno použití difúzního svařování pro neželezné kovy a jejich slitiny [91].

V Polsku, na Wroclaw University of Science and Technology se zabývali difúzním svařováním a následným tepelným zpracováním Al s CuAl8 (hliníkový bronz). Tepelným zpracováním se vytvořily tvrdé fáze, které zlepšují tvrdost a tribologické vlastnosti spoje [92]. Zároveň na Faculty of Mechatronics and Mechanical Engineering, Kielce University of Technology se B. Szwed a M. Konieczny zabývali v [59] difúzním spojením korozivzdorné oceli X5CrNi18-10 s komerčně čistým titanem, kde jako mezivrstva byla použita měděná folie. Teploty svařování byly: 875, 900 a 925, 950 a 1 000 °C po 60 minut ve vakuu. Na straně titanu se vyskytovala místa složená z eutektoidních směsí Ti + CuTi₂ a fází CuTi₂, CuTi, a Cu₄Ti₃. Na straně oceli bez ohledu na teplotu svařování se tvořila FeTi fáze a při teplotách 925, 950, 1 000 °C se tvořily fáze Fe₂Ti. Test mikrotvrdosti prokázal, že spoj v difúzním rozhraní dosahuje vyšších tvrdostí než základní materiály. Hodnoty mikro tvrdostí dosahovaly 185 až 580 HV. Nejtvrdší byla intermetalická fáze FeTi. Největší pevnosti spoje bylo dosaženo 258 MPa při teplotě 900 °C.

Na University of Cambridge ve Velké Británii se problematikou difúzního svařování a pájení zabývali A.A. Shirzadi a R. Wallach, kteří se mimo jiné v teoretické rovině zabývali problematikou difúzní vazby v pevné fázi [98], novými metodami difúzních vazeb u superslitin [93, 96] a slitin hliníku, se zahrnutím vlivu tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti spojů (patent [97]).

Někteří autoři zahrnují do metod difúzního svařování i svařování s tekutou mezivrstvou. Rozdíl v porovnání s pájením spočívá v tom, že materiál mezivrstvy se roztaví a plně difunduje do základních materiálů. Naopak za nesprávné je třeba pokládat, když se používá termín „difúzní pájení“, který je běžně používán i v anglické literatuře [6]. Při pájení by dle definice metody, měla vždy mezi spojovanými materiály zůstat i vrstva přídavného materiálu (pájky). Zajímavé jsou v této oblasti práce [94 a 95] pojednávající o difúzním pájení materiálů na bázi hliníku bez použití tavidel s použitím tekuté mezivrstvy tvořené galiem. Další práce výše zmíněných autorů z University of Cambridge se zabývali spojováním hliníkových slitin [2] a kompozitních materiálů s kovovou maticí na bázi hliníkových slitin [99], které vedli k udělení patentu [60], který popisuje princip ošetření povrchu materiálů pro difúzní spojování, a to

pomocí broušení nebo leštění povrchu spojovaného materiálu s použitím galliové mezivrstvy, které navazují na dřívější patenty [32, 33].

Na Estonské Tallinn University of Technology se R. Veinthal a S. Dahms [12] zabývali difúzním spojením oceli X5CrNi18-10 s hliníkovou slitinou AlMg3 (EN AW-5754) a spojováním neoxidické keramiky. Kde cílem práce bylo zjistit pevnost těchto spojů pomocí standardních metod destruktivního zkoušení.

Autor této disertační práce během svého doktorského studia absolvoval zahraniční stáž na RWHT Aachen, Welding a Joining Institute, pod vedením profesora U. Reisgena. Zde se seznámil s prací, která se komplexněji zabývá tématem difúzního spojování: „Difussionsschweißen und seine Anwendung“ [17] jejíž autorem je R. Lison z výzkumného centra v Jülich a která se zabývá spojováním ocelových a titanových slitin a jejich vyhodnocení pomocí metalografie a určení pevností spoje.

Kromě evropských výzkumných institucí se problematikou difúzního spojování ve velké míře zabírají i další mezinárodní týmy. Například indiští autoři z Department of Metallurgy, Bengal Engineering College (Deemed University) v [56] popisují difúzní spojení titanové slitiny a korozivzdorné oceli v rozmezí teploty svařování 800-950 °C, přítlakem 3 MPa. Spoje byly podrobeny zkoušce tahem, metalografii, a elektronové analýze. Autoři popisují, že spoje dosáhly 76 % pevnosti čistého titanu a tažnosti 5 % při teplotě difúzního procesu 850 °C. Elektronová mikroanalýza odhaluje masivní difúzi Fe, Cr a Ni do titanové strany difúzního spoje a difúzi Ti na menší vzdálenost do ocelové matrice. V blízkosti přechodového rozhraní mezi spojovanými materiály byly identifikovány intermetalické fáze. Objem těchto intermetalických fází se zvyšuje s rostoucí teplotou difúzního procesu. Intermetalické fáze snižují pevnost difúzních spojů.

Další práce tohoto výzkumného kolektivu [100] se zabývaly pevnostními vlastnostmi difúzního spoje Ti slitiny s mikroduplexní korozivzdornou ocelí s použitím Ni mezivrstvy ve vakuu. Při studiu mikrostruktury byl zjištěn vznik intermetalických fází (Ni₃Ti, NiTi, NiTi₂) na rozhraní spoje. Svařovací parametry byly následující: T = 900 °C, p = 10 až 15 MPa, t = 75 min. Maximální dosažená pevnost v tahu byla cca 640 MPa, mez kluzu cca 480 MPa a tažnost 9,3 %.

Výše uvedené pracoviště ve spolupráci s Department of Metallurgical and Materials Engineering, Colorado School of Mines, v USA publikovali i článek [57] zabývající se

difúzním spojením oceli 17-4 PH a komerčně čistého titanu svařovaných v teplotním rozmezí 800–1050 °C v krocích po 50 °C po dobu 30 minut a také při teplotě 950 °C po dobu 30-180 minut v krocích po 30 minutách. Přítlak byl 3,5 MPa ve vakuu. Při teplotě svařování 850 °C a času svařování 30 minut se tvořily v difúzním pásmu intermetalické fáze. Pro parametry svařování 1 000 °C a 30 minut byla zjištěna největší pevnost v tahu 326 MPa.

Další autor D. Poddar z Department of Metallurgy and Materials Engineering, Bengal Engineering and Science University (Shibpur) v [101] vyhodnocoval proces difúzního svařování komerčně čistého Ti s precipitačně vytvrditelnou korozivzdornou ocelí. Na rozhraní spoje byl analyzován vznik intermetalických fází (Fe₂Ti, FeTi, Cr₂Ti ad.). EPMA analýza ukázala difúzi prvků: Fe, Cr a Ni do čistého Ti. Parametry svařování byly: T = 800 až 1000 °C, p = 3,5 MPa, t = 3600 s velikostí vakua 4.10⁻³ Pa. Pevnost v tahu byla cca 345 MPa, mez kluzu cca 260 MPa.

Podobnou problematikou se zabývá řada výzkumných týmů i v Číně. Například v National Key Laboratory of Advanced Welding Production Technology, Harbin Institute of Technology publikovali výzkum, který se zabývá vysokotlakým difúzním spojením korozivzdorné oceli 1Cr18Ni9Ti a titanové slitiny TC4 s využitím hliníkové mezivrstvy LF6 [55]. Autoři článku si kladou za cíl demonstrovat proveditelnost spoje na bázi 1Cr18Ni9Ti + TC4 (Ti-6Al-4V) s mezivrstvou LF6. Jako vhodné parametry pro dobré spojení byly nalezeny: teplota svařování 450 °C; rychlost tváření 70mm/min.; drsnost povrchu stykové plochy Rz 3,2μm. Maximální pevnost spoje byla zjištěna 183 MPa. Při zkoušce tahem byl vzorek poškozen v rozhraní ocel/LF6, kde byl výrazný rozdíl účinku teploty na odlišné materiály. Dále dle autorů článku je účinek mezivrstvy LF6 k TC4 nižší než u oceli. Pokud byla překročena optimální teplota spojování (T= 450 °C) narůstalo množství intermetalických fází Fe-Al, které ve výsledku dramaticky snížily pevnost a zvýšily křehkost spoje.

Další kolektiv autorů z College of Materials Science and Engineering, Chongqing University publikoval studii [58], která se zabývá difúzním spojením oceli s komerčně čistým titanem a s použitím niklové mezivrstvy. Byla použita metoda IPDB (impulse pressuring diffusion bonding). Proces difúzního procesu byl proveden na simulátoru Gleeble 1500D. Spojování probíhalo pod tlakem 8-20 MPa při teplotě svařování 850 °C po dobu 60-150 s ve vakuu. Ohřev byl 5 °C/s a chlazení probíhalo ve vakuu. Největší

pevnost spoje byla 358 MPa. Článek konstatuje, že nejlepšího spoje bylo dosaženo při čase svařování 90 s a spoje jsou tvořeny intermetalickými fázemi Ti-Ni a Ni-Fe.

Další autoři [102] z Harbin Institute of Technology pozorovali vliv pulzního proudu na difúzní svařování SiCp/2024Al kompozitu s použitím Al – Cu - Ti práškové mezivrstvy. Vysokou hustotou proudu se zabezpečil rychlý ohřev materiálů, nižší náklady na energii a malé plastické deformace svařovaných materiálů. Na rozhraní spoje vznikly intermetalické fáze Al₂Cu a TiAl₃. Největší mikrotvrdost byla naměřena na rozhraní spoje práškové mezivrstvy. S narůstajícím časem svařování se výrazně zvýšila i pevnost ve stříhu spoje, která tak činila cca 61,5 % pevnosti základního materiálu.

Autoři ze State Key Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing, Wuhan University of Technology pozorovali v [103] vliv Ag mezivrstvy na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti difúzního spoje mezi Mg - Al. Technologií magnetronového naprašování byla nanášena Ag mezivrstva, která eliminovala vznik intermetalických fází na rozhraní spoje. Na Mg/Ag/Al spojích došlo ke transkrystalickému lomu a plastické deformaci v místech rozhraní spojů.

Dalším pracovištěm, kde se zabývali difúzním svařováním (Al/Mg₂Si kompozitu se slitinou Mg – AZ91 s použitím Al tekuté mezivrstvy) byl Institute for Materials Research (Malajsie). V oblasti rozhraní se vytvořily tři různé difúzní vrstvy Al₂Mg₃, Al₁₂Mg₁₇ a Al₃Mg₂, způsobené rychlou difúzí Al z tekuté mezivrstvy do AZ91. EDS a XRD analýza potvrdila přítomnost jednotlivých fází. Rozdíl mezi nimi byl v tloušťce (cca 10 μm) a ve vzhledu. Vytvořením jednotlivých fází na rozhraní se zvýšila pevnost svarového spoje [104, 105].

V oblasti difúzního spojování jsou publikační aktivity vědecko-výzkumných kolektivů, zabývajících se touto problematikou poměrně rozsáhlé. Z předchozího textu vyplývá, že většina výzkumných pracovišť i průmyslových firem využívá difúzní svařování, resp. provádí výzkum difúzního svařování v oblasti heterogenních spojů, a to na zařízeních používajících velké tlaky (3-15 MPa) a vysoké vakuum. Řešeny jsou obvykle největší problémy při spojování různorodých neželezných kovů, které spočívají ve tvorbě křehkých intermetalických vrstev, proto je často výzkum zaměřen na použití různých typů speciálních přechodových materiálů.

Další rešerše vědecké literatury, která se zabývá difúzním spojováním, byla vzhledem k zaměření disertační práce směřována do oblasti spojování slitin hliníku a hořčíku, případně tvorbou heterogenních spojů Al slitin s korozivzdornou ocelí.

Vědci z Lanzhou University of Technology, Gansu, ve spolupráci GM Research and Development Center (USA) publikovali článek [54] přímo nesouvisí s difúzním svařováním jako takovým, zabývá se především metodou obloukového svařování CMT (cold metal transfer) při spojování hliníkové slitiny s ocelí, přičemž ocelové vzorky byly připraveny v několika variantách: bez úpravy povrchu, s galvanizovaným zinkovým povrchem a Al-Si povlakem. Jsou zde však popsány možné materiály, které jsou vhodné i pro metodu difúzního svařování. V úvodu článek odkazuje na další článek [53] zabývající se difúzním spojováním slitiny hliníku s korozivzdornou ocelí s použitím mezivrstev.

Autoři z Key Laboratory of Liaoning Advanced Welding and Joining Technology, School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology v [35] popisují spojování slitin hliníku a hořčíku a tvorbu oxidických vrstev, které brání tvorbě spoje. Pro heterogenní spoje jsou zde použity metody difúzního spojování, svařování třením a metoda obloukového MIG svařování, které vzájemně porovnávají. Autoři článku zkoumají vznik intermetalických fází a provedli porovnávací destruktivní zkoušky svařených vzorků. U difúzních vzorků však pevnost spoje nebyla vyhodnocena.

Autoři z Key Lab of Liquid Structure and Heredity of Materials, Ministry of Education, Shandong University (Čína) ve spolupráci s Materials Science Department, Bauman Moscow State Technical University (Rusko) provedli studium [39] zbytkových napětí v difúzně spojených vzorcích pomocí metody konečných prvků. Výsledky ukazují, že největší kombinovaná zbytková napětí jsou v okrajových částech spojů, ale ve střední části spoje není žádná špička napětí.

V článku [40], vytvořeném na Electrical and Computer Engineering Department, McMaster University (Kanada) ve spolupráci s Research Institute of Industrial Product (Gifu, Japonsko), je popsán výzkum spojování komerčně čistého Al s korozivzdornou ocelí. Před samotným difúzním procesem je plocha spojovaných částí aktivovaná pomocí argonu. Spojené vzorky jsou podrobeny zkoušce těsnosti a destruktivnímu zkoušení. Nejvyšší pevnost spoje v tahu byla 60 MPa.

Autoři z Chemnitz University of Technology v [42] publikovali výzkum z roku 2017, kde byly spojovány hliníkové slitiny (EN AW 6060, 6082, 7020, 7075 a AZ31B) bez mezivrstvy a následně s mezivrstvou. Mezivrstva byla provedena metodou PVD přímo na povrch vzorků a materiály pro ně byly použity titan a stříbro. Spoje s titanovou mezivrstvou dosahovaly vyšších pevností, a nejpevnější spoj v tahu dosáhl hodnoty 48 MPa.

Z provedené rešerše dále vyplývá, že se publikace nejvíce věnují problematice spojování titanových slitin s ocelovými slitinami se zaměřením na výzkum rozhraní difúzního spoje (vhodné parametry spojování a příprava stykových ploch [11]) a případně s využitím mezivrstev. Výsledkem zmíněných publikací je zejména zjištění pevnosti těchto difúzních spojů a její následné zvýšení například pomocí niklové mezivrstvy [58]. Difúzní spojování slitiny titanu s ocelí bylo také předmětem zájmu disertační práce [14] P. Krunalkumara, která se zabývá možnostmi využití mezivrstev při této kombinaci kovů, jejichž vyhodnocení je provedeno na základě destruktivních zkoušek, které je ve většině dohledaných publikací hodnocena následujícími metodami: metalografické zkoušky, elektronové analýzy (SEM - scanning electron microscope) příp. EDS (energy-dispersive spectrometer), TEM (transmission electron microscope), mechanické zkoušky (nenormalizované zkoušky např. tahem nebo rozlomením, zkoušky tvrdosti apod).

Hodnocení kvality (nejen difúzních) svarových spojů má obecně velký význam, protože žádná jiná výrobní technologie nezpůsobuje tak rozsáhlé změny ve vlastnostech materiálů, jako právě svařování. Zvládnutí svařovacího procesu je závislé na znalostech celé řady vědních oborů, jako jsou například: matematika, fyzikální metalurgie, nauka o materiálu, strojírenská technologie, což dává svařování vysoce mezioborový charakter. Svařování také mnohdy ovlivňuje bezpečnost, provozní spolehlivost a životnost svařovaných konstrukcí. [106].

V průmyslové praxi u konvenčních metod svařování je proto obvykle vyžadováno dodržování norem pro systémy zabezpečení kvality, kde je svařování označováno jako validovaný proces. A to především z toho důvodu, že následnou kontrolou a zkouškami hotového výrobku není možné dosáhnout požadované úrovně kvality, ale už samotná výroba musí s určitým stupněm kvality probíhat. Pro speciální metodu svařování jako je difúzní svařování nejsou zpracovány detailní normy pro tuto činnost, ale i zde platí:

Kontrola kvality difúzních spojů by měla být zabezpečena ve všech stupních výrobního procesu. Obtížnost splnění tohoto požadavku je vyvolána komplikovaností svařovaných konstrukcí, rozdíly v tepelné a elektrické vodivosti součástí, modulech pružnosti, chemickém složení, vazbami mezi parametry procesu, zvláštnostmi v přípravě svarových ploch, použitím různých mezivrstev apod. [7]. Proces difúzního svařování nemůže být z důvodu kontroly přerušen, a proto zjištěné vady (i při kontrole v průběhu svařování) nelze hned opravit. Vady ve svarových spojích jsou obecně popsány v normě ČSN EN ISO 6520 (první část se věnuje vadám, které vznikají při tavných metodách svařování a druhá část vadám tlakových metod – zde je ale hlavní zájem soustředěn na vady vzniklé odporovým svařováním).

Hlavní typy vad u difúzních svarových spojů a jejich příčiny vzniku jsou uvedeny v [11] a byly vytipovány na základě analýzy prací [55, 108].

Kontrolu kvality difúzního svařování lze rozdělit na: vstupní, průběžnou a výstupní. Vstupní kontrola zabezpečuje správnou funkci a seřízení svařovacího zařízení, propouští dále jen řádně připravené součásti (se správnou úpravou svarových ploch) a zajišťuje použití vhodných přípravků apod. Průběžná kontrola zajišťuje dodržování předepsaných podmínek a parametrů procesu a správnou funkci svařovacího zařízení. Výstupní kontrola poskytuje podle zkoušek a testů informace o kvalitě svařovaného spoje, resp. výrobku.

Nejrozšířenější metody praktického hodnocení kvality svarů při difúzním svařování jsou: metalografický rozbor a zkoumání pod elektronovým mikroskopem, spektrální analýza, mikroanalýza a analýza struktury rentgenem, metoda radioaktivní indikace, měření mikrotvrdosti, určování mechanických vlastností atd. [7, 11]. Jedna ze základních požadovaných vlastností těchto zkoušek je možnost „lokálních vyhodnocení“, protože nejvíce nás zajímá oblast rozhraní svarového spoje mezi spojovanými materiály, která bývá rozměrově poměrně malá. Vzhledem k tomu je nutné pro vytvoření věrného obrazu difúzní oblasti (a jejích vlastností) použít několik metod tzn. kombinaci různých metod.

Zpravidla se tedy jedná o destruktivní zkoušky, proto byla další pozornost disertační práce věnována možnostem a použití nedestruktivních zkoušek difúzních spojů (NDT) a především nových typů nedestruktivních metod hodnocení kvality difúzních spojů.

Pro nedestruktivní, resp. defektoskopickou kontrolu a zjišťování vad svarových spojů, nebo nepřímých ukazatelů jejich pevnosti a spolehlivosti, se obecně nejčastěji používají následující metody kontroly:

- k odhalení povrchových (příp. slabě podpovrchových) vad se využívá zkouška kapilární (penetrační) nebo magnetická prášková.
- při kontrole těsnosti a nepropustnosti svarového spoje se využívá vakuování, vodoelektrické detektory netěsností, zkoušky stlačeným vzduchem s potíráním švu mýdlovou vodou apod.
- při odhalování vnitřních vad lze použít ultrazvukovou zkoušku nebo zkoušku prozářením (pomocí RTG nebo například gama záření).

Jedná se v podstatě o klasické defektoskopické zkoušky používané nejen na kontrolu kvality svarových spojů, ale i na kontrolu jiných typů výrobků. Jejich možné použití a principy jsou popsány v celé řadě odborných publikací, například [43]. Tyto zkoušky dávají informace o ukazatelích celistvosti svarových spojů (tzn. o výskytu vad, resp. jejich indikací).

Difúzní spoje se standardně nevyskytují na povrchu spojovaných součástí, ale na rozhraní uvnitř spoje, proto NDT metody pro povrchové vady zde postrádají větší význam. Zkoušky těsnosti a tlakové zkoušky [40], obvykle vyžadují specifickou geometrii a používají se pouze v odůvodněných případech. Z tohoto pohledu mohou být pro rychlou a spolehlivou kontrolu difúzních spojů aplikovány zejména NDT metody kontroly pro zjišťování vnitřních vad. Může být použito zejména ultrazvukové testování (kde je však nutno zohlednit atypický tvar a rozměr vyšetřované oblasti, oproti klasickým konvenčním svarovým spojům) nebo měření elektrických vlastností difúzních spojů [74], což je působivým řešením, jak se dozvědět informace o kvalitě difúzní vazby, aniž by došlo ke zničení vyrobené součásti pomocí difúzního spojování (svařování).

Na konferenci LÖT 2016 v Aachen W. Tillmann a N. Sievers prezentovali výsledky svého výzkumu [74], který se zabýval aplikací měření elektrické rezistivity pro zjištění kvality pájených spojů. V roce 2016 vznikla mezinárodní výzkumná skupina BONDTEST [79], která si dala za cíl vyvinout a ověřit metodiku NDT (zejména uvádí využití UT metody Phased Array). Motivací výzkumné skupiny je uvést na trh ověřenou metodiku

ultrazvukového testování difúzních spojů (včetně software pro automatické detekování vad).

S.S. Kumar a kolektiv [81–83] pomocí ultrazvukového C – Scan testovali kvalitu difúzních spojů měděné slitiny. Použití ultrazvukové C – Scan pro tyto difúzní spoje bylo motivováno dřívější prací M. Katoha a kolektivu [84], kteří navrhli techniku nedestruktivního testování ocelových difúzních vzorků. V poslední době čínští vědci pod vedením J.T. Xionga v [85] informovali o úspěšném nedestruktivním testování titanových vzorků (Ti-6Al-4V/TC4).

3. CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

Disertační práce bude věnovat pozornost difúznímu svařování (spojování) ve vakuu. Práce popisuje tuto speciální metodu svařování na základě podrobné studie vědeckých podkladů, vlastní zkušenosti z výzkumu difúzního svařování v ochranné atmosféře a mezinárodní výzkumné spolupráci.

Na základě přehledu současného stavu problematiky v oblasti difúzního spojování materiálů (kapitola 2.8) byl stanoven cíl disertační práce v oblasti experimentálního ověření možnosti NDT zkoušení difúzních spojů. Podle autora disertační práce je nutné vybrat vhodné NDT metody odzkoušet a ověřit správnost tohoto směru hodnocení kvality v oblasti difúzního spojování materiálů, (zejména prověřit možnost ultrazvukové zkoušení difúzních spojů). Dále by bylo vhodné aplikovat měření elektrických vlastností difúzních spojů (což je inspirováno článkem [74]), které má aktuálně uplatnění v oblasti měření palivových článků a elektrických akumulátorů [34], [46], [48].

Ověření zmíněných NDT metod se jeví vhodnější při aplikaci na homogenních difúzních spojích např. z Al slitin, které jsou pro difúzní svařování velmi používané (například [2], [41], [49]), hned po kombinaci heterogenního spoje Ti-ocel.

Hlavním cílem disertační práce bylo stanoveno: *Navrhnout nové způsoby nedestruktivní kontroly difúzních spojů pomocí nekonvenční metody zjišťování elektrických vlastností difúzního spoje a pomocí moderní metody phased array ultrazvukového testování, které dosud nebyly v této oblasti aplikovány. Včetně ověření a vyhodnocení jejich použitelnosti.*

Podle uvedené rešerše v kapitole 2.8 bylo účelné vytipovat vhodné metody NDT kontroly ve dvou hlavních směrech: (1) pomocí ultrazvukových metod testování a (2) zjištění elektrických vlastností difúzních spojů.

Motivací pro první uvedené (1) zaměření disertační práce je velice aktuální vývoj v oblasti detekce vad pomocí UT, jak je uvedeno v kapitole 2.8, a to že vznikla mezinárodní výzkumná skupina BONDTEST [79], která tvrdí, že neexistuje spolehlivá metoda NDT zkoušení difúzních spojů a dává si za cíl vyvinout a ověřit metodiku NDT (zejména uvádí metodu Phased Array) pro difúzní spoje.

Druhým směrem (2) je otázka možné NDT aplikace pomocí zjišťování elektrických vlastností difúzních spojů, který je inspirován přednáškou a článkem [74] na konferenci

LÖT 2016 v Aachen, které se autor disertační práce osobně zúčastnil. Tato aplikace je velice aktuální téma například v oblasti mobility, a to zejména u určování životnosti palivových článků. [46]

Hlavní cíl byl stanoven i vzhledem ke skutečnosti, že většina vědeckých prací (kapitola 2.8) v oblasti difúzního spojování si dává za cíl dosáhnout spojení dvou různorodých materiálů, aniž by byl definovaný účel tohoto spojení a tím i očekávaná kvalita spoje. Následné vyšetřování kvalitativních vlastností difúzních spojů je potom obvykle prováděno destruktivními metodami: metalografickou analýzou, elektronovou mikroskopií (SEM, TEM) a mechanickou zkouškou v tahu, která je vzhledem k tvaru a velikosti difúzních vzorků prováděna často mimo normovanou oblast provedení této zkoušky.

Použité spojované materiály jsou často speciální slitiny, které se řadí k nejdražším materiálovým zdrojům na trhu, nebo samotné difúzní svařence jsou jednoúčelové prototypy (případně výrobky kusové výroby), které se v současnosti musí v první fázi vyrobit jako plnohodnotný prototyp, aby byla destruktivně zjištěna jeho kvalita, a následně se vyrábí jako hotový produkt. Možnost použití kvalifikované a ověřené nedestruktivní metody by tento proces rapidně zkrátila a ekonomicky racionalizovala.

Na základě výše uvedeného autor disertační práce vytvořil výzkumný plán a oslovil výzkumné organizace v Evropě, které se zabývají difúzním spojováním a vlastní zařízení pro difúzní svařování (spojování). Výsledkem tohoto snažení bylo navázání spolupráce s RWTH Aachen (Ústav pro svařování a spojování) a Výzkumným centrem v Jülich (Ústav pro engineering, elektroniku, analytickou techniku a technologie), který vlastní vakuové difúzní zařízení, které bude použito pro vytvoření potřebných experimentálních vzorků.

Pro splnění výše uvedeného hlavního cíle byly definovány i **dílčí cíle**, které mají napomoci ke splnění cíle hlavního:

1) Volba vhodného materiálu pro experimenty, definování parametrů procesu difúzního svařování a jejich optimalizace.

2) Optimalizovanými parametry provést zkušební difúzní spoje, které budou podrobeny nedestruktivnímu zkoušení vybranými metodami zkoušení. Výsledky nedestruktivních zkoušek porovnat s reálným stavem difúzního spoje a vyhodnotit vhodnost a použitelnost vybraných NDT zkoušek.

3) Ověřit vhodné metody NDT a optimalizovat jejich realizaci na základě předchozích výsledků. Výsledky nedestruktivního zkoušení porovnat s reálnou pevností difúzních spojů.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4. ZAŘÍZENÍ A VOLBA MATERIÁLU

4.1 Zařízení pro difúzní svařování

Historie výroby zařízení pro difúzní svařování sahá až do roku 1957, kdy byla v Moskvě zhotovena první vakuová pec pro difúzní svařování. Dominantním producentem těchto zařízení byl od roku 1965 bývalý Sovětský svaz. [1] V současnosti je v Evropě několik výrobců, kteří se přímo zabývají výrobou zařízení pro difúzní svařování. Zpravidla je jejich výrobní program obecně zaměřen na vakuovou techniku a jedná se často o německé společnosti. Lze jmenovat například firmy: PVA TePla AG, která je dceřinou společností výrobce vakuových pump Pfeiffer Vacuum GmbH a tyto pumpy také PVA TePla integruje do svých systémů. [31] Dalšími německými výrobci difúzních svařovacích strojů jsou MUT Advanced Heating GmbH a INDUTHERM Erwärmungsanlagen GmbH. [7] Zařízením SU 450 od výrobce Indutherm (které využívá indukčního ohřevu v ochranné atmosféře) je například vybavena laboratoř na FS, ÚST, ČVUT v Praze. [V1], [V2][7],[67] V Česku není žádný (rok 2020) podnik, který by se specializoval na výrobu strojů pro difúzní svařování, nebo případně službami v této oblasti. Většina českých společností působících v oblasti vakuových pecí se zaměřuje na tepelné zpracování materiálů, nanášení tenkých vrstev, sintrování a vakuové pájení. Jediná pec české výroby, která umožňuje v nějaké míře difúzní svařování, je VP450 od společnosti PZP Komplet a.s. Pec je vybavena mechanickým zdvihem, který je pravděpodobně schopen vyvinout omezenou přitlačnou sílu. [70], [71] V oblasti výzkumu je v Česku aktivní zejména ČVUT v Praze a TU v Liberci (kapitola 2.8). Na Slovensku je zařízením na difúzní svařování vybaven Ústav materiálů a mechaniky strojů, který je součástí Slovenské akademie věd. Ale mezi roky 2015 a 2019 neprobíhal na tomto zařízení publikovaný výzkum [69]. V USA lze uvést jako příklad společnost Advanced Vacuum Systems Inc., která je lídrem ve výrobě velkokapacitních vakuových pecí. [26] Další významní výrobci difúzních svářeček jsou v Asii, kde lze jmenovat například japonskou firmu Metal Technology Ltd, která vyrábí jedny z největších zařízení na světě [73].

Proces svařování se provádí ve vakuu nebo v ochranné atmosféře plynů. Difúzní pece je tedy možné dělit podle prostředí, ve kterém pracují:

- a) s nízkým vakuem
- b) se středním vakuem
- c) s vysokým vakuem
- d) v ochranné atmosféře plynů

Typ prostředí klade nároky na technické provedení celého systému difúzního zařízení, a to zejména na kvalitu a těsnost pump, které vytvářejí vakuum a také těsnost celého zařízení. Podle způsobu vakuování pracovní komory jsou zařízení s úplným vakuováním, s částečným vakuováním a s místním vakuováním.

Zařízení difúzního svařování mohou používat rozdílných způsobů ohřevu. V technické praxi převládá odporový, indukční a radiační způsob ohřevu. *Indukční* způsob ohřevu využívá zpravidla vysokofrekvenční generátor, jež je schopen docílit teplot až 1 500 °C. Pokud jsou součásti elektricky vodivé, je možné využít *odporový* ohřev, kde elektrický proud prochází spojovanými díly, a díky elektrickému odporu jsou ohřívány. Další způsob ohřevu je nejméně častý ze třech výše jmenovaných. *Radiační* ohřev využívá kovového vedení kolem pracovní komory nejčastěji z molybdenu (případně wolframu a niobu). Konstrukce pracovních komor se dělí nejčastěji na pece se studenou a horkou stěnou, případně iso-pec (obr. 21).

Podle toho, jaký druh silové soustavy vytváří požadovanou přitlačnou sílu při difúzním spojování, jsou zařízení dělena na *hydraulická*, *mechanická*, *pneumatická*, případně jejich kombinace. V technické praxi je nejčastější hydraulický systém. [37], [66], [74], [75]

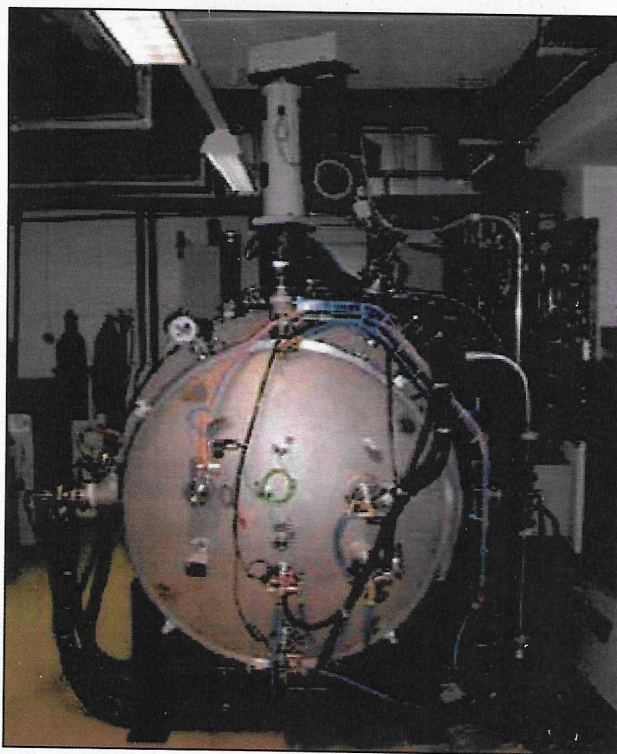
Moderní zařízení jsou zpravidla vybavena PLC (Programmable Logic Controller), kde je možné nastavit veškeré technologické parametry a poté spustit proces, který je automatický a program je proveden na základě nastavených parametrů procesu. [31]

Experimentální část práce je realizována pomocí zařízení PVA TePla – Pfeiffer, které je součástí technologického vybavení ústavu ZEA (Zentralinstitut für Engineering, Elektronik und Analytik, Engineering und Technologie) ve výzkumném centru v Jülich (Forschungszentrum Jülich), které je součástí Helmholtzovi asociace. [73] Toto zařízení bylo vybráno za základě navázané spolupráce mezi ČVUT v Praze, RWTH Aachen a FZ

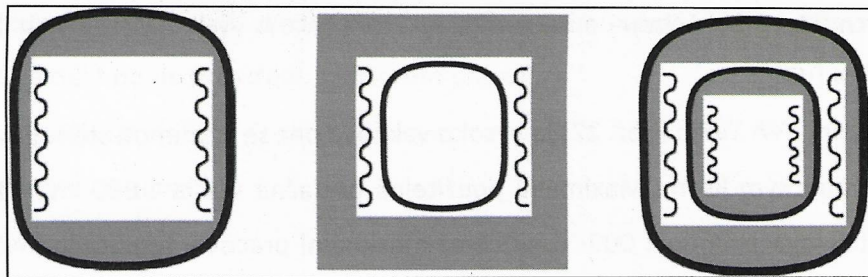
Jülich, která byla řízená autorem disertační práce a výsledky jsou publikovány v [V3], [V6] a [V7].

Zařízení PVA TePla (obr. 22) je vysoko vakuová pec se studenou stěnou a integrovaným hydraulickým lisem. Maximální použitelná přitlačná síla je 1 500 kN, jež je říditelná a kontrolovatelná do 1 000 °C, přičemž maximální pracovní teplota je 1 400°C. Ohřev je řešen molybdenovou odporovou spirálou, která je vedena po vnitřní straně pece a je integrovaná i v přitlačných deskách. Maximální dosažitelné vakuum je 1×10^{-6} mbar a užitečný pracovní prostor je: 300 mm x 300 mm x 250 mm (š x h x v).

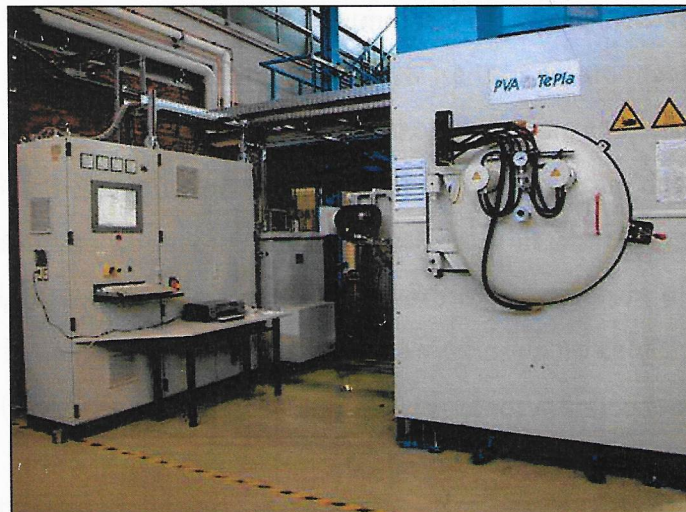
V pracovní komoře se nachází dvě přitlačné desky (obrázek 23 a 39). Dolní deska je pevná a napojená na senzor, který odečítá přitlačnou sílu. Horní deska je součástí hydraulického pístu, přes kterou je vyvozován přitlačný tlak od lisu. Vzorky jsou umístěny mezi deskami (v ideálním případě uprostřed), aby byla přitlačná síla na ně rovnoměrně rozložena. Protože se jedná o jedno pístový hydraulický systém, je rozkládání síly na více vzorků nerovnoměrné, což je nevýhodou tohoto zařízení. Aby nedošlo ke spojení vzorku s přitlačnou deskou, používá se izolační pasta nebo keramické podložky (obrázek 39). [31]



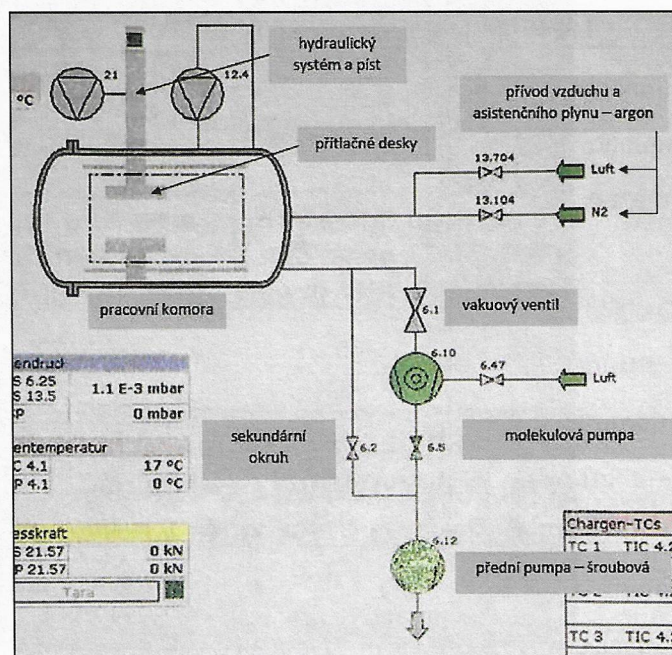
Obrázek 20 Příklad zařízení pro difúzní svařování: MUT – IFW Jena [37]



Obrázek 21 Schématické znázornění pecí se studenou stěnou (vlevo); s horkou stěnou (střed); ISO-pec (vpravo) [37]



Obrázek 22 Zařízení PVA TePla – Forschungszentrum Jülich [73]



Obrázek 23 Schéma systému PVA TePla [31]

4.2 Volba materiálu pro experiment

Pro experiment disertační práce byl zvolen materiál na základě rešerše vědeckých článků (kapitola 2.8) a vlastního výzkumu [V1, V2, V4, 3,4,7,11]. Nejčastější materiály objevující se ve výzkumu difúzního svařování jsou slitiny titanu a korozivzdorných ocelí při tvorbě heterogenních spojů. Oproti tomu slitiny hliníku nebo hořčíku se objevovaly ve vědeckých článcích v menším zastoupení, což vedlo autora disertační práce k myšlence vyzkoušet v experimentální části hliníkovou slitinu pro tvorbu homogenních spojů.

4.2.1 Heterogenní spoje

Byla zvolena kombinace materiálů: titanové slitiny (Ti Gr.5) a korozivzdorné oceli (X5CrNi 18-9). V počátcích výzkumu byly provedeny spoje (sada tří vzorků označená písmenem A a sada tří vzorků označená písmenem B) bez použití niklové mezivrstvy, ale tyto spoje byly velice křehké a zpravidla se rozpadly již při metalografické přípravě. Z tohoto důvodu byla použita niklová mezivrstva, která zvýšila pevnost spojů, ale dle hodnot pevnosti zjištěných při tahové zkoušce (tabulka 3), jsou tato spojení také křehká. Bylo proto vyzkoušeno několik kombinací svařovacích parametrů, které jsou uvedeny v tabulce 2.

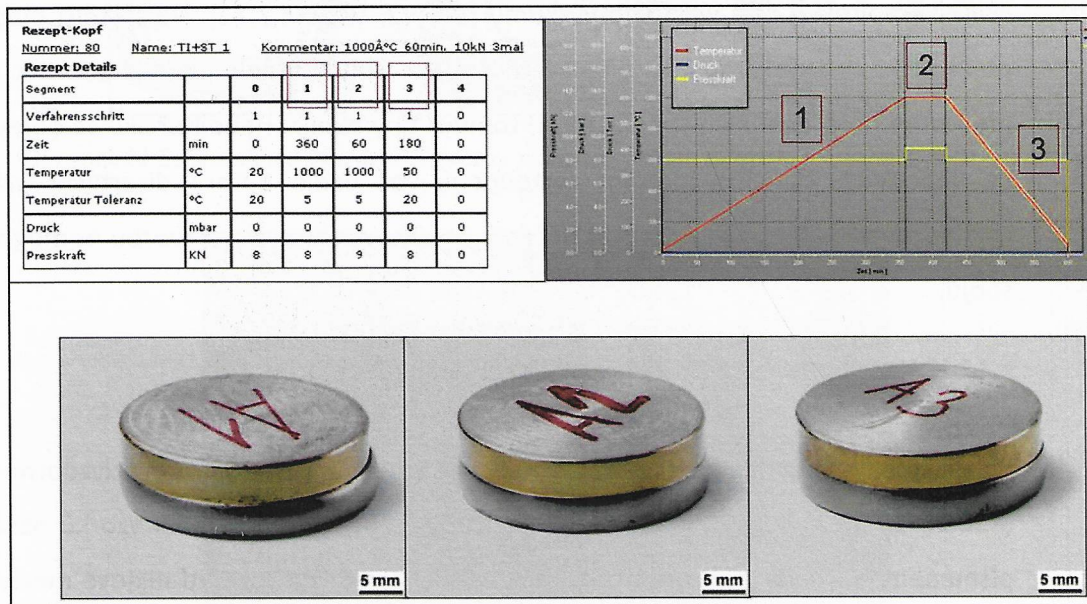
Výroba heterogenních zkušebních vzorků

Parametry byly zvoleny na základě rešerše odborné literatury (kapitola 2.8) a vlastního předcházejícího výzkumu [3,4,7,11]. Přítlačná síla byla použita 9 kN tak, aby kontakt byl maximálně těsný a zároveň nedošlo k deformaci vzorků, která je ovlivněna i teplotou difúzního procesu. Deformace heterogenních vzorků byla přibližně 3 %.

V pracovní komoře byly současně svařovány tři vzorky, které měly průměr 30 mm a výšku 10 mm (sada A a B – obrázky 24 a 25). U dalších vzorků 1 až 6 (obrázek 28), které byly také spojovány po třech kusech v sadě, byla mezi ocelový a titanový váleček (každý vysoký 30 mm) vložena niklová folie o průměru 30 mm a tloušťce 0,15 mm.

Kontaktní plochy byly lapovány a těsně před procesem difúzního svařování leptány na odstranění povrchových vrstev oxidů.

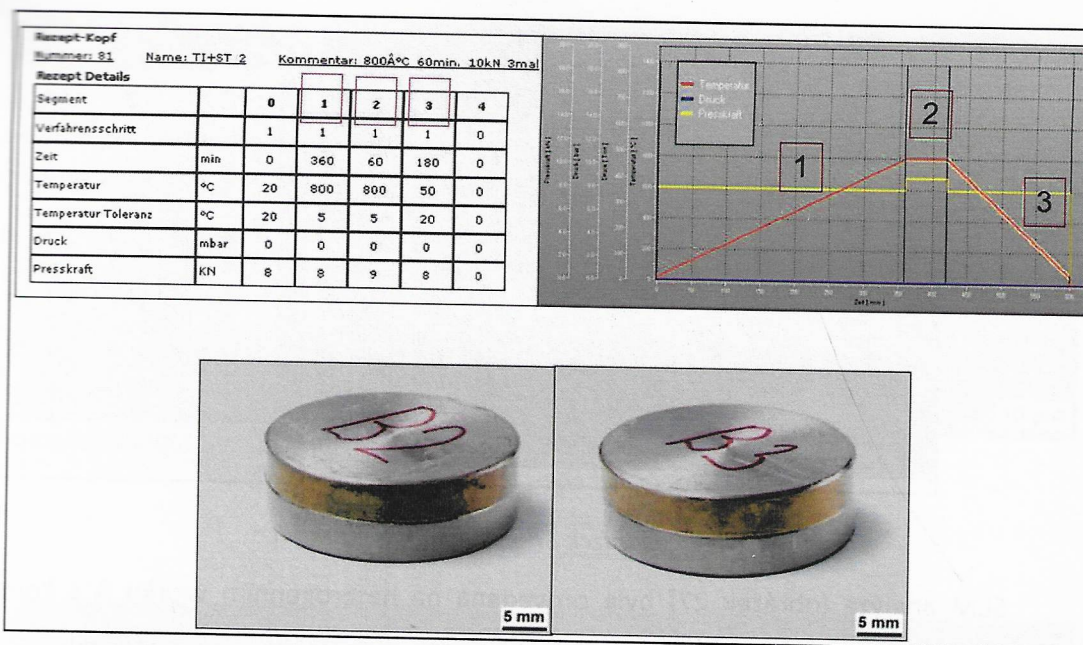
Proces difúzního svařování (platí pro vzorky A, B a vzorky 1-6) znázorňují obrázky 24 a 25, kde v jejich pravé horní části je ukázán pracovní cyklus svařování, kde: 1 značí fázi ohřevu, 2 značí vlastní difúzní proces a 3 je fáze ochlazování.



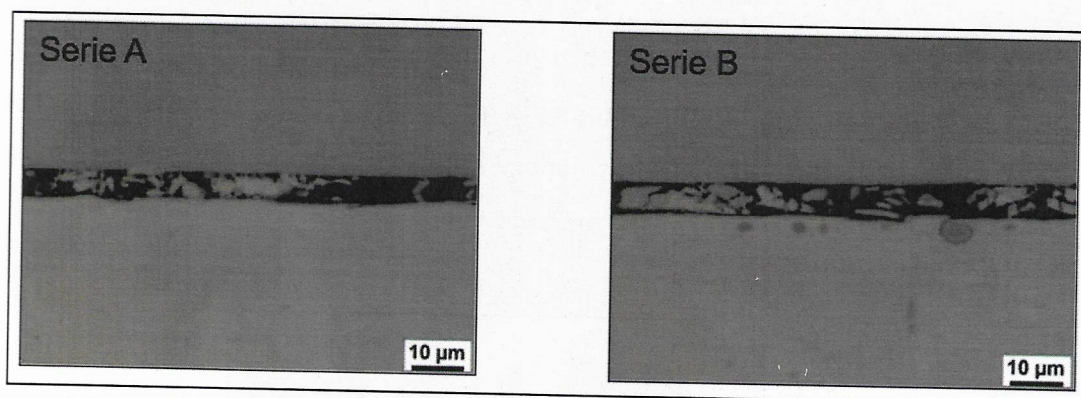
Obrázek 24 Vzorek A ($T = 1000\text{ °C}$; $t = 60\text{ min.}$; $F = 9\text{ kN}$; Verfahrensschritt – krok postupu; Zeit – čas; Temperatur – teplota; Presskraft – přítlačná síla)

Na obrázku 24 je znázorněna sada vzorků A a parametry difúzního procesu byly: teplota difúzního procesu $T = 1000\text{ °C}$, čas difúzního procesu byl 1 hodina a přítlačná síla desek byla 9 kN (zadaná hodnota do programu).

Sada vzorků B je ukázána na obrázku 25, u kterého difúzní proces probíhal za teploty $T = 800\text{ °C}$ a ostatní parametry zůstaly nezměněné. U vzorku B1 nedošlo ke spojení, B2 a B3 byly podrobeny metalografické analýze.

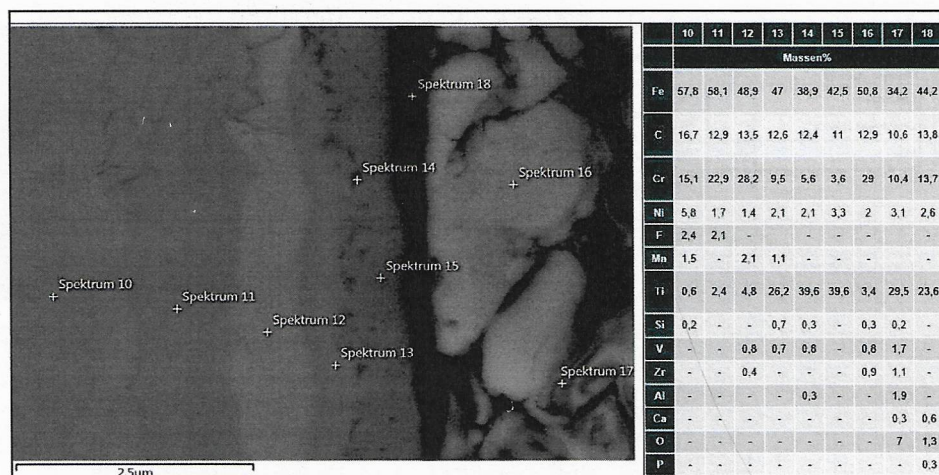


Obrázek 25 Vzorek B ($T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t=60\text{ min.}$; $F=9\text{ kN}$)



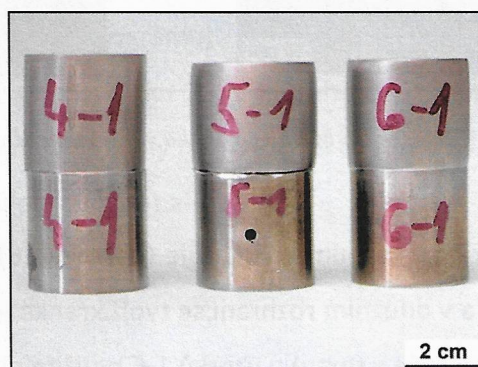
Obrázek 26 Metalografické vyhodnocení vzorků A a B

Následné metalografické zkoumání ukazuje (obrázek 26), že není žádný zásadní rozdíl mezi vzorky A a B, a v difúzním rozhraní se tvoří křehké intermetalické fáze, proto byla (jak již bylo uvedeno výše v textu) u vzorků 1-6 použita niklová folie (obrázek 28). Jak je možné pozorovat na snímcích 29 až 31, při použití niklové mezivrstvy se počet vad a intermetalických fází zásadně snížil. Svařovací parametry byly postupně optimalizovány podle tabulky č. 2. Při nižších teplotách a kratších časech obsahují vzorky více trhlin, jež se minimalizují při teplotě $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. Jako optimální tedy byly po metalografickém hodnocení vybrány parametry vzorku č. 6 (tzn. $T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=20\text{ min.}$, $p=9\text{ kN}$).



Obrázek 27 SEM analýza vzorku A

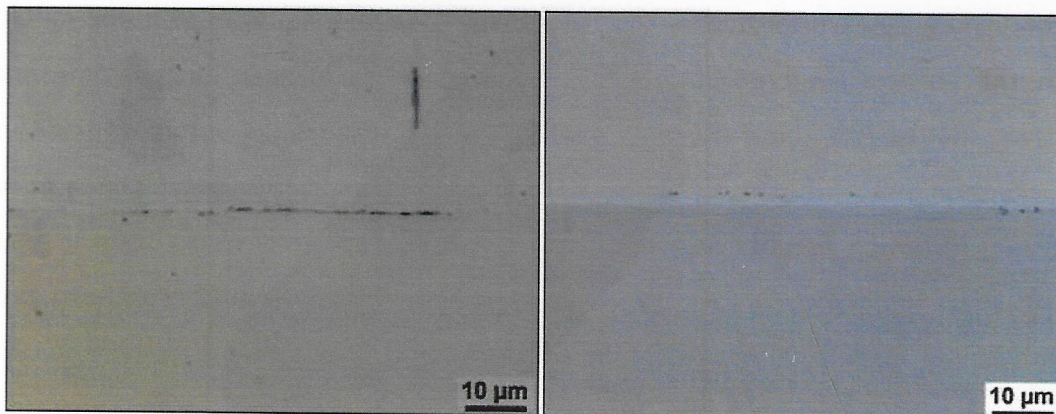
SEM analýza (obrázek 27) byla provedena na heterogenním vzorku A s kombinací slitiny titanu a oceli bez použití niklové mezivrstvy. Touto problematikou se zabýval předchozí výzkum na ČVUT v Praze [11], který prokázal, že tato kombinace vytváří bez použití pomocné mezivrstvy křehké intermetalické fáze, které nedovolují vytvoření pevného spoje. Tyto fáze lze pozorovat i na obrázku 27. Chemické složení jednotlivých bodů Spektrum 10 až 18 je vyčísleno v tabulce na obrázku 27. (Hodnota uhlíku je nepravdivá, jedná se o nepřesné měření sondy).



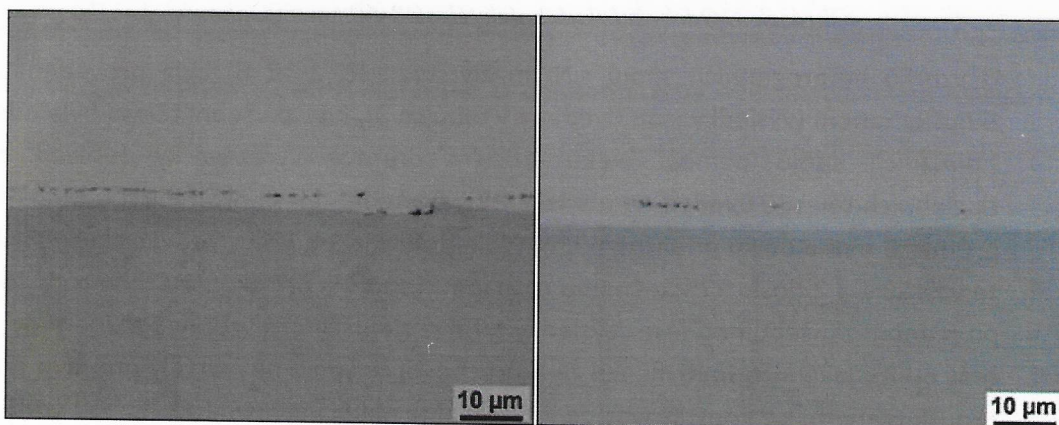
Obrázek 28 Heterogenní spoje s niklovou folií (vzorky 4,5 a 6)

Tabulka 2 Hlavní parametry difúzního svařování pro heterogenní spoje

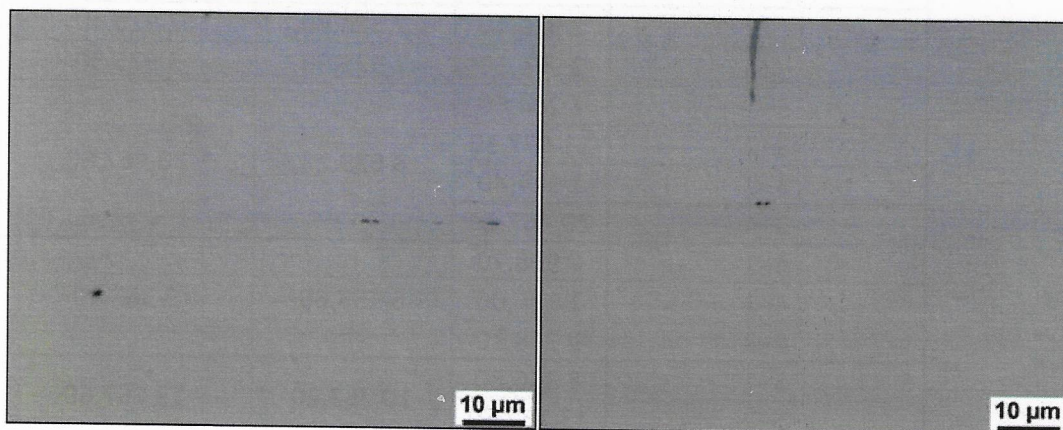
Vzorek	Teplota [°C]	Čas [min.]	Síla přtlaku [kN]
1	700	60	9
2	700	20	
3	750	60	
4	750	20	
5	800	60	
6	800	20	



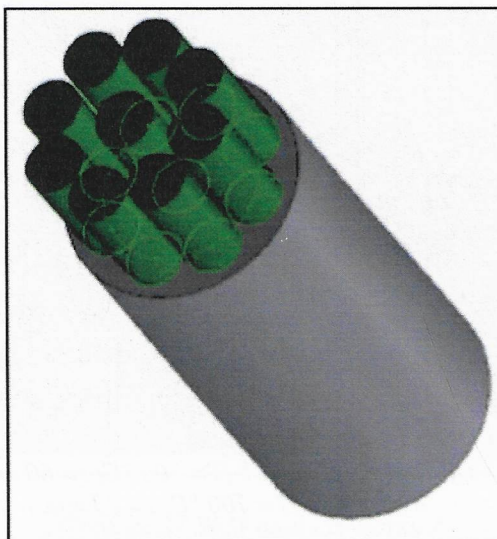
Obrázek 29 Vzorek 1 ($T= 700\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t= 60\text{ min.}$)- vlevo
a Vzorek 2 ($T= 700\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t= 20\text{ min.}$)- vpravo



Obrázek 30 Vzorek 3 ($T= 750\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t= 60\text{ min.}$)- vlevo
a Vzorek 4 ($T= 750\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t= 20\text{ min.}$)- vpravo



Obrázek 31 Vzorek 5 ($T= 800\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t= 60\text{ min.}$)- vlevo
a Vzorek 6 ($T= 800\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t= 20\text{ min.}$)- vpravo



Obrázek 32 Odebrání zkušebních těles $\varnothing 8-60\text{mm}$ pro tahovou zkoušku

U vzorků heterogenních spojů s Ni mezivrstvou (č. 1 až 6) byla provedená příčná zkouška tahem (výsledky jsou uvedeny v tabulce 3), kde zkušební tělesa byla odebrána z difúzních spojů pomocí elektroerozivní drátové vyřezávačky (příklad odběru zkušebních těles je uveden na obrázku 32). Zkušební tělesa pro tahovou zkoušku měla průměr 8 mm a délku přibližně 60 mm (dle deformace). Při vyřezávání zkušebních těles ze vzorků 1 a 2 došlo k částečnému rozpadnutí spojů a pro zkoušku tahem zbylo pouze po jednom zkušebním tělese. Výsledky tahové zkoušky pro vzorky 1 a 2 je tedy možné brát pouze jako informativní, ale ze skutečnosti, že spoje nevydržely přípravu těles pro zkoušku tahem, lze konstatovat, že jejich kvalita nebyla vyhovující.

Tabulka 3 Výsledky tahové zkoušky heterogenních svarů Ti-ocel (+ Ni)

Označení zkušebního tělesa	F_{\max} [N]	průměrná F_{\max} [N]	max. [N]
1	2 916,40	2 916,40	2 916,40
2	2 975,50	2 975,50	2 975,50
3-1	1 204,60	8 629,28	20 467,80
3-2	11 497,30		
3-3	1 347,40		
3-4	20 467,80		
4-1	7 968,70	6 158,60	9 368,10
4-2	1 139,00		
4-3	9 368,10		
5-1	8 336,80	10 752,20	13 167,60
5-2	13 167,60		
6-1	13 930,70	15 333,40	20 927,80
6-2	11 141,70		
6-3	20 927,80		

Dalším možným postupem u heterogenních spojů je vytvoření spojů v ochranné atmosféře argonu namísto ve vakuu, kde je předpoklad mnohem kratšího procesu svařování a možné eliminování křehkých intermetalických fází, které se během výše popsaného postupu vyskytovaly. [11]

Měření elektrických vlastností a dalších nedestruktivních zkoušek na heterogenních spojích v této kvalitě nebylo možné.

4.2.2 Homogenní spoje

Na základě výsledků z kapitoly 4.2.1 bylo zvoleno, že další výzkum disertační práce bude realizován nahomogenních spojích, aby bylo možné lépe odzkoušet a vyhodnotit různé speciální nedestruktivní metody hodnocení kvality svarových spojů.

Pro tyto experimenty byla zvolena jako základní materiál – hliníková slitina AlMg3 (EN AW-5754), jejíž základní mechanické vlastnosti a chemické složení jsou uvedeny v tabulkách 4 až 6:

Tabulka 4 Značení hliníkové slitiny použité v experimentu [77]

Označení materiálu	EN	DIN
3.3535	EN AW-5754	AlMg3

Tabulka 5 Chemické složení [%] hliníkové slitiny [77]

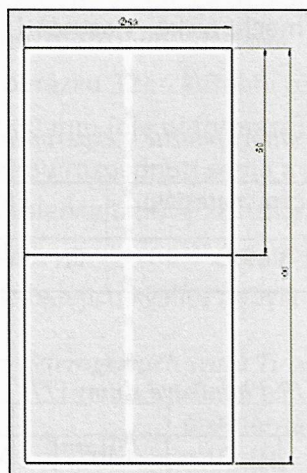
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
0,40	0,40	0,10	0,50	2,6-3,6	0,30	0,20	0,15

Tabulka 6 Základní mechanické vlastnosti hliníkové slitiny [77]

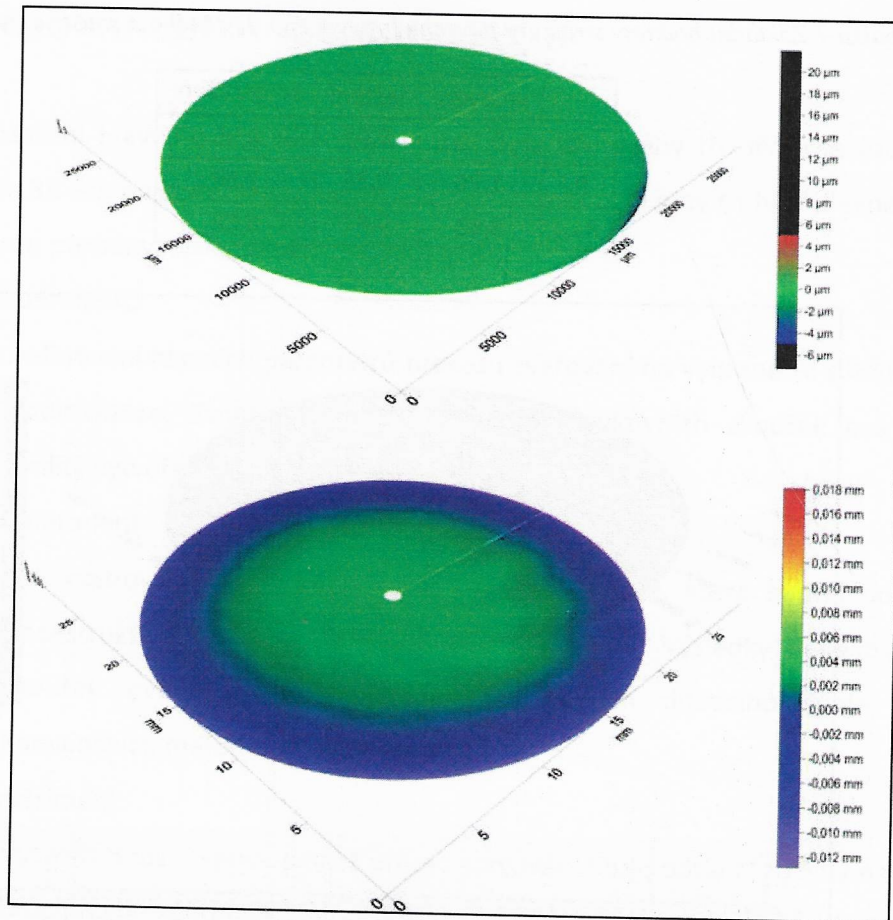
tvrdost HB	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]
50	80	180	15

4.3 Příprava zkušebního materiálu pro homogenní Al spoje

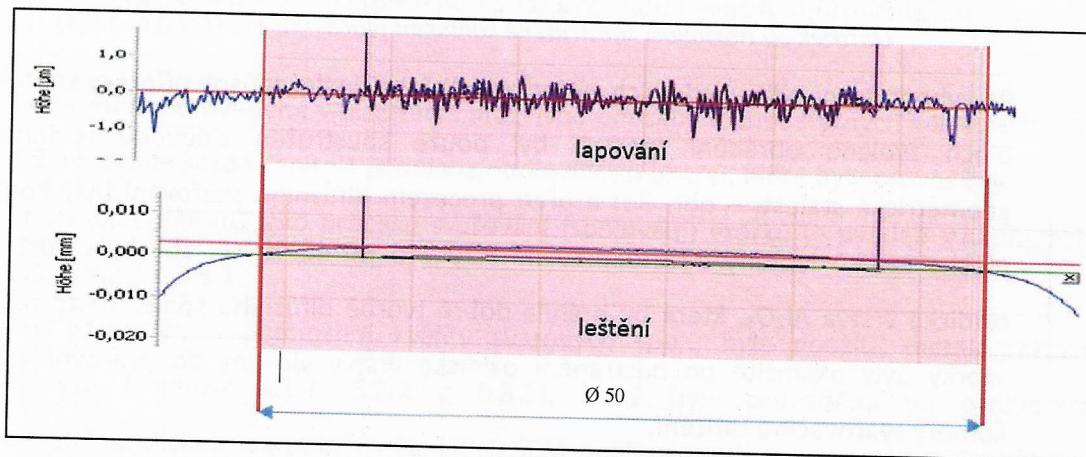
Materiál byl nakoupen v podobě válcovaného tyčového polotovaru, který byl pro první experiment nadělen na jednotlivé zkušební vzorky o průměru 50 mm a délce 25 mm. Pro druhý a třetí experiment byla délka vzorků zvětšena na 50 mm. Kontaktní plochy byly soustruženy, lapovány a leštěny. Po každé úpravě povrchu byly změřeny hodnoty drsnosti a vyhodnocen stav povrchu. Na základě zjištění kvality povrchu bylo vyhodnoceno, který ze zvolených způsobů přípravy hliníkové slitiny AlMg3 (EN AW-5754) je vhodný. Kontaktní plocha připravená leštěním měla malou drsnost, ale z pohledu geometrie povrchu byla vypouklás absolutní odchylkou deformace povrchu 0,45 μm , která je zobrazena na obrázku 34 a 35. Je zde patrné, že povrchy připravené lapováním by na sebe nedoléhaly v celé ploše a nemohlo by docházet k meziatomové difúzi.



Obrázek 33 Rozměry zkušebního vzorku před svařením – $\text{Ø}50\text{-}50\text{ mm}$ z AlMg3 (EN AW-5754)



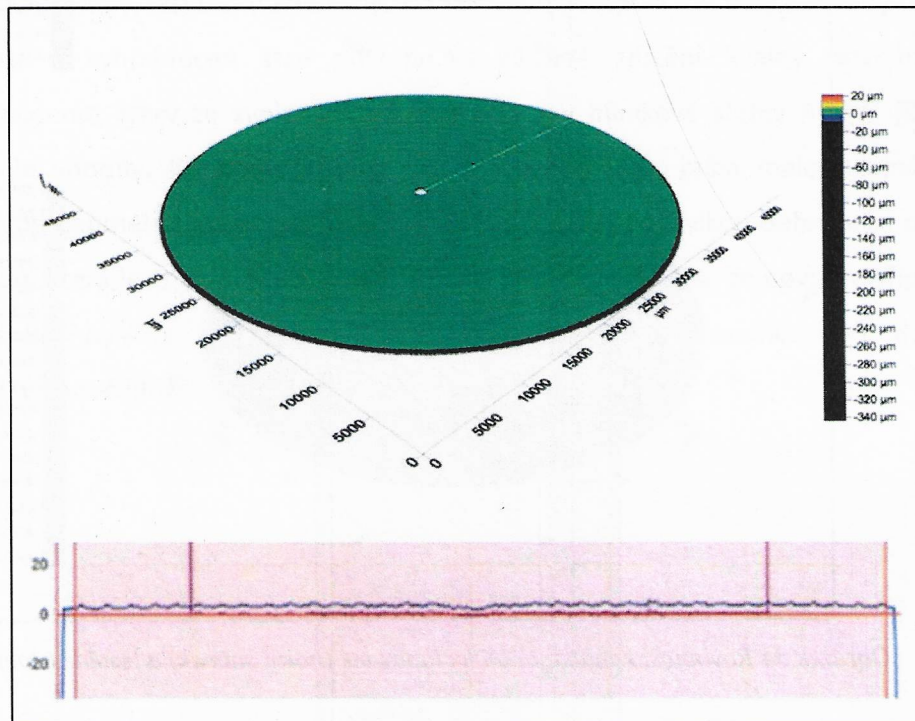
Obrázek 34 Rovinnost kontaktní plochy lapované (horní snímek) a leštěné (dolní snímek)



Obrázek 35 Profil lapované a leštěné kontaktní plochy; osa Y - výška

Tabulka 7 Základní hodnoty struktury povrchu lapovaného, leštěného a soustruženého [μm]

	lapování	leštění	soustružení
R_a	0,19	0,05	0,35
R_z	1,76	0,38	2,84
R_{max}	3,83	0,47	6,88



Obrázek 36 Rovinnost soustružené kontaktní plochy AlMg3 (EN AW-5754)

Po vyhodnocení výše uvedených výsledků bylo jako finální způsob přípravy kontaktních ploch zvoleno obrábění (povrch byl pouze soustružen z důvodu rovinnosti a geometrické stálosti – obr. 36) a před procesem difúzního svařování byly kontaktní plochy vzorků leptány v roztoku: 80 ml H₂O + 5 ml 40 % HF, aby byla odstraněna oxidická vrstva Al₂O₃, která by bránila dobré tvorbě difúzního spoje. Takto ošetřené vzorky byly okamžitě po odstranění oxidické vrstvy vloženy do pracovní vakuové komory svařovacího zařízení.

5. SPOJOVÁNÍ HOMOGENNÍCH SPOJŮ

Pro dosažení hlavního cíle disertační práce byly stanoveny tři dílčí cíle (uvedeno v kapitole 3). Pro naplnění jednotlivých dílčích cílů byly navrženy tři hlavní experimenty, které jsou popsány následovně:

První experiment:

Definování hlavních parametrů procesu svařování na vybrané Al slitině a jejich optimalizace. Zvolit vhodné metody nedestruktivních zkoušek pro ověření kvality vytvořených difúzních svarů.

Druhý experiment:

Optimalizovanými parametry provést difúzní spoje, které budou podrobeny nedestruktivnímu zkoušení vybranými metodami. Výsledky nedestruktivních zkoušek ověřit a porovnat s reálným stavem difúzního spoje, pomocí konvenčních metod hodnocení kvality.

Třetí experiment:

Vytvořit difúzní spoje, jejichž proces spojování bude optimalizovaný na základě přechozích experimentů. Podrobit spoje nedestruktivnímu zkoušení, které bude také optimalizováno na základě výsledků z předchozích experimentů. Výsledky nedestruktivního zkoušení porovnat s reálnou pevností difúzních spojů.

Experimenty provedené v disertační práci jsou popsány v samostatných kapitolách 5.1, 5.2 a 5.3, kde každá kapitola je dělena podle dílčích úkonů, které byly prováděny.

Popis experimentů jako procesu svařování (spojování) vzorků je uveden v kapitolách 5.1.1, 5.2.1 a 5.3.1.

Pro konvenční vyhodnocení kvality svarových spojů byla použita metalografická analýza (kapitoly 5.1.2, 5.2.2 a 5.3.2), která byla prováděna ve spolupráci s metalografickou laboratoří v FZ Jülich. SEM analýza (realizována v rámci druhého a třetího experimentu) byla provedena na RWTH Aachen (kapitoly 5.2.3 a 5.3.3).

Měření elektrických vlastností difúzních spojů (elektrická rezistivita a impedanční charakteristika) bylo provedeno v rámci druhého a třetího experimentu a je popsáno v kapitolách 5.2.4 a 5.3.4.

Provedení a výsledky ultrazvukové defektoskopie jsou popsány v kapitolách 5.2.5 a 5.3.5. a byly prováděny ve spolupráci s ATG Praha a ZČU v Plzni.

U třetího experimentu byla navíc provedena zkouška tahem (kapitola 5.3.6) a prozařovací zkouška difúzního spoje (kapitola 5.3.7) pro detailnější zhodnocení kvality spojů a vyhodnocení průkaznosti NDT zkoušek.

Dílčí vyhodnocení z každého experimentu je uvedeno vždy na konci kapitoly popisující daný experiment (kapitola 5.1.3, 5.2.6 a 5.3.8).

Celkové vyhodnocení experimentálních dat a poznatků ze všech tří experimentů a jejich porovnání s odbornou literaturou a vědeckými pracemi je uvedeno v kapitole 6.

5.1 První experiment

Volba vhodné slitiny pro experimenty je řešena v kapitole 4.2. Z výsledků v experimentů v kapitole 4.2 vychází jako vhodnější volba pro další experimenty homogenních spojů, protože ověření NDT metod je lépe proveditelné na homogenních difúzních spojih. Byla zvolena hliníková slitina AlMg3 (EN AW-5754), která je pro difúzní svařování poměrně často používaná (kapitola 2.8).

Experiment popsáný v této kapitole je rozdělen do tří částí. První část byla zaměřena na svařování homogenních spojů z hliníkové slitiny AlMg3 (EN AW-5754), kde bylo cílem zjistit případnou spojitost mezi kvalitou difúzního spojení a nastavením použitého svařovacího zařízení PVA TePla. Parametry svařování částečně vychází z odborné literatury [2], [36-37], [40-42] a z provedených zkušebních experimentů na zařízení PVA TePla. Jak výsledky experimentů ukazují, vhodné nastavení (naprogramování) difúzního zařízení PVA TePla pro spojovanou slitinu však není možné bez předchozího ověření a vyzkoušení procesních parametrů na zkušebních vzorcích.

Vhodné metody NDT pro zkoušení difúzních spojů a ověření kvality svarův disertační práci byly zvoleny na základě rešerše odborné literatury a vědeckých článků uvedených v kapitole 2.8. Dostupné informace od výzkumné skupiny BONDTEST [74] uvádí, že je nutné ověřit ultrazvukové testování pomocí metody Phased Array a dále autoři vědeckých článků [81-84] aplikují metodu C-Scan, proto byly pro disertační práci zvoleny dvě metody UT:

- 1) metoda A-Scan (použita v druhém experimentu)

2)duální režim Phased Array obsahující A-scan a B-scan (použita v třetím experimentu)
 Na základě inspirace vědeckou prací [74] a navázáním spolupráce s RWTH Aachen a FZ Jülich zvolil autor disertační práce další možnou metodu NDT testování vzorků difúzních svarů pomocí měření elektrické rezistivity a impedanční charakteristiky difúzních spojů, které byly provedeny v druhém a třetím experimentu.

Jako další možná metoda NDT ve spolupráci s FS, ZČU v Plzni byla navržena prozařovací zkouška, která byla uskutečněna v rámci třetího experimentu.

Pro experimentální část byly tedy zvoleny následující NDT metody:

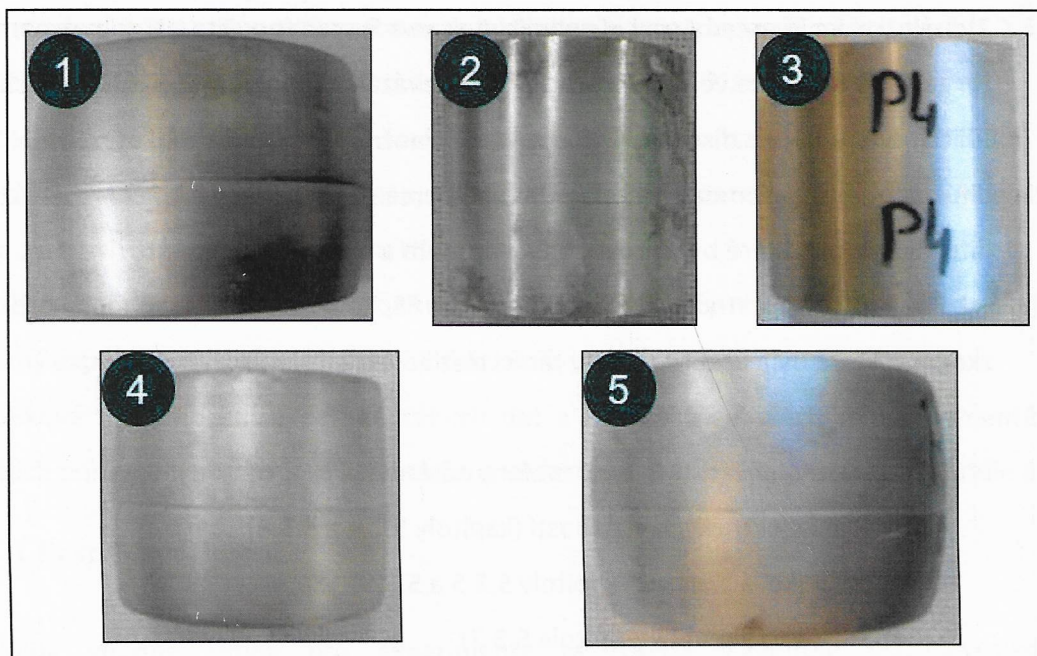
- Měření elektrických vlastností (kapitoly 5.2.4 a 5.3.4)
- Ultrazvuková zkouška (kapitoly 5.2.5 a 5.3.5)
- Prozařovací zkouška (kapitola 5.3.7)

Jako standardní destruktivní metody ověřování kvality difúzních spojů, které měly ověřit správnost výsledků vybraných NDT metod byly použity: metalografická a SEM analýza (u všech třech experimentů), zkouška tahem (u třetího experimentu).

5.1.1 Popis procesní části prvního experimentu

Tabulka 8 Parametry spojování pro vzorky v prvním experimentu

Označení vzorku	Nastavené svařovací parametry			Naměřená velikost deformace [%]
	T [°C]	t [min.]	F [kN]	
1	445	60	25	15,6
2	445	60	12	3,5
3	445	60	8	2,2
4	500	180	12	21,3
5	500	300	8	9,8

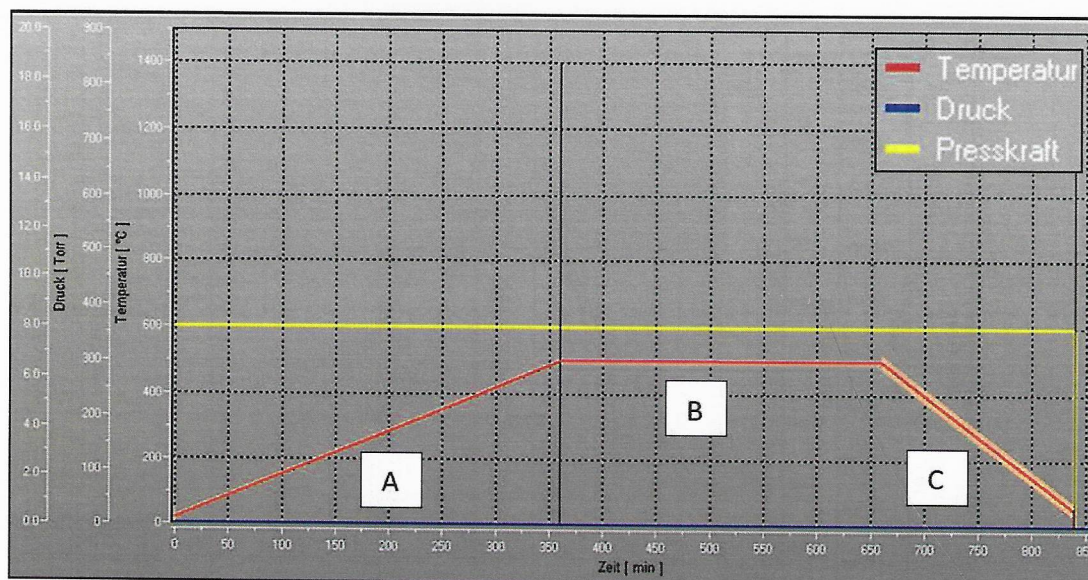


Obrázek 37 první zkušební experiment difúzního spojování slitiny AlMg3 (EN AW-5754)

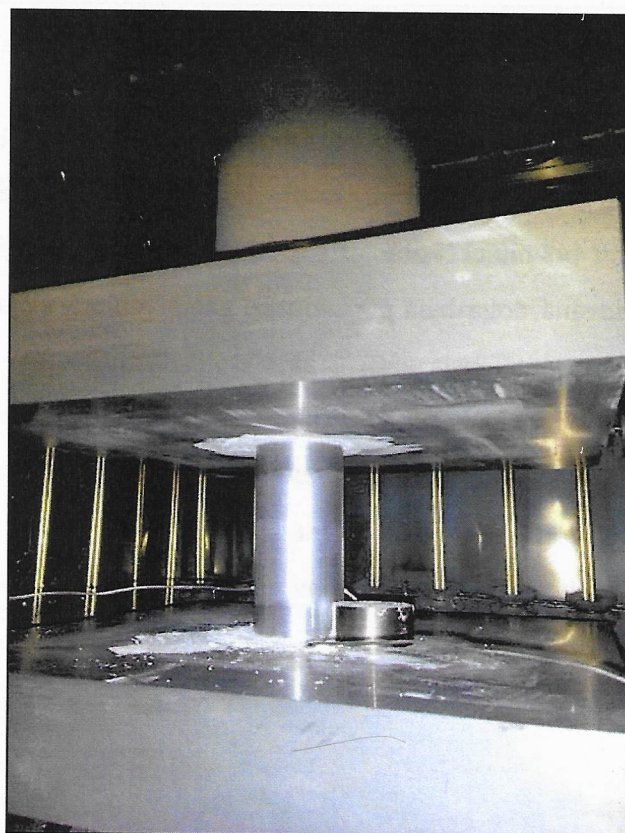
Teplota difúzního spojování byla nastavena v rozmezí od 78 do 82 % z teploty tání slitiny AlMg3 (EN AW-5754, teplota tání 595-645 °C). Přítlačná síla během procesu byla 8 až 25 kN, která na průměru 50 mm vytvářela přítlačný tlak 4,1 až 12,7 MPa.

Proces difúzního svařování je popsán na obrázku 38, který zobrazuje graf rozdělený do tří úseků: A, B a C. Úsek A odpovídá fázi ohřevu v procesu svařování. Úsek B je hlavní část procesu difúzního spojování s časem svařování: 60, 180 a 300 minut (při teplotě spojování 445 a 500 °C pod přítlakem 8 až 25 kN). Úsek C odpovídá ochlazovací fázi procesu, která probíhala volně (přirozeně) ve vakuu.

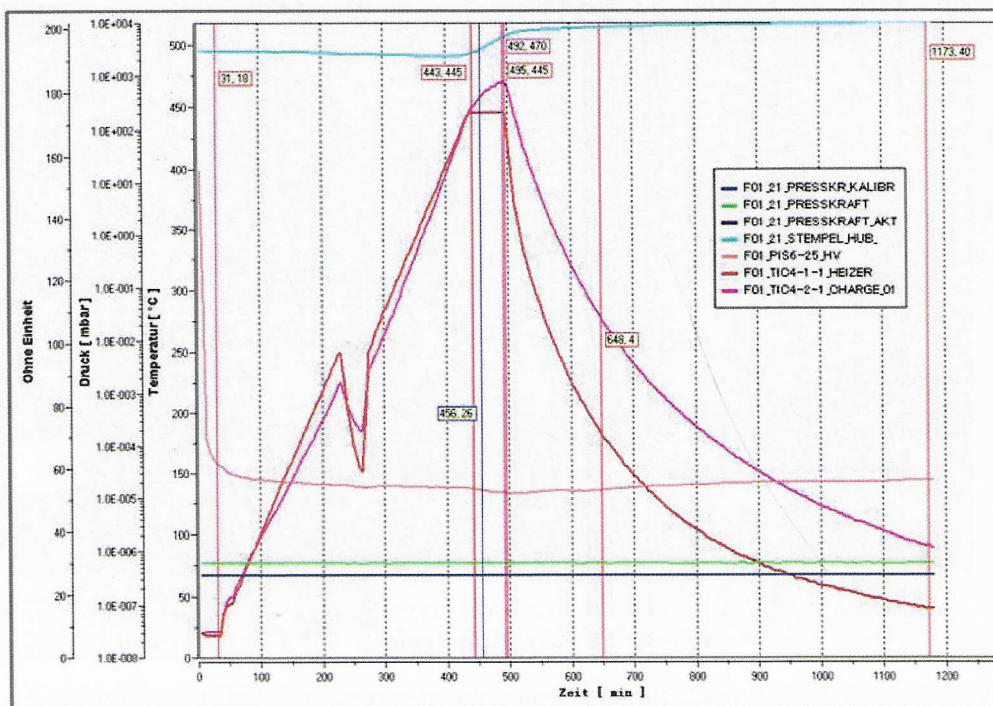
Vzorek byl v pracovní komoře umístěn uprostřed přítlačných desek. Takovou situaci znázorňuje obrázek 39. Teplota procesu byla snímána dvěma termočlánky, které byly umístěny, co nejbližší ke stěně vzorku tak, aby teplota byla co nejpřesněji měřena a vyjadřovala skutečnou teplotu vzorku.



Obrázek 38 Proces difúzního svařování první sady vzorků AlMg3 (EN AW-5754);
Y-osa zleva: Síla[kN], Tlak, Teplota[°C]; X-osa: Čas[min.]

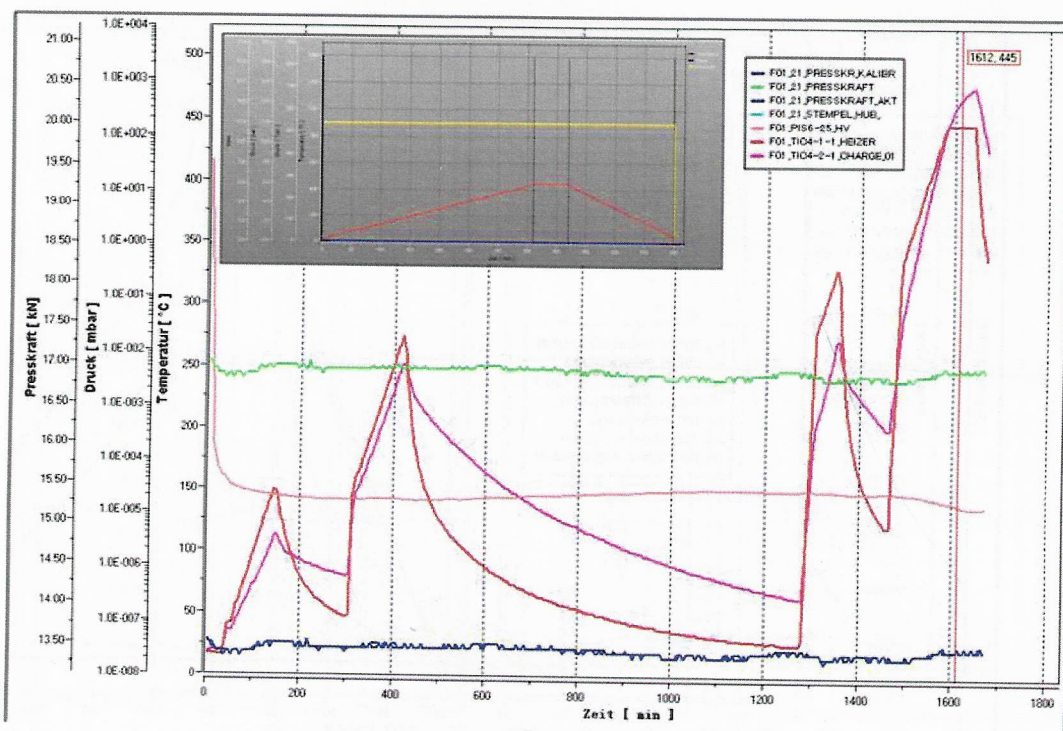


Obrázek 39 Pohled do pracovní komory PVA TePla



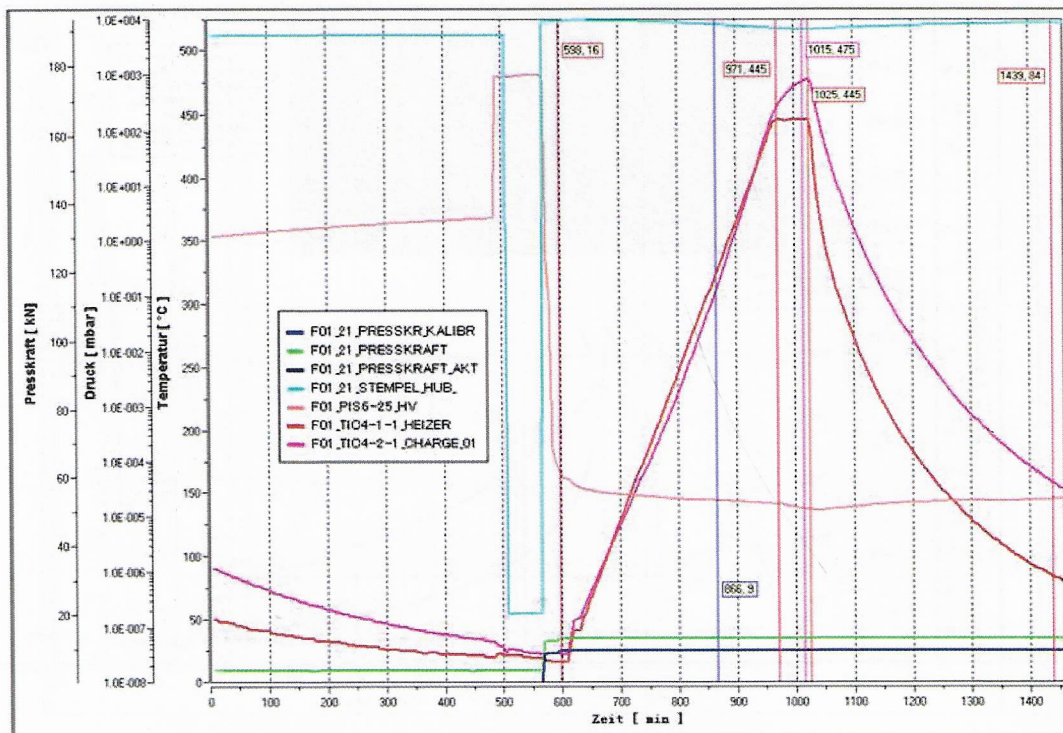
Obrázek 40 proces difúzního spojování u vzorku 1: $T = 445 \text{ }^\circ\text{C}$; $t = 60 \text{ min.}$; $F = 25 \text{ kN}$; Druck – tlak; Temperatur – teplota

Na obrázku 38 je znázorněno teoretické nastavení parametrů difúzního procesu, který se od reálného průběhu liší (obrázek 40). Vzorek 1 byl ohříván na požadovanou teplotu $445 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 443 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 52 minut (požadovaná doba byla 60 minut). Reálná teplota v peci dle fialové a červené křivky od termočlánků byla $450 \text{ }^\circ\text{C}$ až $470 \text{ }^\circ\text{C}$. Přítlačná síla je znázorněna zelenou křivkou (23 až 25 kN). V čase 250 minut došlo k chybě, kdy termočlánky ukazovaly prudký pokles teploty, který ovšem neodpovídal realitě.



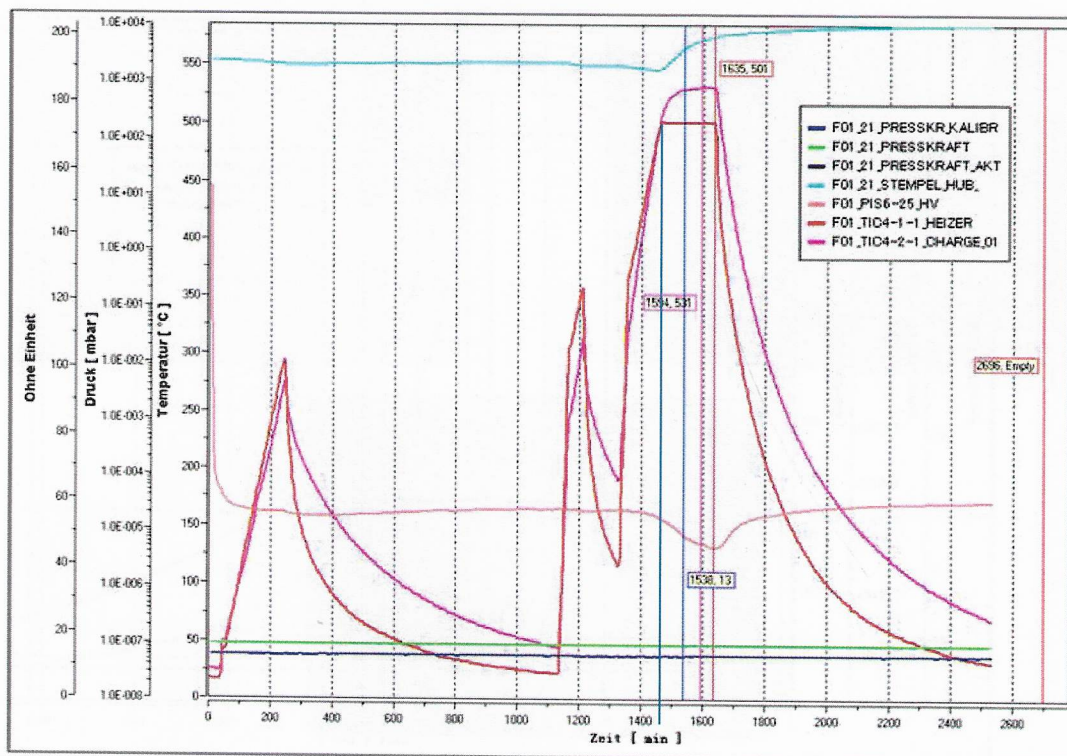
Obrázek 41 proces difúzního spojování u vzorku 2: $T = 445\text{ °C}$; $t = 60\text{ min.}$; $F = 12\text{ kN}$; Druck – tlak; Temperatur – teplota

Vzorek 2 byl ohříván na požadovanou teplotu 445 °C po dobu 350 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 58 minut (požadovaná doba byla 60 minut). Reálná teplota v peci dle fialové a červené křivky od termočlánků byla 445 °C až 502 °C . Ohřev vzorku 2 na požadovanou teplotu byl dosažen až při čtvrtém pokusu, protože nastala chyba v řízení systému a řídicí jednotka pece ve třech předcházejících pokusech řídicí program resetovala. Později bylo zjištěno, že důvodem selhání byla špatná kalibrace hydraulického systému a teploty, což způsobilo, že vzorek byl přitlačen silou mezi 12 až 17 kN, což ale jak se ukázalo, byl vhodnější tlak procesu, protože v předchozím případě došlo k velké deformaci vzorku 1. Obdobná chyba nastala i u vzorku 4 (obrázek 43).



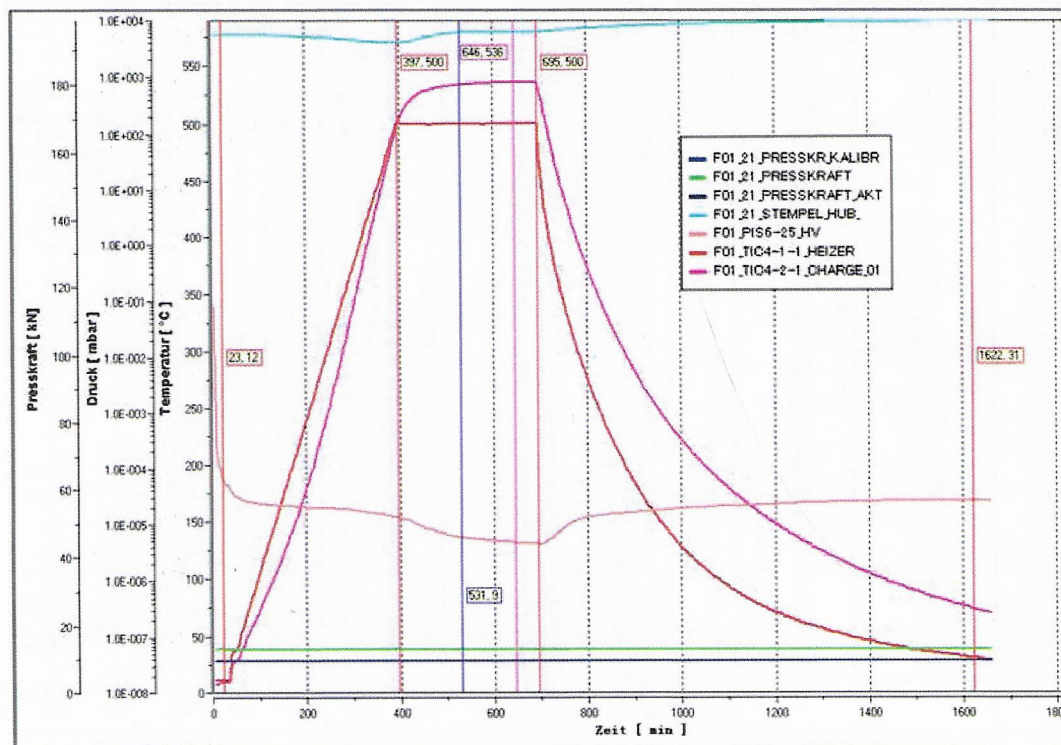
Obrázek 42 proces difúzního spojování u vzorku 3: $T = 445\text{ °C}$; $t = 60\text{ min.}$; $F = 8\text{ kN}$; Druck – tlak; Temperatur – teplota

Vzorek 3 byl ohříván na požadovanou teplotu 445 °C po dobu 371 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 54 minut (požadovaná doba byla 60 minut). Reálná teplota v peci dle fialové křivky od termočlánků byla $445\text{--}475\text{ °C}$. Přítlak vzorků byl 8 až 10 kN.



Obrázek 43 proces difúzního spojování u vzorku 4: $T = 500\text{ °C}$; $t = 180\text{ min.}$; $F = 12\text{ kN}$; Druck – tlak; Temperatur – teplota

U vzorku 4 bylo navrženo zvýšení teploty a doby svařování, proto byl vzorek ohříván na požadovanou teplotu 500 °C po dobu 340 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 155 minut (požadovaná doba byla 180 minut). Reálná teplota v peci dle fialové křivky od termočlánků byla 500 °C až 550 °C . Vzorek 4 byl přitlačen silou mezi 12 až 15 kN. U tohoto vzorku nastala stejná chyba v procesu jako u vzorku 2 (obrázek 41).

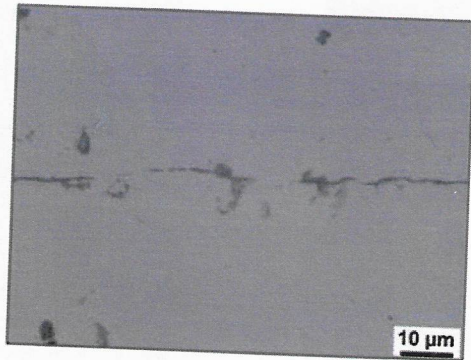
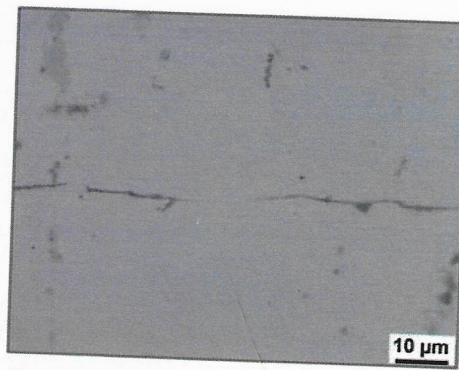
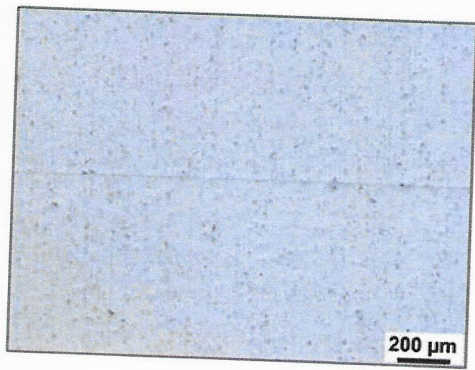


Obrázek 44 proces difúzního spojování u vzorku 5: $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t = 300\text{ min.}$; $F = 8\text{ kN}$; Druck – tlak; Temperatur – teplota

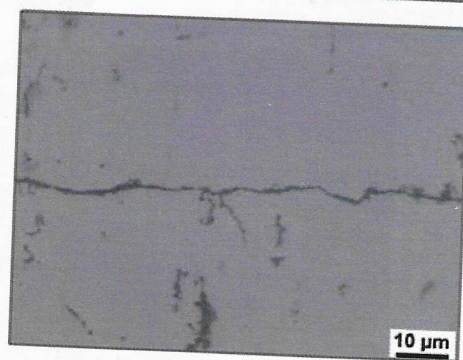
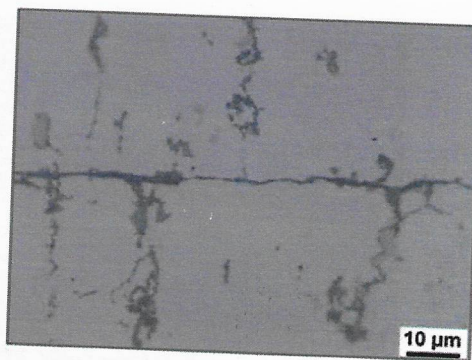
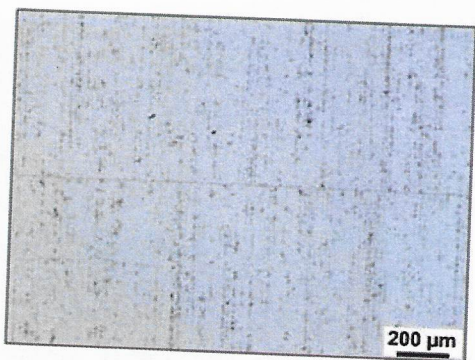
Vzorek 5 byl ohříván na požadovanou teplotu $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 298 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 298 minut (požadovaná doba byla 300 minut). Reálná teplota v peci dle fialové křivky od termočlánků byla $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $550\text{ }^{\circ}\text{C}$. Vzorek 4 byl přitlačen silou mezi 12 až 15 kN.

5.1.2 Metalografická analýza

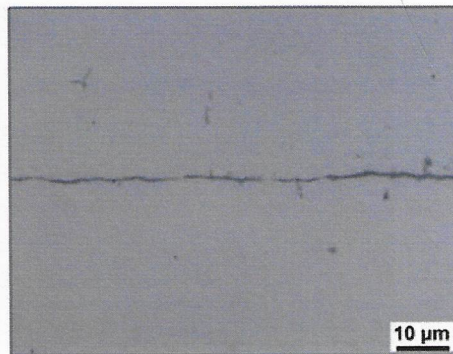
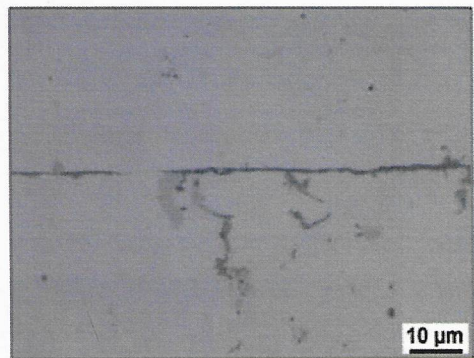
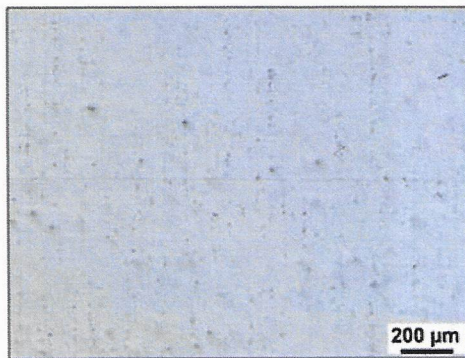
Svažené vzorky byly rozřezané na metalografické pile tak, aby vznikly příčné řezy spojem, které byly dále broušeny a leštěny v místě difúzního spoje. Výsledky všech pěti vzorků prvního experimentu ukazují metalografické snímky 45 až 49. Na snímcích lze pozorovat, že čas svařování neměl velký vliv na podobu svarového rozhraní. Teoreticky by mělo svarové rozhraní u homogenního spoje být po procesu difúzního svařování nerozpoznatelné (obr. 19). V tomto případě, je možné v rozhraní indikovat tmavé vrstvy o tloušťce 1,5 až $2,1\text{ }\mu\text{m}$ a tmavé částice, které byly dále analyzovány v kapitole 5.3.3.



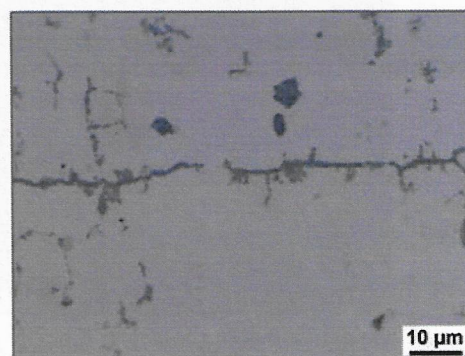
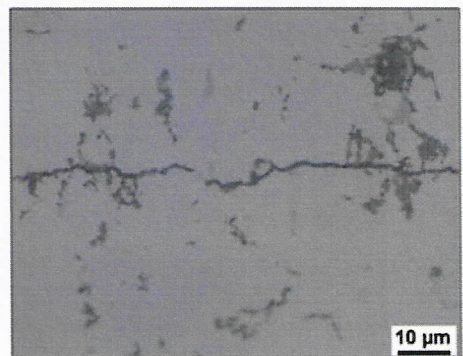
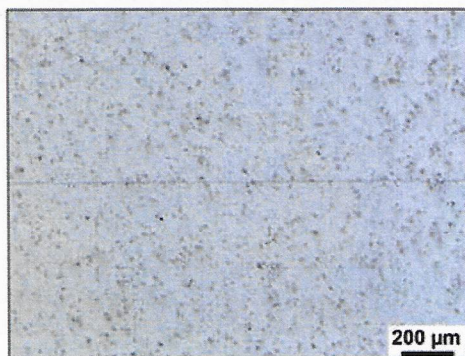
Obrázek 45 Mikrostruktura vzorku 1



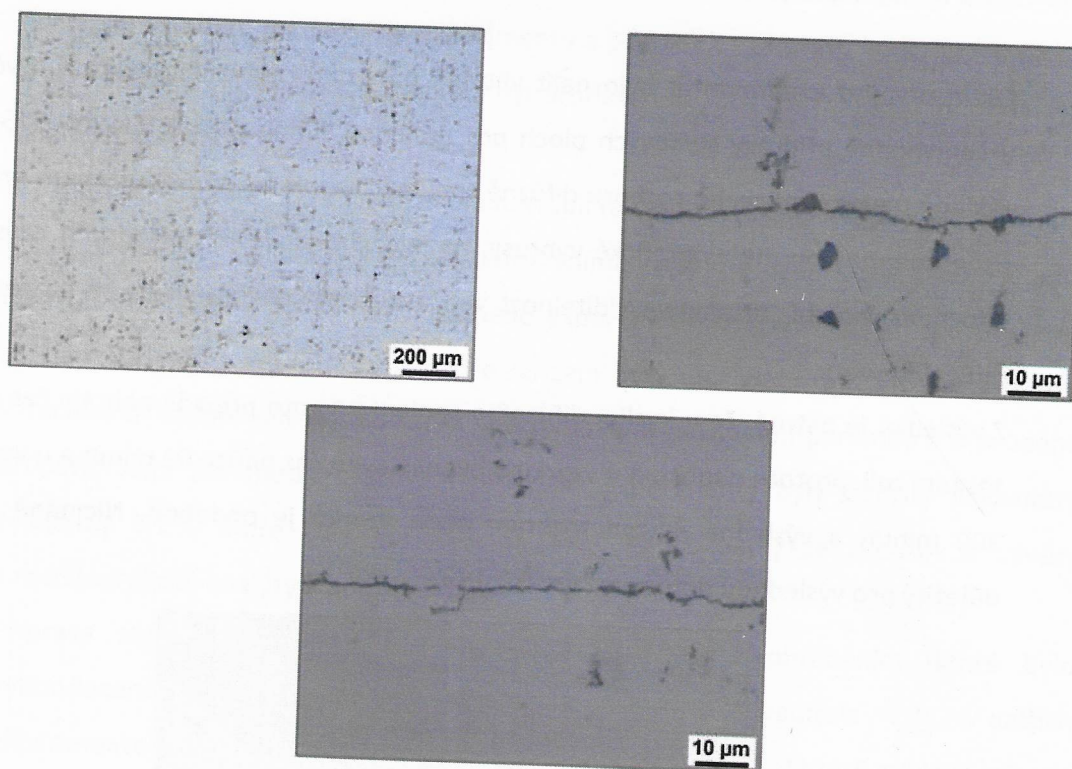
Obrázek 46 Mikrostruktura vzorku 2



Obrázek 47 Mikrostruktura vzorku 3



Obrázek 48 Mikrostruktura vzorku 4

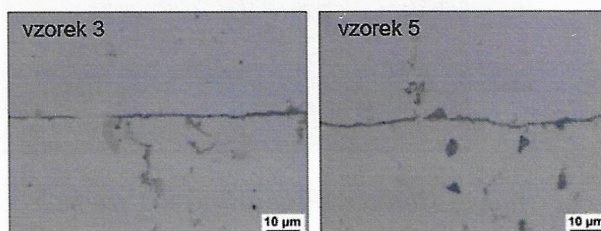


Obrázek 49 Mikrostruktura vzorku 5

5.1.3 Vyhodnocení prvního experimentu

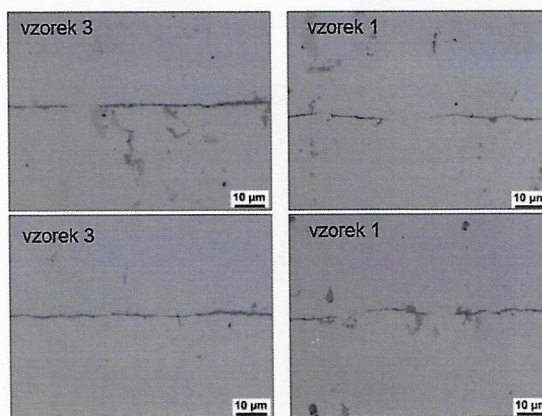
Cílem prvního experimentu bylo najít vhodné parametry difúzního svařování včetně určenívhodné přípravy stykových ploch pro zvolenou slitinu AlMg3 (EN AW-5754) na základě metalografického rozboru difúzně spojených vzorků 1 až 5. Výstupem prvního experimentu jsou metalografické výbrusy, na jejichž základě lze vyhodnotit celistvost difúzního spojení, respektive viditelnost vad a nečistot nacházejících se na rozhraní difúzního svaru.

Z výsledků je patrné, že u kvality difúzního spojení v tomto případě nehraje čas difúze zásadní roli, protože například u vzorku 3 byl nastaven čas difúze 60 minut a u vzorku 5 300 minut, a výsledné difúzní rozhraní obou vzorků je obdobné. Nicméně čas je důležitý pro výslednou deformaci vzorků. [V3]



Obrázek 50 Metalografie vzorku 3 (vlevo) a vzorku 5 (vpravo)

Je však pozorovatelné, že při použití přitlačné síly 25 kN u vzorku 1 a přitlačné síly 8 kN u vzorku 3, došlo u vzorku 1 k efektivnějšímu narušení linie oxidů a místně probíhala plná materiálová výměna mezi spojovanými díly (obrázek 51). Deformace vzorku 1 byla 15,6 % a deformace vzorku 3 byla 2,2 %. [V3]



Obrázek 51 Metalografie vzorku 1 (vpravo) a vzorku 3 (vlevo)

Výstupem z prvního experimentu jsou parametry difúzního procesu, které byly základním vstupem do druhého experimentu a poznatek z přípravy kontaktních ploch, že jejich čištění musí namísto 1 minuty být prodlouženo, aby bylo sníženo množství vad na difúzním rozhraní.

Pro další experimenty byla také řešena nestabilita systému řízení svařovacího zařízení a byl přeinstalován řídicí software zařízení a snímání teploty bylo řízeno pouze jedním termočlánkem. Dále bylo v rámci druhého experimentu ověřeno, jakým způsobem se rozkládá přitlačná síla v difúzní komoře. Zařízení bylo nastaveno a kontrolováno, aby v maximální možné míře odpovídalo programovému nastavení parametrů a průběhu procesu. Jako parametry svařování pro další experimenty byly použity parametry z kapitoly 5.1.1, které byly upraveny o praktické poznatky ze zkoušek a závěry z metalografické analýzy (kapitola 5.1.2).

Příprava stykových (kontaktních ploch) byla stejná, tj. obráběním (které bylo vyhodnoceno jako optimální způsob přípravy vzorku v kapitole 4.3). V dalších experimentech byla prodloužena doba působení roztoku 80 ml H₂O + 5 ml 40 % HF, pro počáteční odstranění oxidické vrstvy (a to z 1 minuty na dvojnásobek).[V3]

5.2 Druhý experiment

5.2.1 Popis procesní části druhého experimentu

Pro druhý experiment byla upravena délka vzorků na 50 mm při zachování průměru vzorku 50 mm. Vzorek byl také ošetřen před svařováním za účelem odstranění oxidické vrstvy v roztoku (80 ml H₂O + 5 ml 40 % HF) namísto jedné minuty podobu dvou minut.

Tabulka 9 Hlavní parametry difúzního spojování pro druhý experiment

Označení vzorku	Nastavené svařovací parametry			Výsledná deformace vzorku [%]	Způsob ochlazování
	Teplota [°C]	Čas [min.]	Přítlak [kN]		
I	500	500	9	11,1	vakuum
II	500	400	9	12,4	vakuum
III	500	300	9	17,6	argon
IV	500	500	9	14,9	argon
V	500	300	9	13,6	vakuum

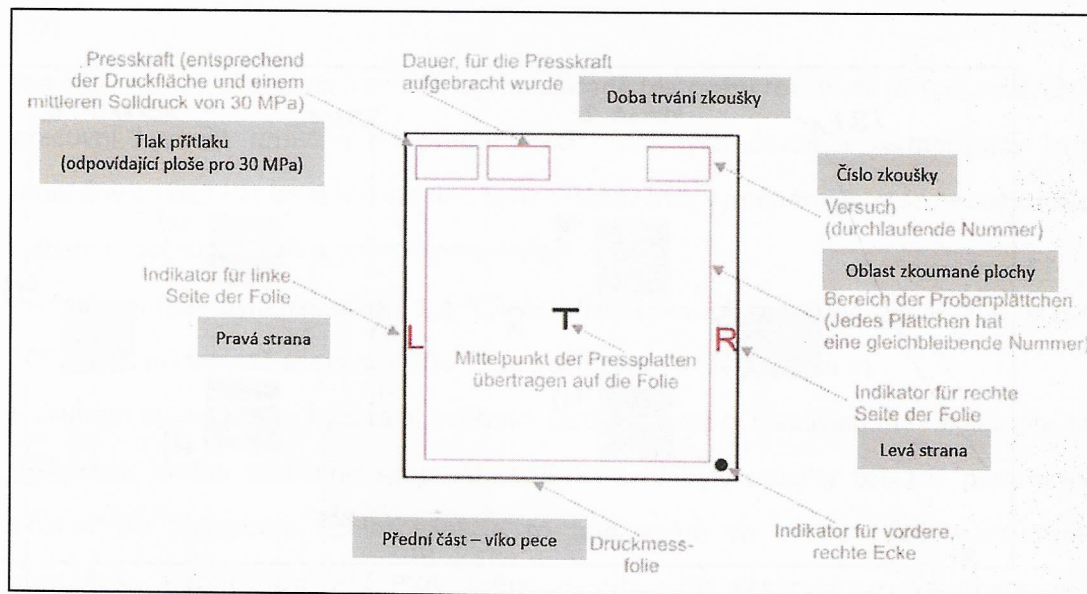


Obrázek 52 Vytvořené vzorky svarových spojů z druhého experimentu

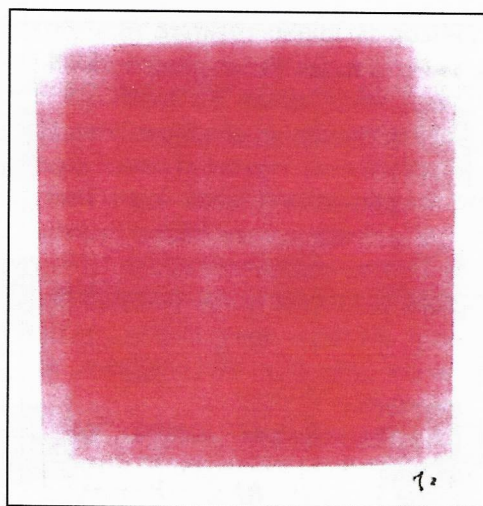
Na základě zkušeností získaných z prvního experimentu v oblasti programování procesu a zjištění rozdělení přítlačného tlaku mezi deskami byly výsledné vzorky méně deformované.

Pro určení rozdělení přítlačného tlaku mezi deskami byla použita komerční tlaková folie Fuji Prescale Film (mono-sheet type) od firmy Fujifilm, která obsahuje ve své vnitřní části malé kapsle naplněné barvivem. Pokud působí na kapsle tlak, dojde k zabarvení

jinak bílé tlakové folie. Pro toto ověření působení tlaku byla použita folie o rozměrech přitlačné desky stroje určena pro tlak 10 až 50 MPa. [76]



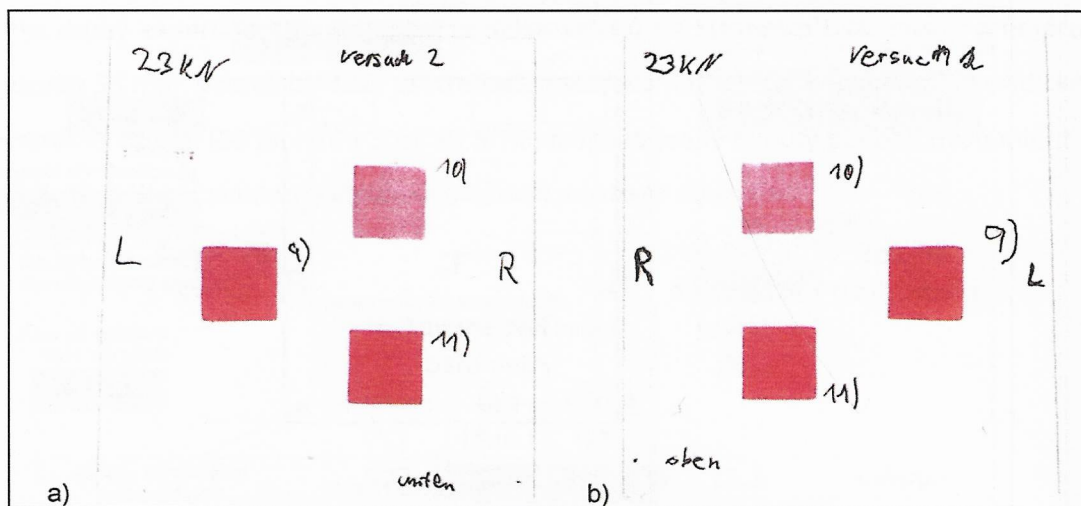
Obrázek 53 Vysvětlení značek na tlakové folii [76]



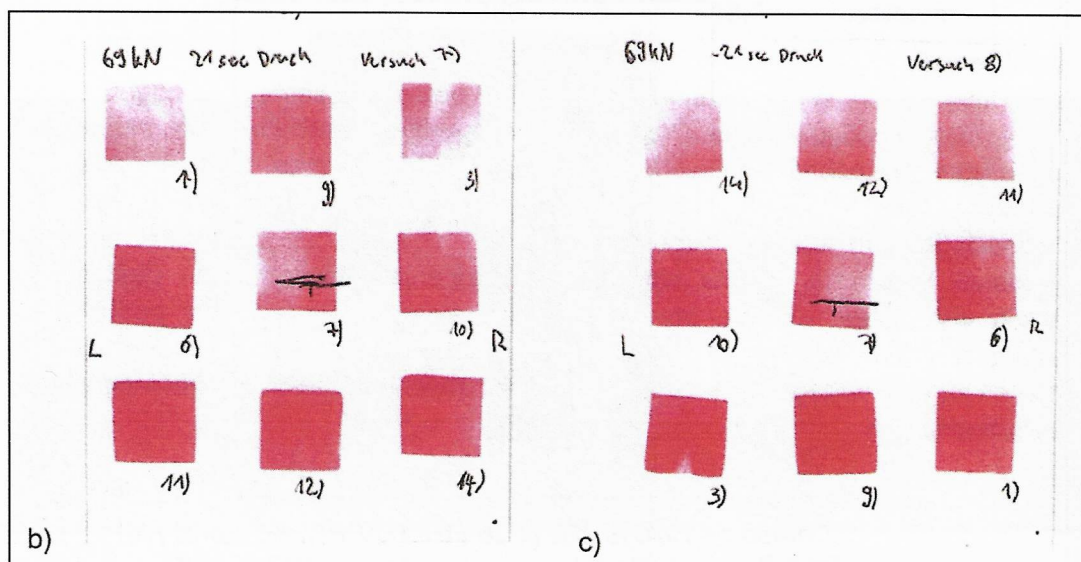
Obrázek 54 Tlaková folie po zkoušce 1-30 MPa bez vzorků [76]

Na obrázku 54 je otisk přitlačných desek bez vložených kontrolních vzorků. Díky otisku na snímku 54 je vidět, že když mezi desky není umístěn vzorek, je přitlačná síla rozložena téměř rovnoměrně po celé ploše přitlačných desek, kam jsou vzorky standartně umísťovány. Když jsou vložené mezi desky tři vzorky (obrázek 55), je již rozložení síly nerovnoměrné. V tomto případě je příčinou jednopístové provedení difúzního zařízení PVA TePla a kloubové spojení mezi horní deskou a pístem (spodní deska je pevná). [31] Z toho vyplývá, že vzorky se musí

umístit, tak aby přítlačná síla byla rozložena rovnoměrně na všechny spojované vzorky během difúzního procesu.



Obrázek 55 Tlaková folie po zkoušce 1-30 MPa s ocelovými vzorky:
a) spodní deska b) horní deska [76]



Obrázek 56 Tlaková folie po zkoušce 1-30 MPa s ocelovými vzorky: b) nově obrobené vzorky
c) stejné pomníky jako u b – zrcadlově přerovnané vzorky [76]

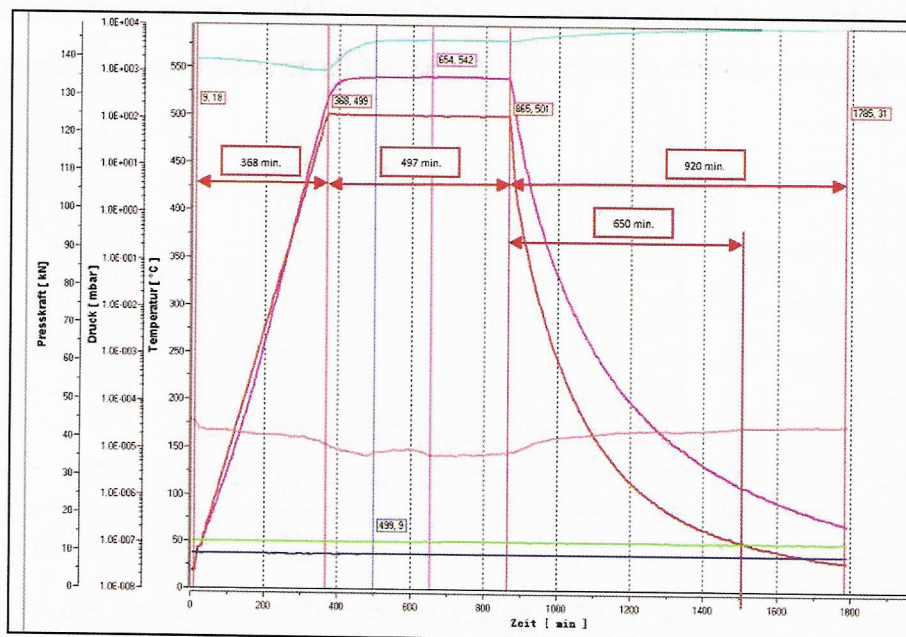
Na obrázku 56 jsou na tlakové folii otisky ocelových vzorků uspořádaných v matici 3x3. Podle sytosti barvy otisku je detekována kvalita přítlaku v daném místě mezi přítlačnými deskami. Provedené testy rozložení tlaku ukazují, že při středním tlaku 30 MPa je rozložení tlaku pravidelnější u víka pece a vzorky jsou přítlačeny účinněji. Vzorky umístěné v zadní části pece jsou naopak přítlačovány nerovnoměrně. Tento

experiment také ukazuje aktuální téma řešené výrobcí difúzních zařízení a to, aby přítlačný tlak byl homogenně rozdělován po celou dobu procesu difúzního spojování. [37]

Pro další výrobu zkušebních vzorků byl na základě testování rozdělení přítlaku vzorek v pracovní komoře umístěn do přední části přítlačných desek a termočlánky byly umístěny co nejbližší ke stěně vzorku. Termočlánky byly vyměněny, aby se neopakovalo selhání procesu jako při prvním experimentu.

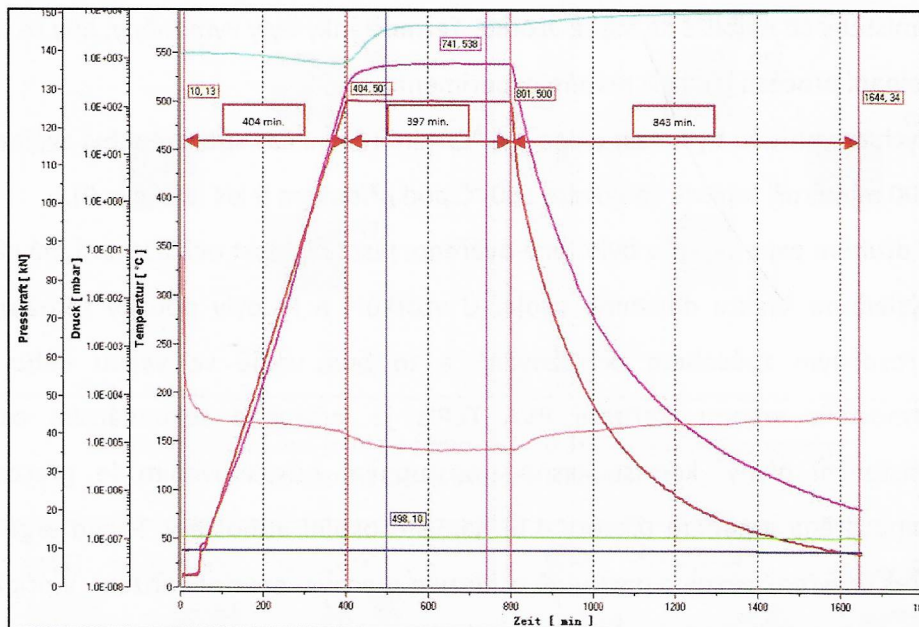
Rychlost ohřevu byla nastavena 1,4 °C/min. Hlavní čas spojování byl zvolen 300, 400 a 500 minut při teplotě spojování 500 °C pod přítlakem 9 kN (tabulka 9).

V druhém experimentu bylo také ověřeno, jestli rychlost ochlazování má nějaký vliv na výslednou kvalitu difúzního spoje. U vzorků I a IV byly použity totožné parametry s rozdílným způsobem ochlazování, a to buď volně ve vakuu nebo v ochranné atmosféře argonu. Zařízení PVA TePla je vybaveno sekundárním okruhem pro asistenční plyny, kdy současně s postupným odvakuváním je pracovní komora napouštěna argonem (čistoty 4.6) namísto okolní atmosféry. Proud argonu cirkuluje přes uzavřený okruh a postupně ochlazuje pracovní prostor zařízení. V případě potřeby je možné použít tuto funkci zařízení PVA TePla i pro vlastní difúzní svařování v ochranné atmosféře[31]. Stejný pokus s ochlazováním byl proveden u vzorků III a V.



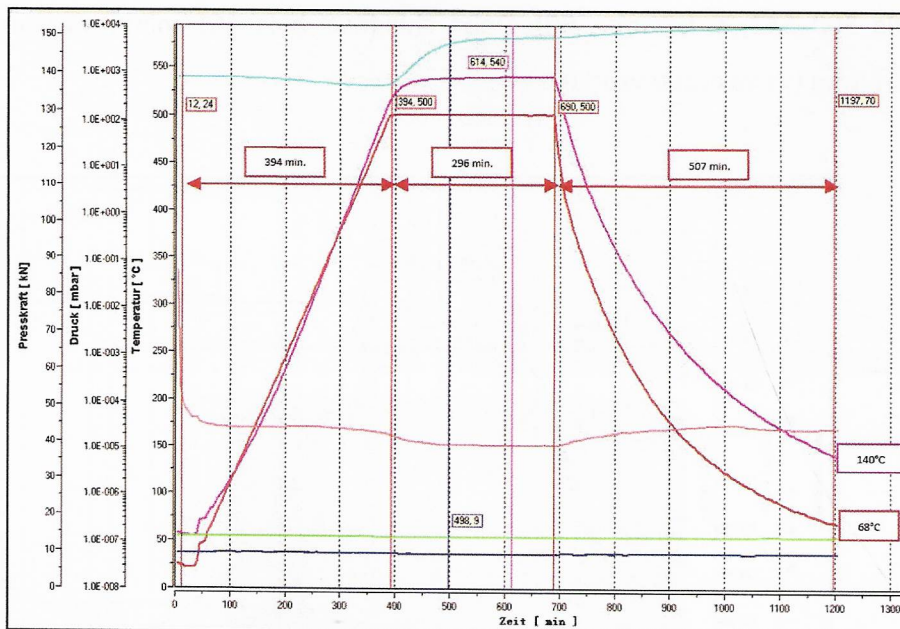
Obrázek 57 proces difúzního spojování u vzorku I: $T = 500\text{ °C}$; $t = 500\text{ min}$.

Vzorek I byl ohříván na požadovanou teplotu 500°C po dobu 368 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 497 minut. Reálná teplota v peci dle fialové křivky od termočlánku byla 500 až 542 °C. Doba chladnutí byla 920 minut (viz obr. 57). Přítlačná síla se pohybovala mezi 8 až 12 kN, což platí i pro všechny ostatní vzorky.



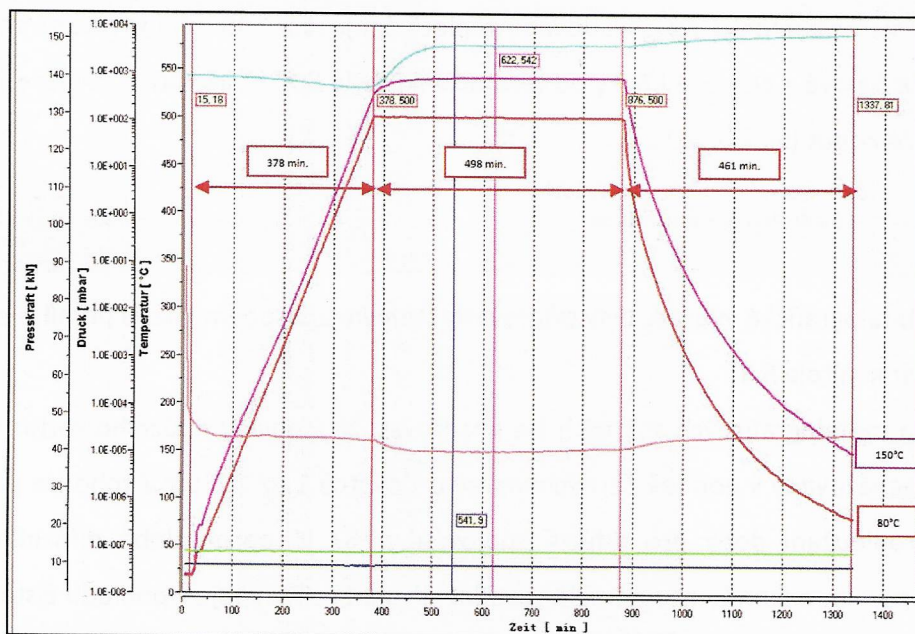
Obrázek 58 proces difúzního spojování u vzorku II: $T = 500\text{ °C}$; $t = 400\text{ min}$.

Vzorek II byl ohříván na požadovanou teplotu 500 °C po dobu 404 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 397 minut. Reálná teplota v peci se pohybovala mezi 500 až 540 °C (viz obr. 58). Doba ochlazování byla 843 min.



Obrázek 59 proces difúzního spojování u vzorku III: $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t = 300\text{ min}$.

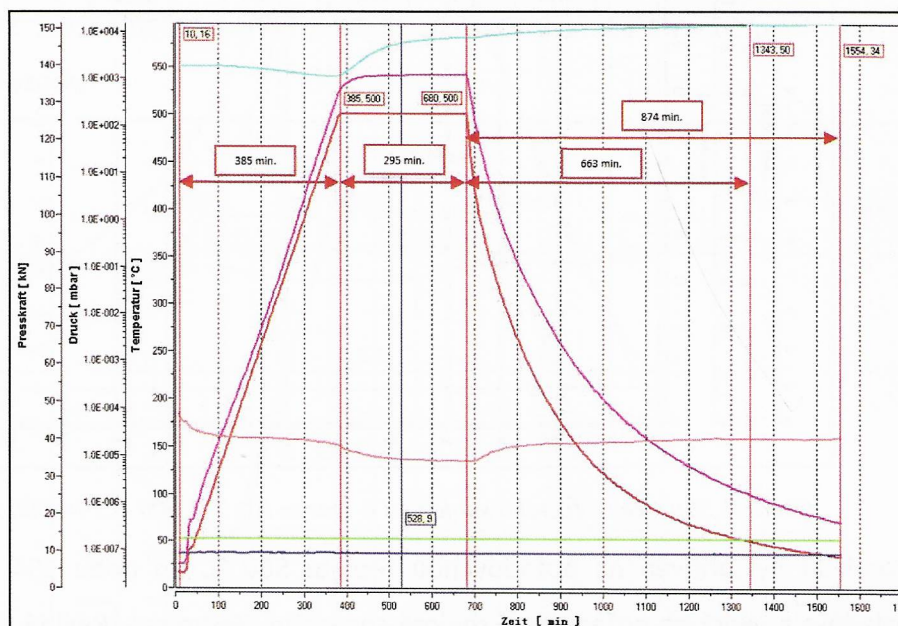
Vzorek III byl ohříván na požadovanou teplotu $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 394 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 296 minut. Reálná teplota v peci byla $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ (viz obr. 59). Doba chlazení díky použití argonu byla zkrácena na 507 minut z 874 minut (což je doba, kterou dosahuje vzorek V, chlazený ve vakuu).



Obrázek 60 proces difúzního spojování u vzorku IV: $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$; $t = 500\text{ min}$.

Vzorek IV byl ohříván na požadovanou teplotu $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 378 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 498 minut. Reálná teplota v peci

byla 500–542 °C (viz obr. 60). Doba chladnutí byla 461 minut v argonu) proti 920 minutám (ve vakuu) u vzorku I.



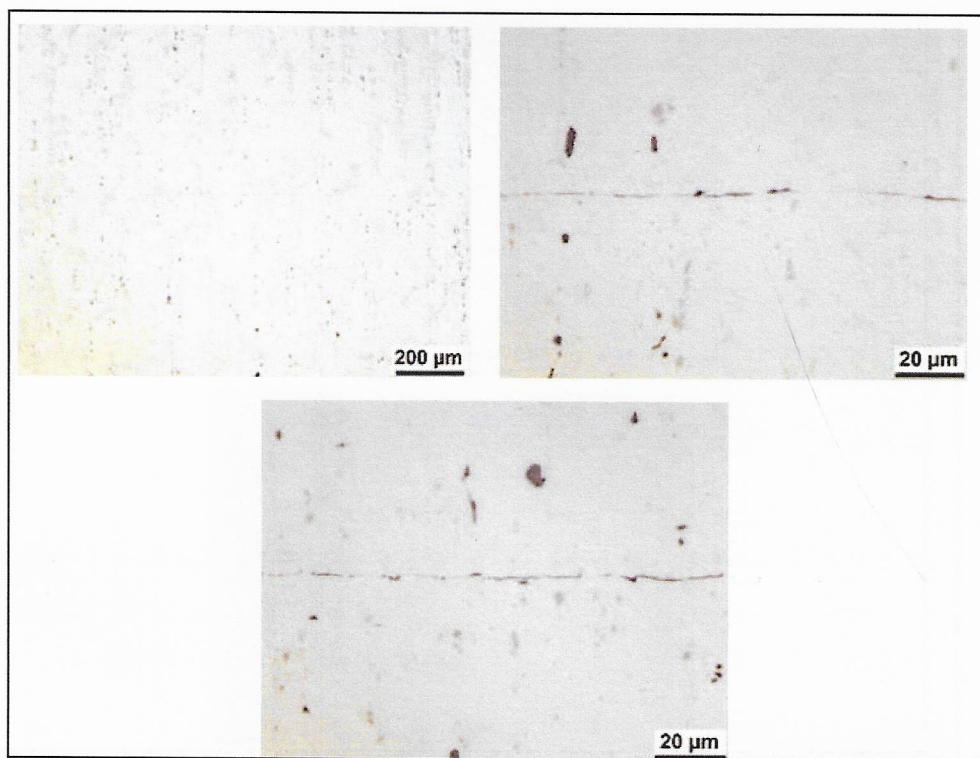
Obrázek 61 proces difúzního spojování u vzorku V: $T = 500\text{ °C}$; $t = 300\text{ min}$.

Vzorek V byl ohříván na požadovanou teplotu 500 °C po dobu 385 minut. Poté následovala výdrž na požadované teplotě spojování 295 minut. Reálná teplota v peci dle fialové a červené křivky od termočlánků byla 500 °C až 540 °C. Doba chladnutí byla 874 minut (viz obr. 61).

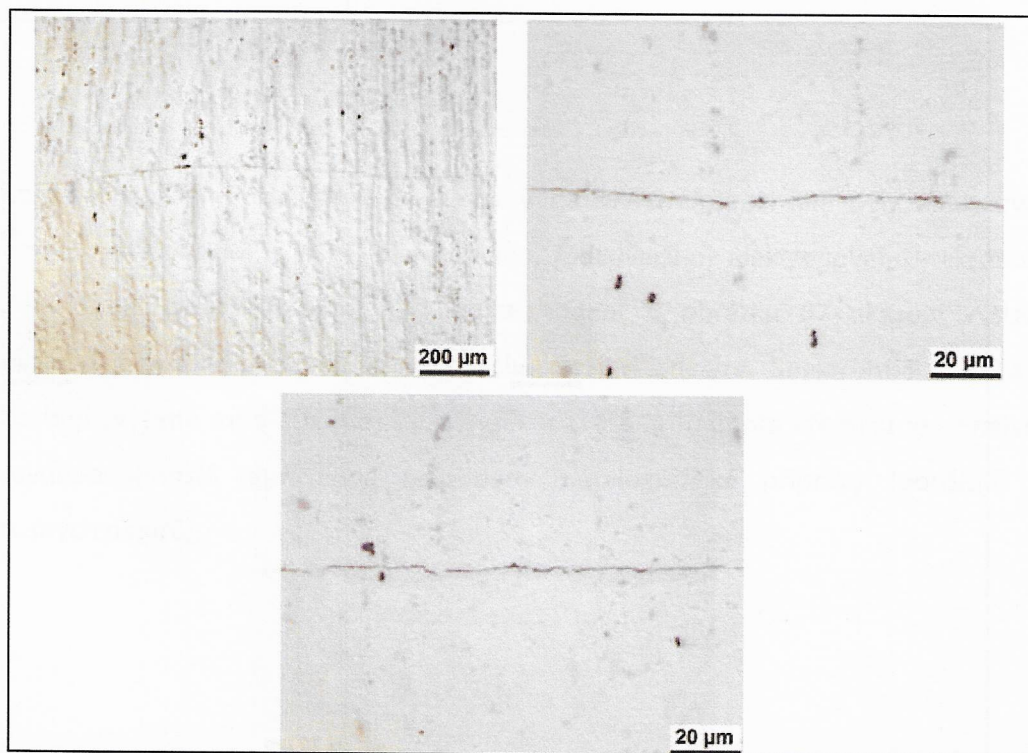
5.2.2 Metalografická analýza

Metalografické výbrusy byly připraveny stejným způsobem jako u prvního experimentu (viz kapitola 5.1).

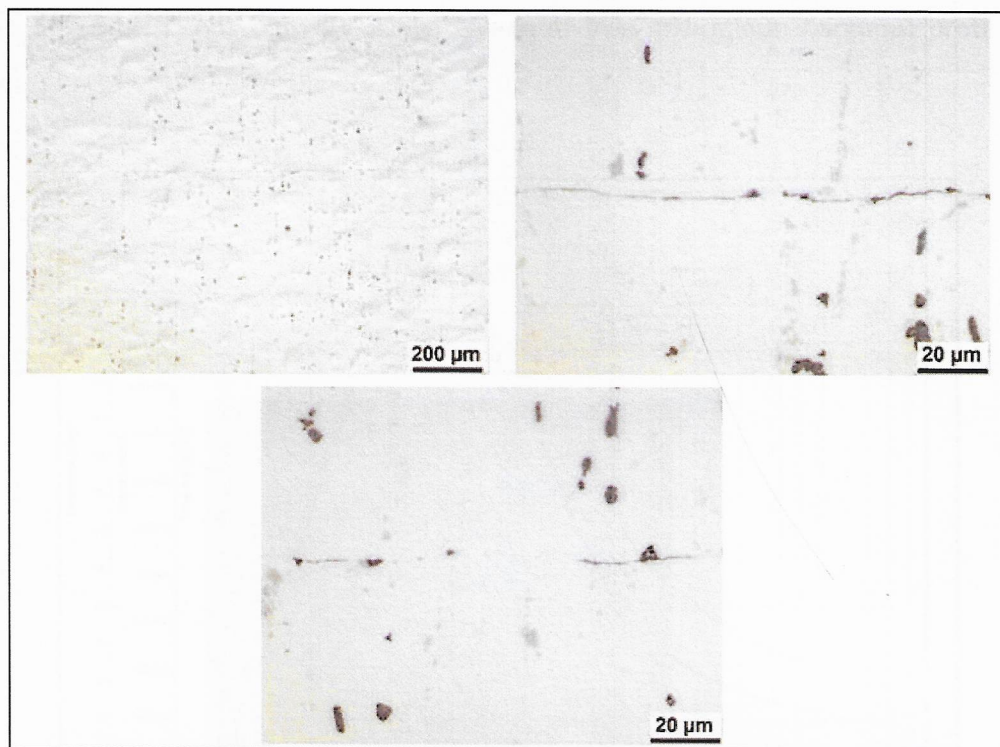
Na metalografických snímcích lze pozorovat, že v oblasti difúzního rozhraní se nadále nachází vady v podobě černých vrstev o tloušťce 1 až 1,8 μm . Z toho lze pozorovat, že prodloužení doby pro difúzní spojování o 67 % oproti době difúzního spojování v prvním experimentu nemělo zásadní vliv na kvalitu spoje z pohledu čistoty difúzního rozhraní. [V6]



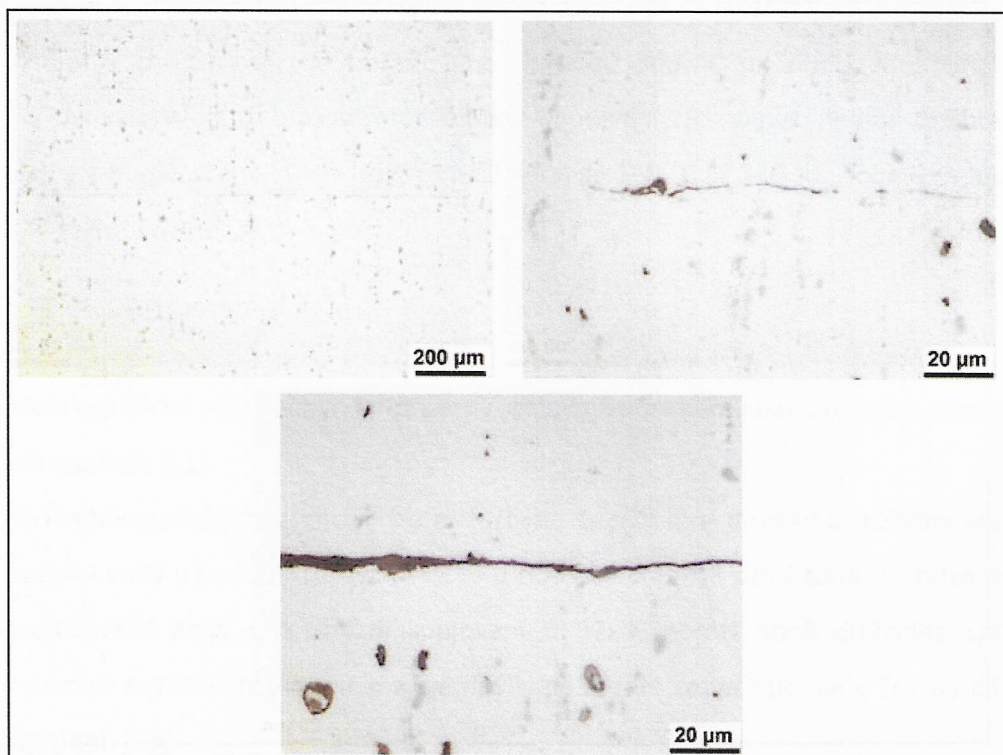
Obrázek 62 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek I



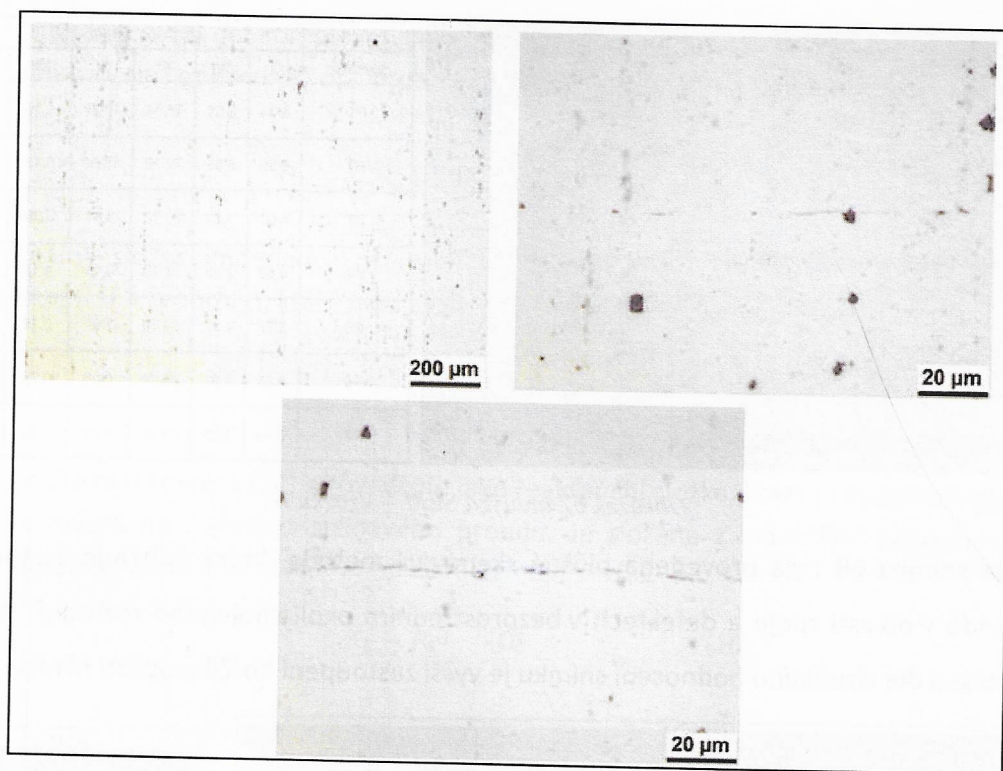
Obrázek 63 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek II



Obrázek 64 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek III



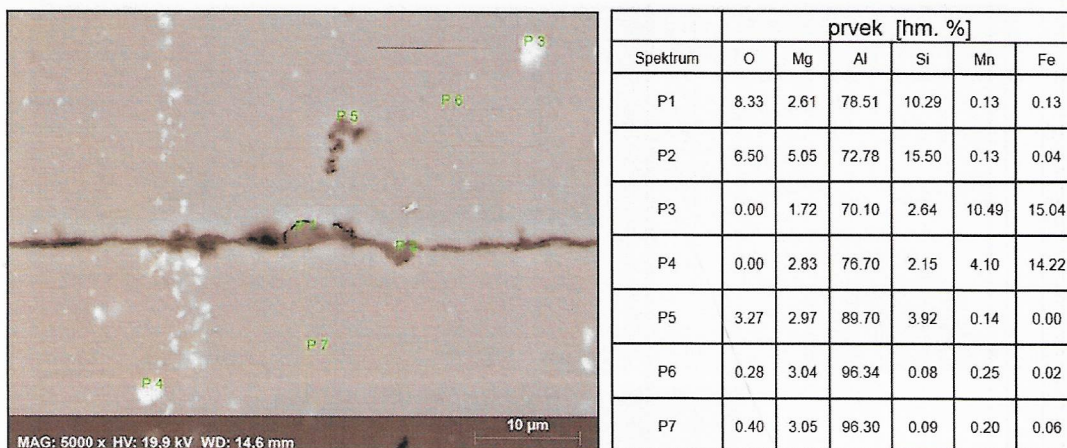
Obrázek 65 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek IV



Obrázek 66 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek V

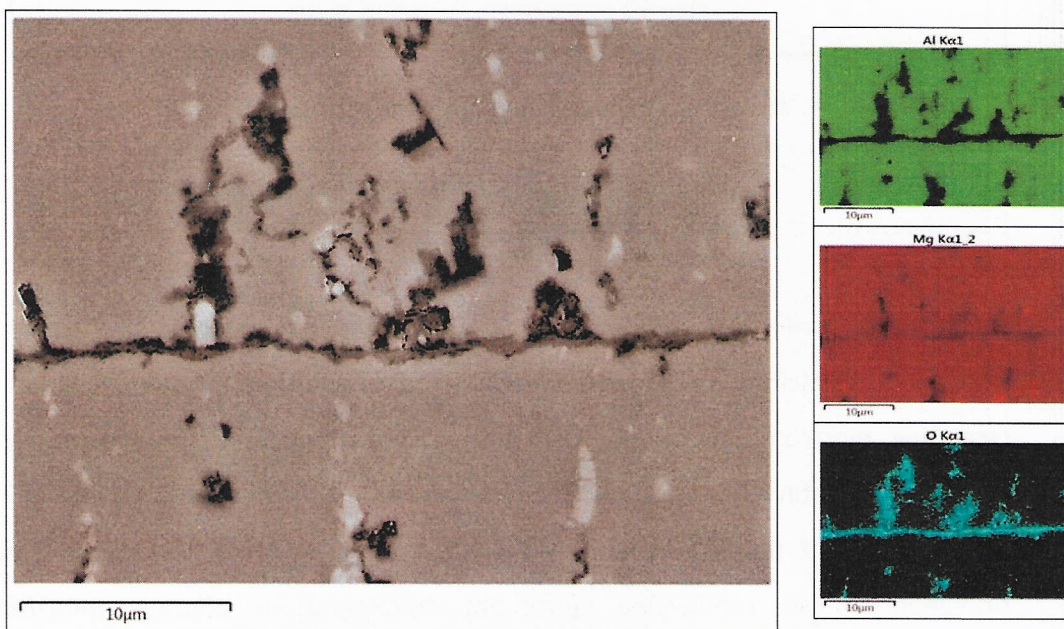
5.2.3 Rastrovací elektronový mikroskop

Chemické složení tmavých částic a vrstvy na svarovém rozhraní byly analyzovány pomocí rastrovacího (nebo též skenovacího, řádkovacího) elektronového mikroskopu (scanning electron microscope). Tabulka hodnot u obrázku 67 ukazuje výsledky množství jednotlivých prvků zachycených při SEM analýze. Spektrum P1, P2 a P5 obsahují zvýšené množství hořčíku a kyslíku. Zvýšená hodnota křemíku je s největší pravděpodobností zapříčiněná způsobem metalografické přípravy (použitím SiC brusných papírů).



Obrázek 67 analýza SEM – Vzorku III

Na snímku 68 byla provedena plošná skenovací metoda, která odhaluje zastoupení oxidů v oblasti spoje a defektech v bezprostředním okolí spojeného rozhraní. V této oblasti dle vizuálního hodnocení snímku je vyšší zastoupení hořčíku oproti hliníku.



Obrázek 68 REM plošná analýza

5.2.4 Měření elektrických vlastností spojených vzorků

Impedance

V disertační práci byla použita metoda EIS (Electrical Impedance Spectroscopy), která nachází své uplatnění zejména v biomedicině, elektrochemii, nebo aktuálně v oblasti měření palivových článků a elektrických akumulátorů. [34], [46], [48], [V5], [V7]

Impedance (Z) je komplexní veličina elektrického střídavého proudu. Narozdíl od elektrického odporu (R) má impedance fázový posun a je složena z reálné a imaginární složky (jX).

$$Z = R + jX \quad [\Omega] \quad (14)$$

Reálná složka impedance představuje reálný odpor materiálu (poměr elektrického napětí U a proudu I), který není závislý na frekvenci střídavého proudu.

$$R = \frac{U}{I} [\Omega] \quad (15)$$

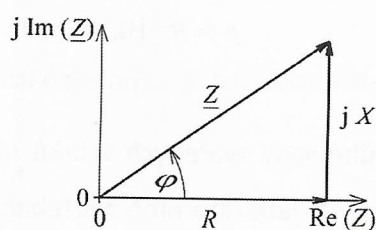
Druhá část rovnice (14) se označuje jako reaktanční složka, která je imaginární složkou a je závislá na frekvenci střídavého proudu. Je složena z indukční reaktance (16) a kapacitní reaktance (17).

$$X_L = j\omega L \quad [\Omega] \quad (16)$$

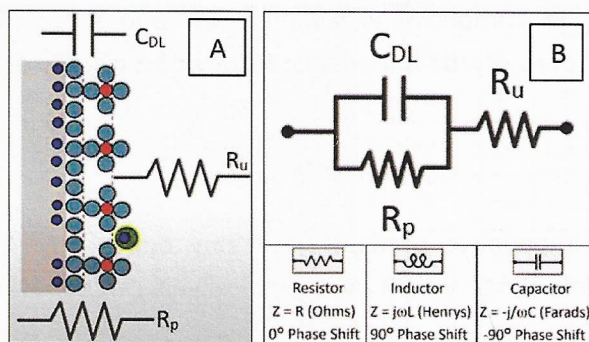
$$X_C = \frac{-j}{j\omega C} [\Omega] \quad (17)$$

$$\omega = 2\pi f \quad [\text{rads}^{-1}] \quad (18)$$

kde: ω = úhlová frekvence, f = frekvence, C = kapacita, L = indukčnost



Obrázek 69 Zobrazení elektrické impedance [22]



Obrázek 70 A) Model pro impedanční charakteristiku B) elektrický model [44]

Na obrázku 70 je zobrazen model a zjednodušené schéma elektrického obvodu pro zjišťování impedanční charakteristiky. Na obrázku 70A je ilustrativně zobrazeno difúzní rozhraní, kde C_{DL} znázorňuje pomyslný kondenzátor tvořený vadami v difúzním rozhraní (například póry), R_p je elektrický odpor kladen průchodu elektronů difúzním rozhraním a R_u představuje elektrický odpor difúzního rozhraní (například jednotlivé materiálové fáze u heterogenních spojů). [16], [22], [38], [43], [44], [45], [V5], [V7]

Elektrická rezistivita

Elektrická rezistivita ρ (také nazývaná specifický elektrický odpor nebo objemový odpor) je vlastnost materiálu, která udává, jak silně odolává elektrickému proudu. Elektrický odpor (R) daného materiálu je úměrný délce vodiče (l), ale nepřímo úměrný jeho ploše průřezu (A). [44]

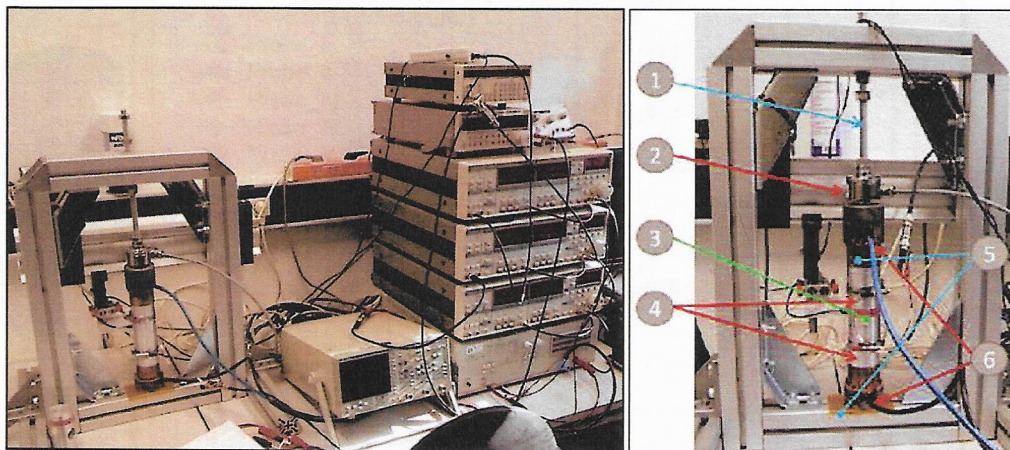
$$\rho = R \frac{l}{A} [\Omega \cdot m] \quad (19)$$

Popis měřícího zařízení

Elektrické vlastnosti druhé sady svařených vzorků materiálu EN AW AlMg3 (EN AW-5754) byly změřeny pomocí laboratorního zkušebního zařízení pro měření elektrické rezistivity a impedance. Jako referenční vzorek byl vybrán plný válec z totožné slitiny AlMg3 (EN AW-5754) jako svažené vzorky. Tento válec měl průměr 50 mm a byl vysoký 100 mm, takže reprezentoval teoretický vzorek s plným („dokonalým“) difúzním spojem bez vad a deformace.

V případě dobře provedeného spoje by se měla hodnota impedance a elektrické rezistivity blížit hodnotě plného materiálu, protože spoj by se měl jevit jako plný materiál. Naopak pokud difúzní spoj obsahuje na svém rozhraní vady nebo nečistoty, měly by všechny tyto poruchy spoje způsobit vyšší hodnotu elektrické rezistivity

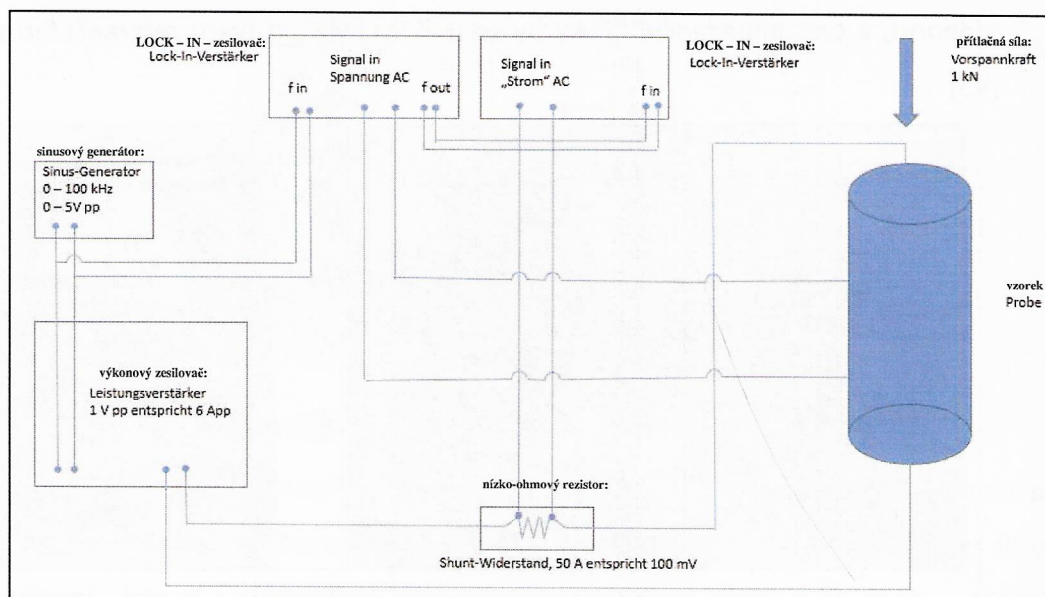
(odporu), a tvar impedanční křivky by se měl vychýlit od tvaru referenčního vzorku.
[V5]



*Obrázek 71 Měřicí stanice pro měření elektrické rezistivity
1- přítlačný šroub, 2 – snímač tlaku, 3 – vzorek,
4 – měřicí kontakty, 5 - izolace, 6 – přívod energie*

Obrázek 71 zachycuje měřicí stanici sestavenou pro měření elektrické rezistivity a zjištění elektrické impedance spojených vzorků. Bod 1 označuje šroub, který zajišťuje přítlačnou sílu 1 kN, aby byl zaručen kontakt mezi elektrickým přenašečem (bod 2) a měřeným vzorkem (bod 3). Na vzorek byly upevněny kabely snímačů, které jsou připevněny ke vzorku pomocí objímek (bod4). Přívod elektrické energie zajišťují kabely označeny číslem 6 a elektrickou izolaci vzorku od konstrukce zajišťuje izolace označena číslem 5.

Elektrické schéma zapojení měřicí stanice je zobrazeno na obrázku 72.



Obrázek 72 Elektrické schéma zapojení měřící stanice

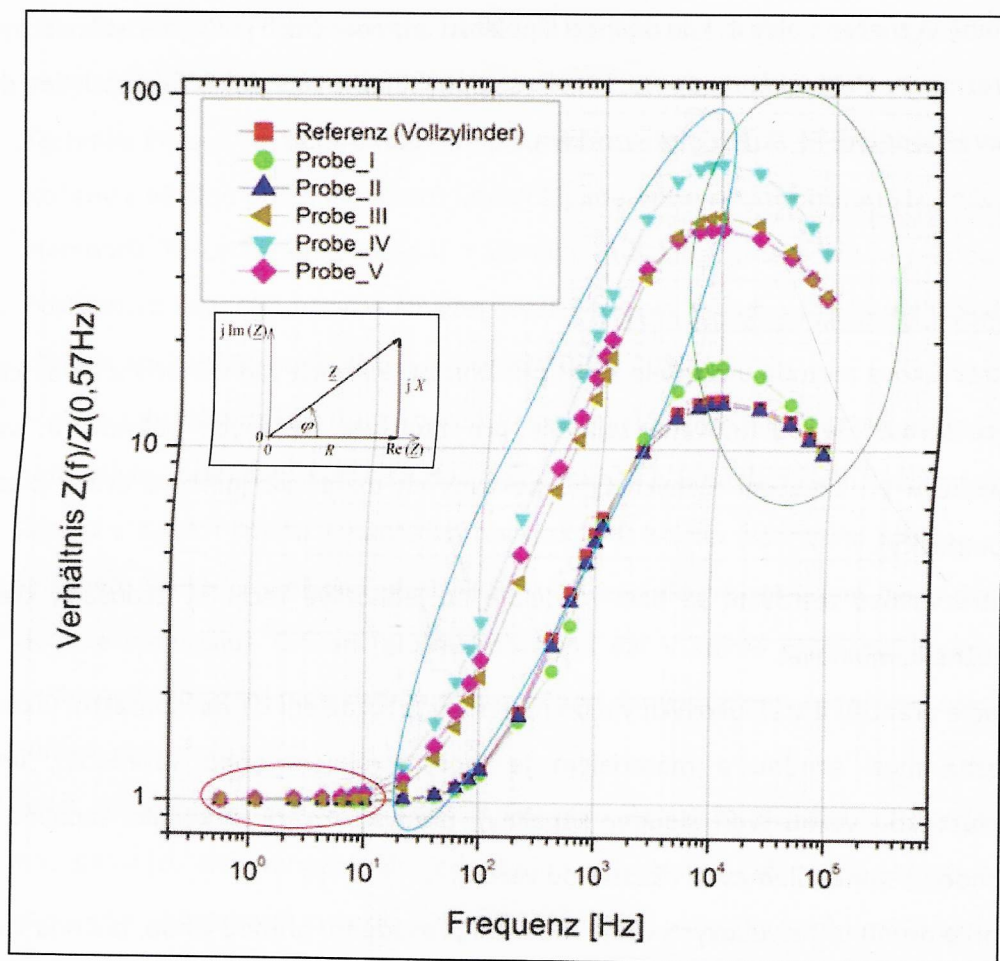
Změřené hodnoty elektrické rezistivity jsou zobrazeny v tabulce 10. Hodnoty impedance jsou zobrazeny pomocí křivek na obrázku 73.

Elektrická rezistivita

Tabulka 10 Naměřená elektrická rezistivita při stejnosměrném proudu

Označení vzorků:	$[\mu\Omega \text{ mm}^2/\text{mm}]$
I	204,581
II	282,357
III	208,951
IV	252,131
V	206,988
Referenční vzorek	259,402

Elektrický odpor naměřený na referenčním vzorku dosahoval druhé nejvyšší hodnoty po vzorku II. Nejnižší hodnota elektrické rezistivity byla naměřena u vzorku I, nízké hodnoty byly naměřeny i na vzorcích III a V. [V5], [V7]



Obrázek 73 Impedanční křivky pro jednotlivé vzorky
 Osa Y – hodnota podílu $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$; Osa X – frekvence [Hz]; Probe I-V = Vzorek I-V

Na měřicí stanici byly změřeny hodnoty pro elektrický odpor (R) a pro veličiny jX (kapacitance a induktance). Z těchto hodnot byla vypočítaná elektrická impedance (Z), která byla podělena impedancí $Z(0,57\text{Hz})$. Tím při měření byla použita bezrozměrná veličina $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$. Hodnota $Z(f=0,57\text{ Hz})$ byla vybrána operátorem provádějícím měření na základě zkušeností s předešlým měřením hliníkových slitin, tak aby byl zanedbatelný vliv samotného měřícího obvodu a hodnoty impedančních křivek v grafu (obrázek 73) byly lépe porovnatelné.[43] [44] [45] [47]

Na obrázku 73 jsou zachyceny impedanční charakteristiky jednotlivých vzorků. Červeně označená oblast je frekvence do 10 Hz, kde je především vidět vliv elektrického odporu (reálné složky impedance). Modře označené pole je frekvence od 87 Hz do 10 000 Hz, kde vstupuje do měření již imaginární složka impedance, a to zejména kapacitance (X_c).

Zeleně vyznačená oblast, kde dochází k poklesu impedančních charakteristik, zachycuje výrazný vliv elektrického odporu, ačkoliv se pohybujeme ve vysoké frekvenci. Zde došlo pravděpodobně ke zkratu mezi vzorkem a měřící elektrodou.

5.2.5 Ultrazvuková defektoskopie

Princip ultrazvukové zkoušky (UT)

Ultrazvuková metoda umožňuje zjistit přítomnost vnitřních vad materiálu a povrchové necelistvosti. Je uplatňovaná zejména pro zkoušení tvářených polotovarů, svarů, odlitků a při zkoušení různých typů nekovových materiálů (některé druhy plastů a kompozity).

Ultrazvukové testování se dále rozděluje na jednotlivé techniky zkoušení, které je možné kombinovat.

Podle přenosu ultrazvukových vln do materiálu je rozdělení UT na: kontaktní (akustická vazba mezi sondou a materiálem je tvořena olejem nebo vazelínou), imersní (akustickou vazbu tvoří sloupec kapaliny), předvstříkovací (cirkulující kapalina mezi sondou a materiálem tvoří akustickou vazbu).

Podle druhu ultrazvukových vln je zkoušení prováděno: přímou vlnou, příčnou vlnou a povrchovou vlnou. [106],[107]

Dále způsob vysílání a přijímání ultrazvukových vln a signálů rozděluje zkoušku na: impulzně odrazovou, průchodovou, TOFD (Time of Flight Diffraction) a Phased Array. [51], [52]

Impulsně odrazová technika zkoušení je založena na vysílání a zpětném přijímání ultrazvukových vln ve zkoušeném materiálu. Citlivost této metody je závislá na frekvenci, typu ultrazvukové vlny, velikosti piezoelektrického snímače sondy a dále na parametrech zkoušeného materiálu (rychlost šíření ultrazvuku v materiálu, tloušťka stěny, akustický útlum a stav povrchu). Tato metoda využívá způsob zobrazení A-Scan, který je zobrazen na obrázcích 74 až 78. [52] Tato metoda byla použita v druhém experimentu v kapitole 5.2.5.

Technika TOFD umožňuje detekovat necelistvosti rovinného charakteru, které jsou zejména kolmé ke zkoušenému povrchu. Zkoušení touto technikou se provádí dvěma sondami (jedna sonda vysílá a druhá přijímá UT signál). Předností této metody je vysoká citlivost na rovinné necelistvosti, především na trhliny kolmé ke zkoušenému

povrchu. [51], [52] Tato metoda vzhledem k její povaze a geometrii zkušebních vzorků nebyla použita v rámci disertační práce.

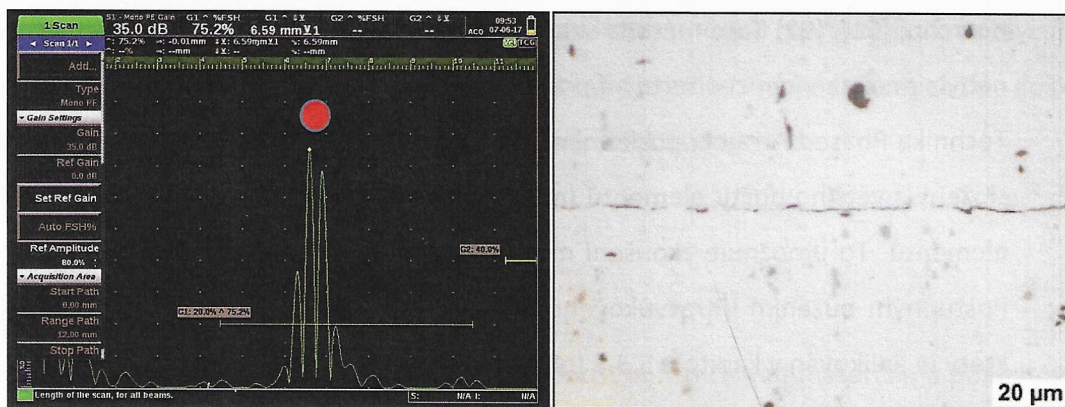
Technika Phased Array je posledním pokrokem ve vývoji UT. Sondy Phased Array jsou složeny z většího počtu elementů (měničů), kde odborná literatura [51] udává 16-128 elementů. To umožňuje zkoušení materiálu v několika úhlech pouze jednou sondou. Postupným buzením ultrazvukového svazku lze bez pohybu sondy realizovat B-Scan, který je aplikován v kapitole 5.3.5 (obrázky 99 až 103).

Možná zobrazení při aplikaci Phased Array umožňují vyšší schopnost zachycení vad s nepříznivou orientací, která se dělí následovně: A-Scan (základní lineární zobrazení signálu v daném směru – například obrázek 74), B-Scan (zobrazení průřezu v daném délkovém úseku – například obrázek 99), C-Scan (plošné zobrazení dat v definované hloubce materiálu), D-Scan (plošné zobrazení dat v kolmé ploše na sondu), S-Scan (sektorové zobrazení mezi dvěma rovinami pod daným úhlem – například obrázek 104 s úhlem rozevření $\pm 30^\circ$).

Řídící jednotka ultrazvukové metody Phased Array zpracovává odrazy (echa) od materiálových nehomogenit do jednotného echogramu (záznamu), který je možné hodnotit v zobrazeních typu A, B, C a D [51]. Řídící jednotky také umožňují zobrazení typu S-Scan (sectorial, sektorové zobrazení). Tento S-Scan byl aplikován v kapitole 5.3.5 (obrázky 104-106).

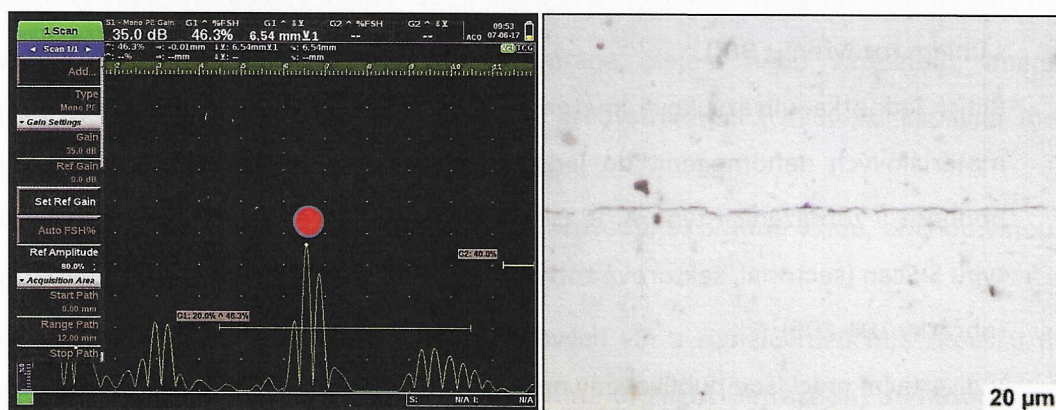
V disertační práci jsou publikovány následující ultrazvukové zobrazení: A-Scan, B-Scan a jejich duální zobrazení a dále S-Scan.[V6-V7] V rámci experimentů bylo vyzkoušeno i zobrazení C-Scan, ale interpretace výsledků nebyla vhodná vzhledem k tvaru a velikosti zkušebních vzorků. Tato zobrazení (C-Scan i D-Scan) jsou vhodné pro inspekci plošných materiálů, protože jsou řízeny pomocí krokoměru nebo časovým úsekem, což tvar vzorků použitých v této disertační práci neumožňuje. [51] [52] [81-85].

Pomocí ultrazvukového digitálního defektoskopu Sonatest Prisma a sondy RDT 2550 s pracovní frekvencí 5 MHz, která měla průměr 6,3 mm, bylo provedeno vyšetření difúzních spojů v druhém experimentu. Vzorky byly upraveny na výšku přibližně 15 mm podle případné deformace po difúzním procesu. Detekované akustické rozhraní difúzního spoje je označeno červeným kolečkem v echogramu a hodnotou intenzity registrace defektu v procentech z vyslaného akustického signálu. [V6]



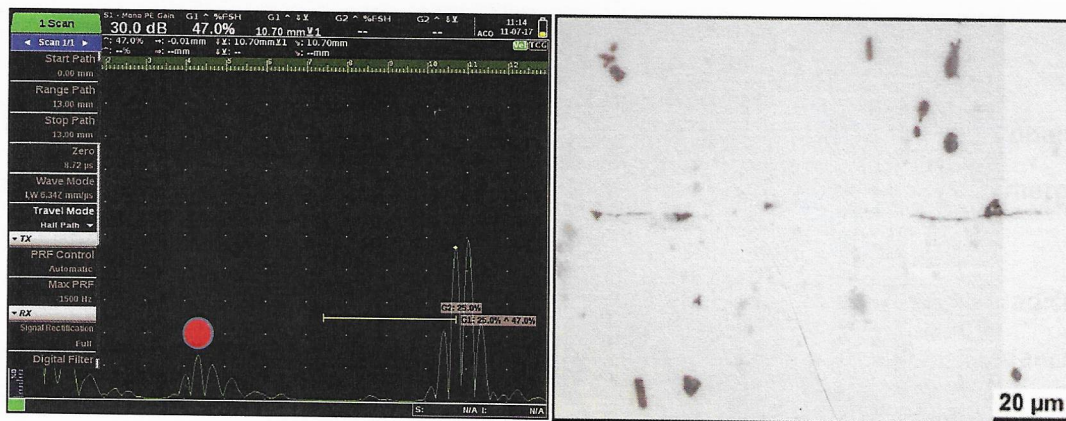
Obrázek 74 Echogram vzorku I

Na echogramu pro vzorek I je viditelné echo o intenzitě 75,2 % (čím menší je intenzita echa indikace, tím menší je pravděpodobnost rozměruvady)s registrací v hloubce vzorku 6,59 mm, což je akustické rozhraní způsobené difúzním rozhraním. [V6]



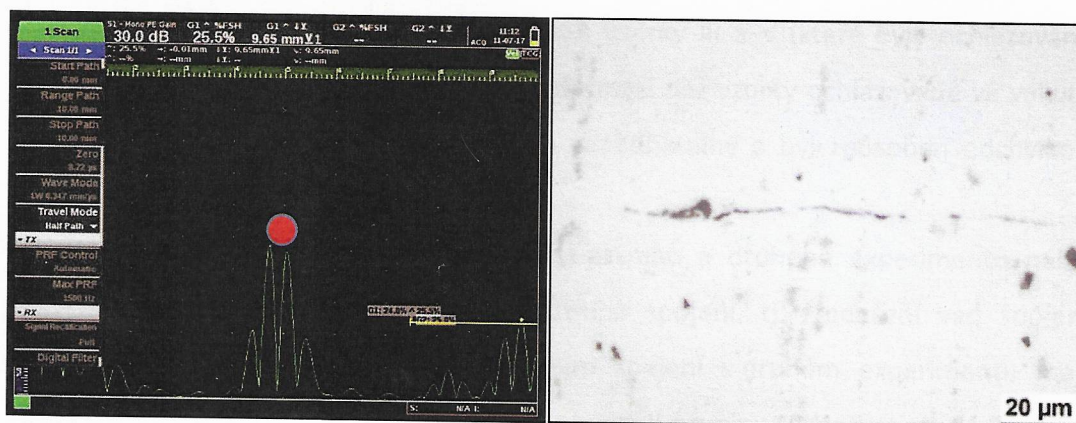
Obrázek 75 Echogram vzorku II

V oblasti difúzního spoje vzorku II v hloubce 6,54 mm bylo detekováno akustické rozhraní o intenzitě 46,3 %. [V6]



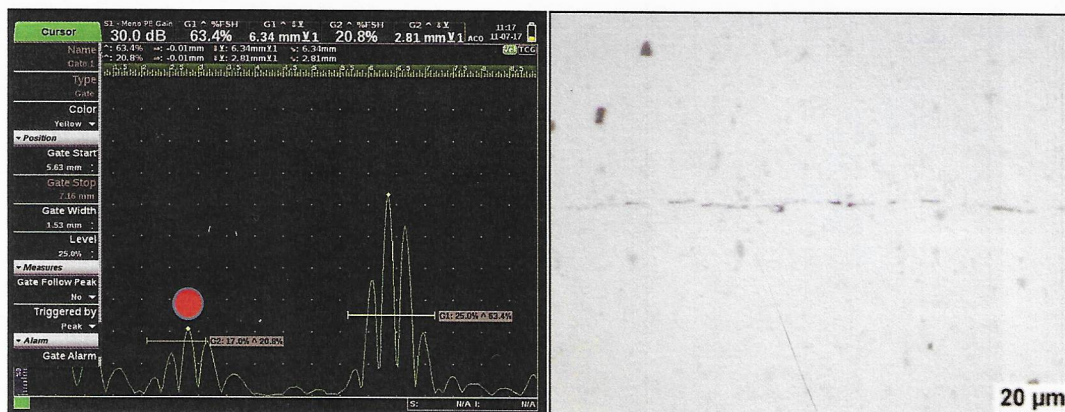
Obrázek 76 Echogram vzorku III

V oblasti difúzního spoje vzorku III v hloubce 5,35 mm bylo detekováno akustické rozhraní o intenzitě 14 %. Při porovnání s metalografickým výbrusem vzorku III je pozorovatelné přerušované plné difúzní spojení na rozhraní materiálů. [V6]



Obrázek 77 Echogram vzorku IV

V oblasti difúzního spoje vzorku IV v hloubce 5,35 mm bylo detekováno akustické rozhraní o intenzitě 48,5 %. Při porovnání s metalografickým výbrusem vzorku IV je pozorovatelné částečné plné difúzní rozhraní místně narušeno většími vadami. [V6]



Obrázek 78 Echogram vzorku V

V oblasti difúzního spoje vzorku V ve vzdálenosti od povrchu 2,8 mm bylo detekováno akustické rozhraní o intenzitě 20,8 %. Při porovnání s metalografickým výbrusem vzorku V je pozorovatelné difúzní rozhraní narušené nelineárními vadami o průměrné délce 5 µm. [V6]

5.2.6 Vyhodnocení druhého experimentu

Cílem druhého experimentu bylo difúzně spojit vzorky, které budou podrobeny nedestruktivnímu testování, aby byla ověřena vhodnost vybraných testovacích metod pro tento způsob spojování materiálů.

Byly vybrány dvě metody NDT, a to konvenční *ultrazvuková zkouška* a méně tradiční nekonvenční *měření elektrické rezistivity* spojených částí doplněné impedanční charakteristikou.

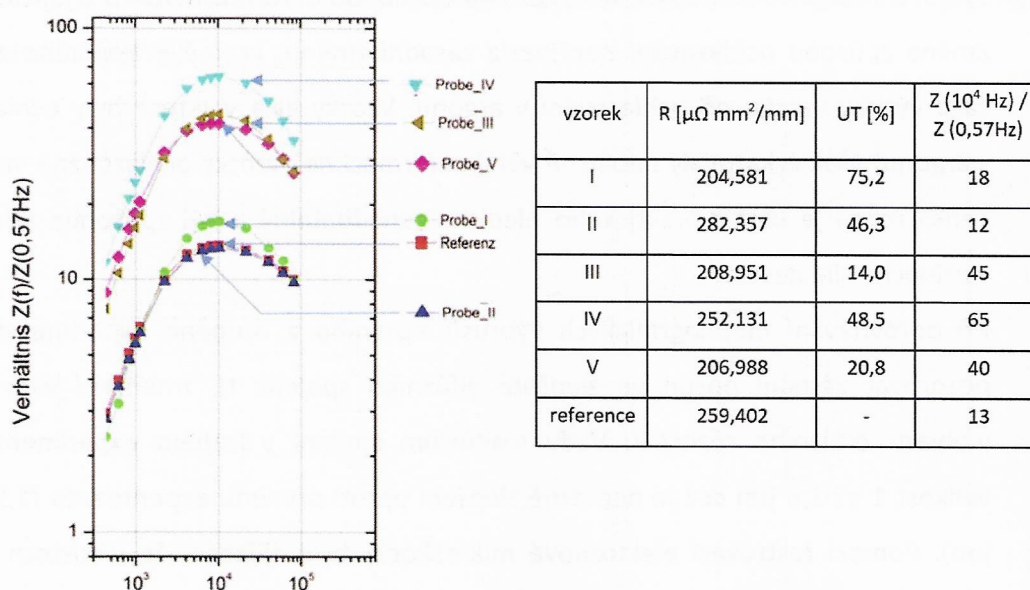
V této části bylo svařeno 5 vzorků označených I až V, které byly difúzně spojeny na základě zkušeností získaných v prvním experimentu.

Zároveň bylo ověřováno, zda existuje vliv způsobu ochlazování vzorků na konci procesu svařování (argon nebo volně ve vakuu) na výslednou deformaci vzorků a jejich kvalitu. Změna způsobu ochlazování nepřinesla zásadní změnu, kromě praktického zkrácení času výroby vzorku při ochlazování v argonu. Vzorky III a V (které byly ochlazovány v argonu) však vykazovaly nepatrně větší deformaci než vzorky ochlazované ve vakuu. Tento rozdíl je však z praktického hlediska zanedbatelný a byl způsoben odchylkou v přítlačné síle desek.

Při porovnávání metalografických výbrusů z prvního a druhého experimentu nelze pozorovat zásadní posun ve zlepšení difúzního spojení, tj. zmenšení vad spojení v oblasti difúzního rozhraní. Vady v difúzním spojení v druhém experimentu mají velikost 1 až 1,8 μm což je nepatrné zlepšení oproti prvnímu experimentu (1,5 až 2,1 μm). Pomocí rastrovací elektronové mikroskopie bylo zjištěno, že v místech vad se vyskytují oxidy hliníku a hořčíku. Podle metody plošné analýzy je v těchto oblastech vyšší zastoupení oxidů hořčíku.

Při měření elektrické rezistivity svařovaných vzorků bylo zjištěno, že nejnižší hodnotu elektrické rezistivity má vzorek I, jehož metalografický výbrus odhaluje opravdu nižší výskyt vad (oxidů) a jejich velikost v difúzním spoji. Naopak vzorek IV, který měl nejvyšší hodnotu elektrické rezistivity, obsahuje ve svém difúzním rozhraní široký pás nespojitostí v porovnání s ostatními vzorky. Z porovnávání byl vyřazen referenční vzorek, jehož hodnota elektrické rezistivity je nejvyšší a nekoresponduje s hodnotami ostatních vzorků (podrobnější vysvětlení je uvedeno v kapitole 5.3.7).

Impedanční křivky spojených vzorků mají téměř identický průběh. Do 10 Hz jsou křivky lineárního charakteru. U vzorků I, II a referenčního vzorku dosahují impedanční křivky nižších hodnot oproti ostatním vzorkům IV, III a V. Při srovnání vzorku I, který by z pohledu elektrické rezistivity mohl být považován za nejlépe spojený, je jeho křivka tvarem i hodnotami velice blízká křivce referenčního vzorku. Avšak referenční vzorek naopak dosahuje nejvyšší hodnoty elektrické rezistivity. V případě, že by referenční vzorek byl difúzně spojený, měl by být považován v tomto kontextu za nejhůře spojený. Porovnání dat získaných v druhém experimentu je na obrázku 79, kde v levé části je výřez z grafu impedančních křivek (obrázek 73) a v pravé části je tabulka s hodnotami elektrické rezistivity, intenzitou registrace echa difúzního rozhraní a maximální dosaženou hodnotou podílu $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$.



Obrázek 79 Porovnání impedančních charakteristik vzorků I-V s UT
 Osa Y – hodnota podílu $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$; Osa X – frekvence [Hz]; Probe I-V = Vzorek I-V

Za pomoci mobilního ultrazvukového defektoskopu bylo provedeno zkoumání kvality difúzního spoje, které bylo porovnáno s metalografickým výbrusem ultrazvukově testovaného vzorku. Pokud bylo echo od difúzního rozhraní vyšší intenzity, byla nalezena spojitost s větší tloušťkou vad v difúzním rozhraní. Pokud linie vad byla narušena difúzí nebo vady v rozhraní byly menší, echo od difúzního rozhraní nabývalo nižší intenzity registrace. Na základě experimentu se tato metoda nedestruktivního zkoušení jeví jako vhodná pro difúzní spoje, a proto bude dále prověřena

v následujícím experimentu. Výsledky z druhého experimentu jsou publikovány v článku [V6].

5.3 Třetí experiment

5.3.1 Popis procesní části třetího experimentu

Pro třetí experiment byla použita stejná slitina hliníku AlMg3 (EN AW-5754), jako v předchozích experimentech s tím rozdílem, že byly svařovány současně 3 vzorky v jednom pracovním cyklu.

Celkově bylo spojeno 15 vzorků (pět sad po třech vzorcích, kde jednotlivé sady vzorků byly označeny S1 až S5).

U části vzorků S3, S4 a S5 bylo použito řízené ochlazení v ochranném plynu argonu, což značně zkrátilo celkovou dobu chlazení i celkového procesu spojování. Vzorky sad S1 a S2 byly chlazeny volně ve vakuu.

Kontaktní plochy byly připraveny a ošetřeny před difúzním procesem stejným způsobem jako v předchozích experimentech.

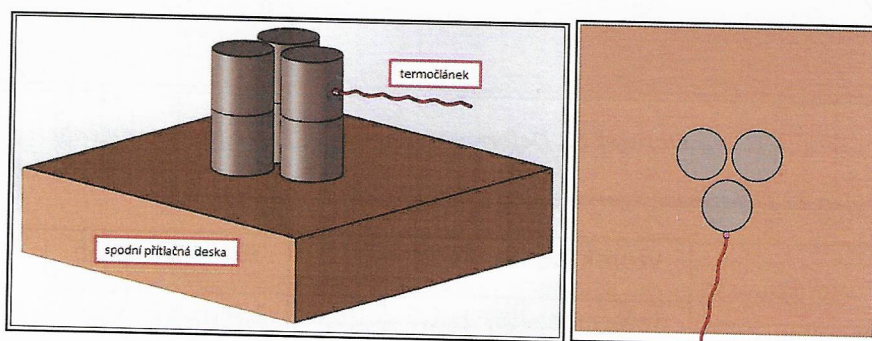
Každá sada tří vzorků byla umístěna tak, aby byl tlak rovnoměrně rozložený (viz obr. 80).

Aby byla omezena deformace vzorků v tomto experimentu, přikročilo se k co nejpřesnějšímu odečtu teploty přímo ze středu vzorku. Do jednoho vzorku ve spojované sadě byl proto vyvrtán otvor o hloubce 25 mm, který sloužil pro vložení termočlátku. Samotný termočlánek byl vložen do tenkostěnné ocelové trubičky, aby byl chráněn před případnou deformací vzorku. Tento způsob odečtu teploty vedl ke zlepšení řízení difúzního procesu, zejména délky ohřevu, a také k tomu, aby požadovaná teplota v programu odpovídala i reálné teplotě svařování.

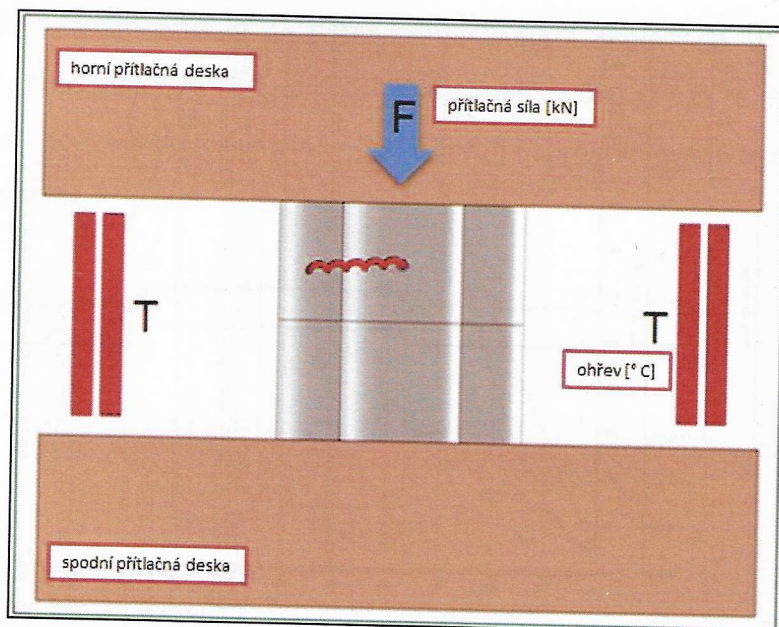
Nejvíce deformovaná byla sada vzorků S2, která měla průměrnou deformaci 23,3 % z původní výšky vzorků, kde došlo ke kombinaci vyšší teploty procesu svařování 500 °C a přitlačné síly 30 kN. Při zachování teploty difúze 500 °C a přitlačné síly 9 kN byla deformace u sady S1 pouze 1,5 %. U sady S3 byla deformace 1,5 % při kombinaci teploty difúze 500 °C a přitlačné síly 12 kN. U sad S4 a S5 byla zvolena totožná teplota difúze i přitlačné síly a to tedy 350 °C a 30 kN, ale byla změněna doba difúzního procesu. Výsledná deformace pro sady vzorků S4 a S5 je prakticky totožná. Optimalizace parametrů spojování ve třetím experimentu byla provedena s cílem snížit deformaci difúzních spojů.

Tabulka 11 Hlavní parametry difúzního svařování a deformace pro třetí experiment

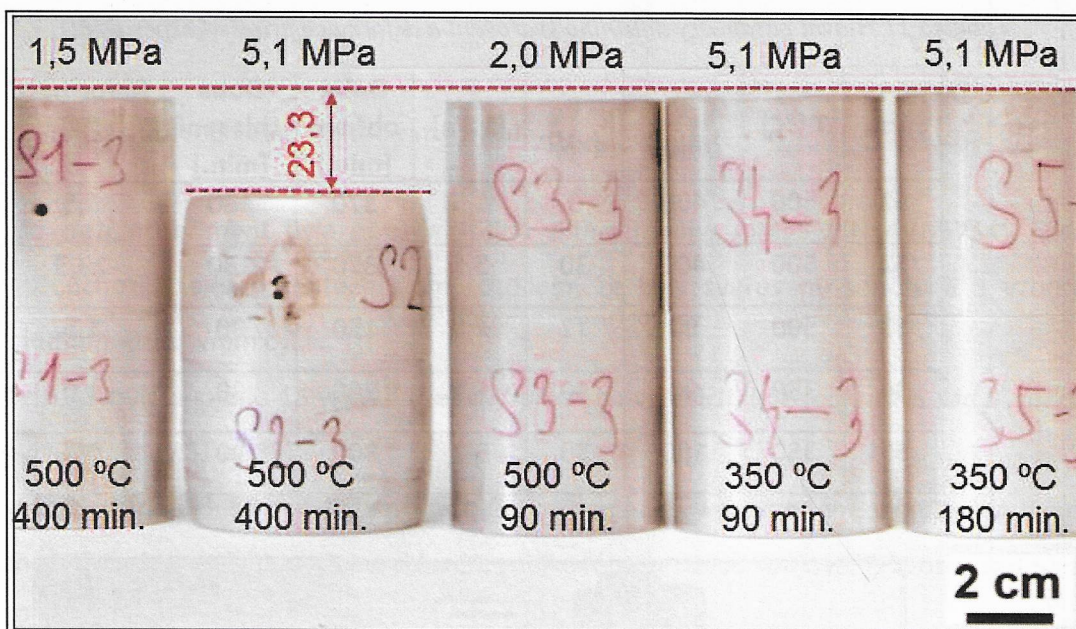
Série	T [°C]	t [min.]	F [kN]	P [MPa]	Doba ohřevu [min.]	Doba chlazení [min.]	Deformace [%]
S1	500	400	9	1,5	370	180	1,5
S2	500	400	30	5,1	370	180	23,3
S3	500	90	12	2,0	150	90	1,5
S4	350	90	30	5,1	300	90	1,0
S5	350	180	30	5,1	300	90	0,7



Obrázek 80 Rozmístění vzorků AlMg3 (EN AW-5754) v komoře při třetím experimentu



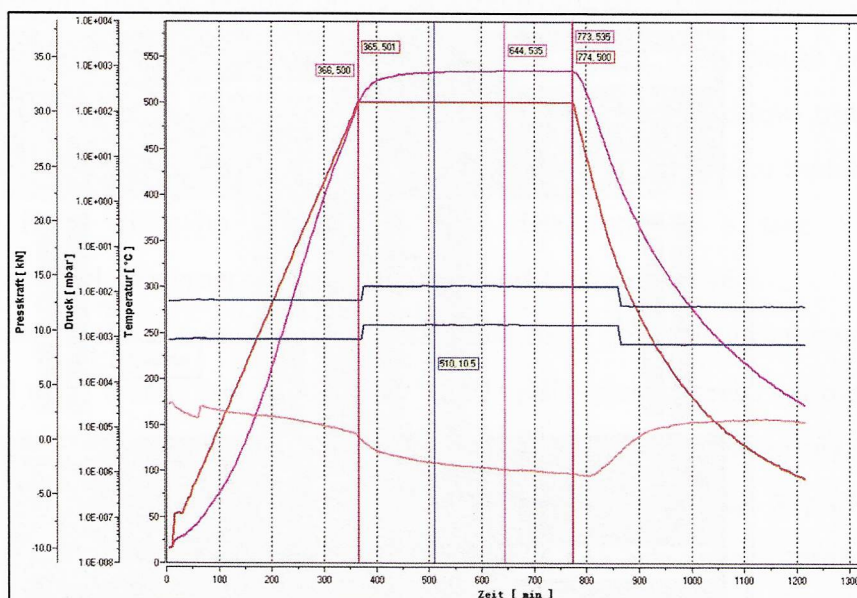
Obrázek 81 Rozmístění vzorků AlMg3 (EN AW-5754) v komoře při třetím experimentu; F – přítlačná síla [kN]; T – teplota/ohřev [°C]



Obrázek 82 Deformace vzorků[%] ve třetím experimentu

Tabulka 12 Deformace vzorků z třetího experimentu

vzorek (série)	S1	S2	S3	S4	S5
deformace [%]	1,5	23,3	1,5	1,0	0,7



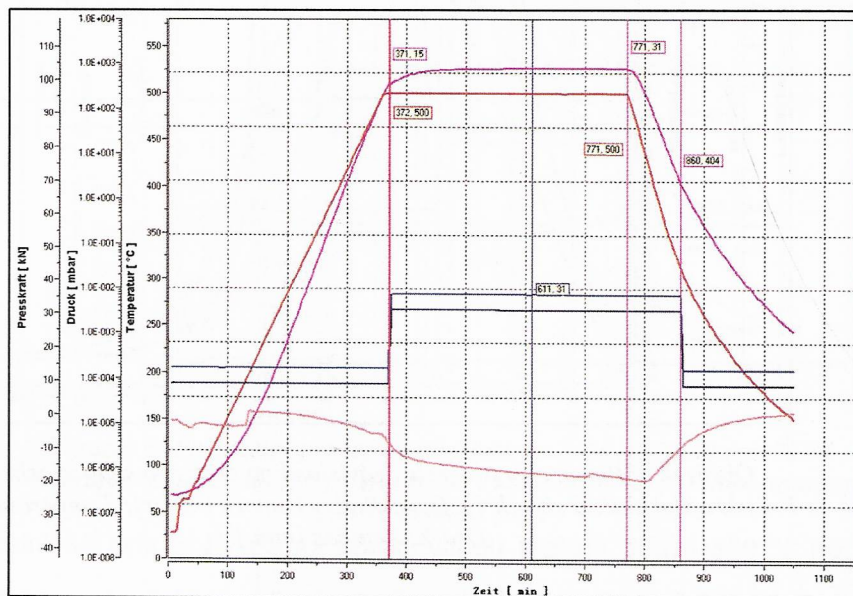
Obrázek 83 Parametry procesu v závislosti na čase pro sadu vzorků S1

Osa Y: Presskraft/přítlačná síla [kN]; Druck/tlak v komoře [mbar]; Temperatur/teplota [°C]

Osa X: Zeit/čas [min.]

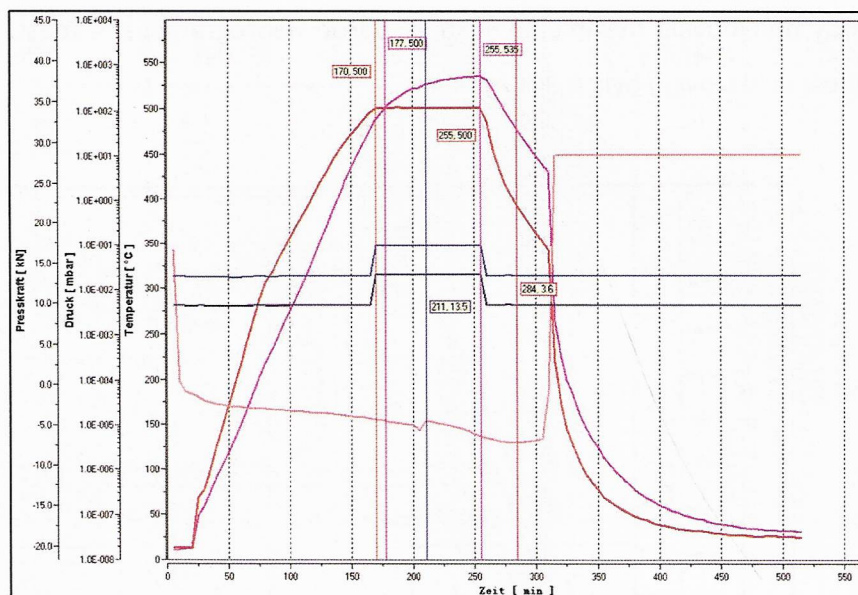
Sada vzorků S1 byla ohřívána na požadovanou teplotu difúze 500 °C po dobu 366 minut. Doba spojování byla 408 minut při teplotě 500 až 535 °C. Reálná teplota v peci

se tedy pohybovala maximálně + 35 °C oproti naprogramované (nastavené) teplotě. Rychlost ochlazování byla 1,3 °C/min.



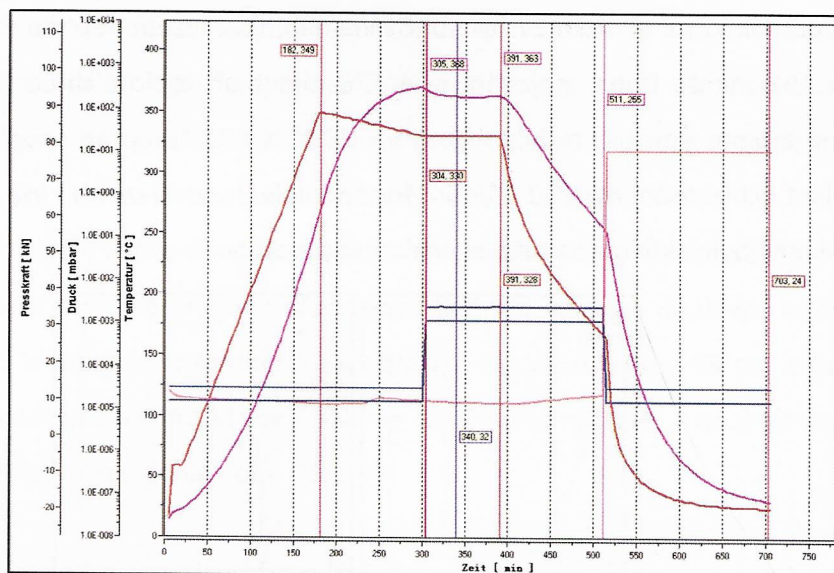
Obrázek 84 Parametry procesu v závislosti na čase pro sadu vzorků S2
 Osa Y: Presskraft/přítláčná síla [kN]; Druck/tlak v komoře [mbar]; Temperatur/teplota [°C]
 Osa X: Zeit/čas [min.]

Sada vzorků S2 byla ohřívána na požadovanou teplotu difúze 500 °C po dobu 372 minut. Doba spojování byla 400 minut při teplotě difúze 500 až 525 °C. Reálná teplota v peci se tedy pohybovala maximálně + 25 °C oproti naprogramované teplotě. Rychlost ochlazování byla 1,3 °C/min.



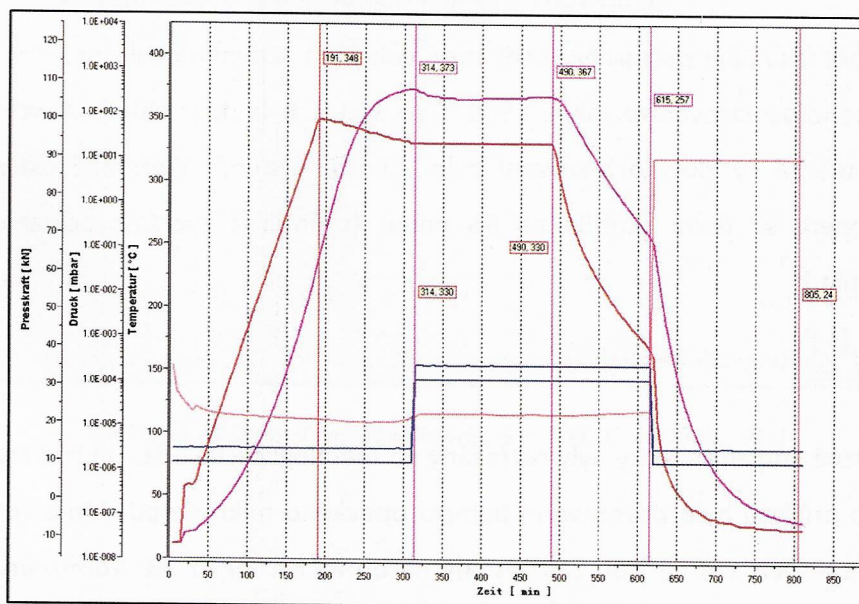
Obrázek 85 Parametry procesu v závislosti na čase pro sadu vzorků S3
 Osa Y: Presskraft/přítláčná síla [kN]; Druck/tlak v komoře [mbar]; Temperatur/teplota [°C]
 Osa X: Zeit/čas [min.]

Sada vzorků S3 byla ohřívána na požadovanou teplotu difúze 500 °C po dobu 170 minut. Doba spojování byla 85 minut při teplotě difúze 500 až 525 °C. Reálná teplota v peci se tedy pohybovala maximálně + 25 °C oproti naprogramované teplotě. Rychlost ochlazování byla 1,1 °C/min. formou volného ochlazování (až na teplotu 450°C) a následně bylo aktivováno aktivní ochlazování pomocí argonu.



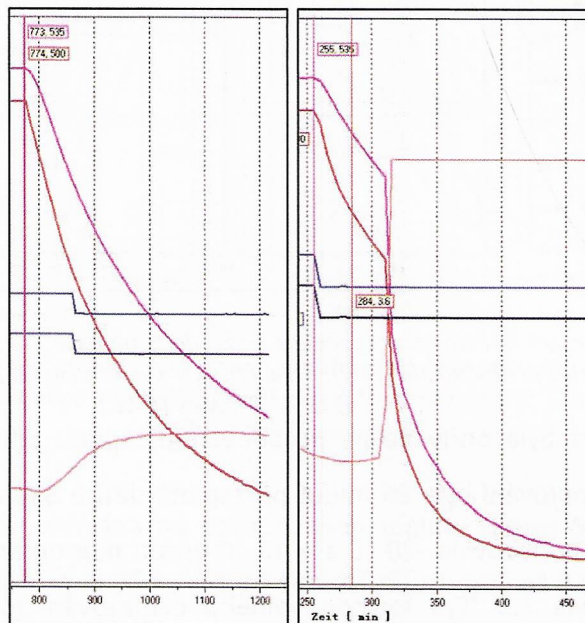
Obrázek 86 Parametry procesu v závislosti na čase pro sadu vzorků S4
 Osa Y: Presskraft/přítláčná síla [kN]; Druck/tlak v komoře [mbar]; Temperatur/teplota [°C]
 Osa X: Zeit/čas [min.]

Sada vzorků S4 byla ohřívána na požadovanou teplotu difúze 350 °C po dobu 182 minut. Doba spojování byla 86 minut při teplotě difúze 330 až 368 °C. Reálná teplota v peci se tedy pohybovala -20 °C a + 18 °C oproti naprogramované teplotě. Rychlost ochlazování byla 1,1 °C/s formou volného ochlazování (až na teplotu 257 °C) a následně bylo aktivováno aktivní ochlazování pomocí argonu.



Obrázek 87 Parametry procesu v závislosti na čase pro sadu vzorků S5
 Osa Y: Presskraft/přítláčná síla [kN]; Druck/tlak v komoře [mbar]; Temperatur/teplota [°C]
 Osa X: Zeit/čas [min.]

Sada vzorků S5 na obrázku 87 byla ohřívána na požadovanou teplotu difúze 350 °C po dobu 191 minut. Doba spojování byla 176 minut při teplotě difúze 330 až 373 °C. Reálná teplota v peci se tedy pohybovala -20 °C a + 23 °C oproti programové teplotě. Rychlost ochlazování byla 1,1 °C/min. formou volného ochlazování (na teplotu 257 °C) a následně bylo aktivováno aktivní ochlazování pomocí argonu.



Obrázek 88 Porovnání volného a aktivního ochlazování

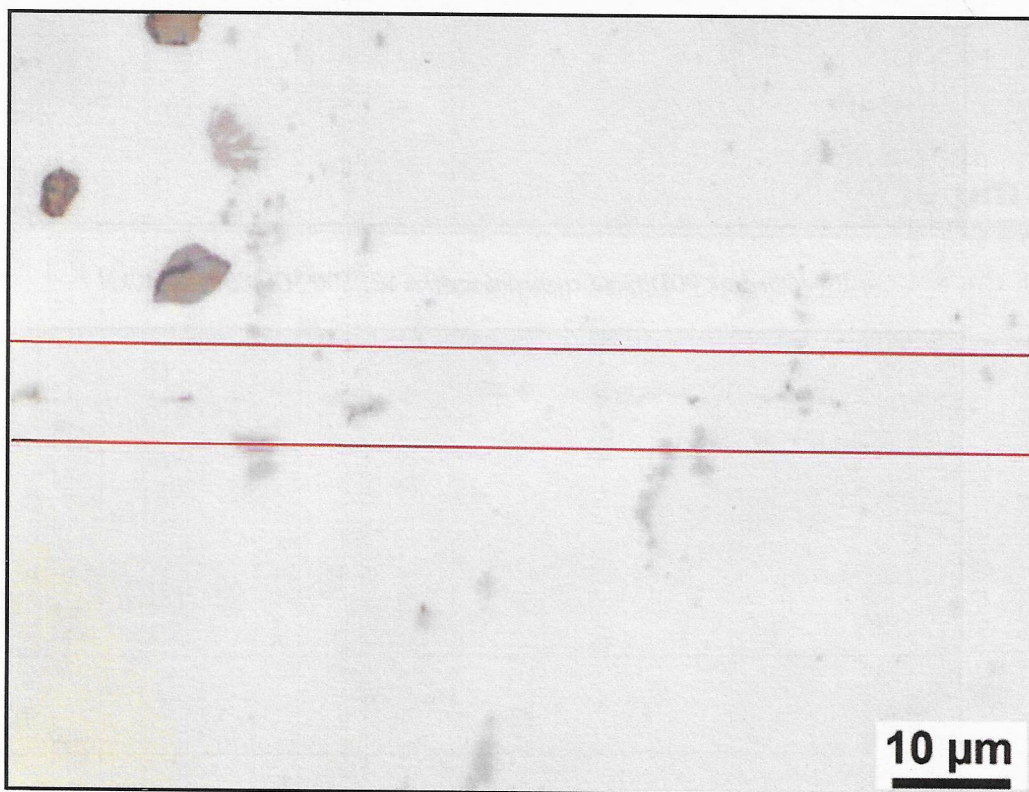
Na obrázku 88 je znázorněn rozdíl mezi volným a aktivním ochlazováním, kde v případě volného ochlazování vakuu z 500 °C na 100 °C byla doba chladnutí vzorků 425 minut (průměrná rychlost ochlazování byla 1,1-1,3 °C/min.). V případě aktivního chlazení argonem se doba zkrátila na 95 minut (průměrná rychlost ochlazování byla 4,2 °C/min.).

5.3.2 Metalografická analýza

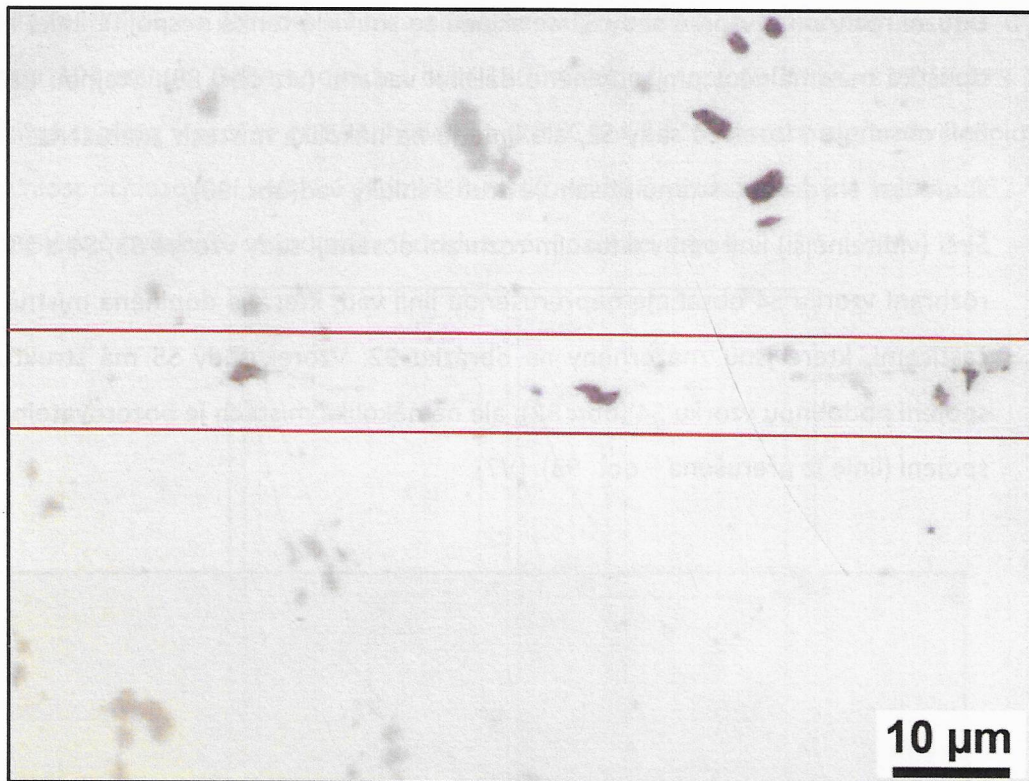
Difúzně spojené vzorky byly rozřezány na metalografické pile. Difúzní rozhraní v celém jeho průřezu bylo pozorováno pomocí optického mikroskopu. Metalografické snímky jednotlivých vzorků jsou znázorněny na obrázcích 89 až 93. V difúzním rozhraní jsou viditelné vady, které se nachází vždy uprostřed snímku (ohraničeno červenými čarami), skládající se z tmavé vrstvy a částic o velikosti 0,5-1,8 μm.

Difúzní rozhraní u vzorků sady S1 se skládá ze souvislé tenké nespojitě linie, která má tloušťku maximálně 1 μm , doplněné dalšími vadami (viz obr. 89). Stejnou nespojitou linii obsahuje vzorek ze sady S2, ale linie je na několika místech „narušena“ difúzním spojením. Na druhou stranu obsahuje hrubší shluky vad (obr. 90).

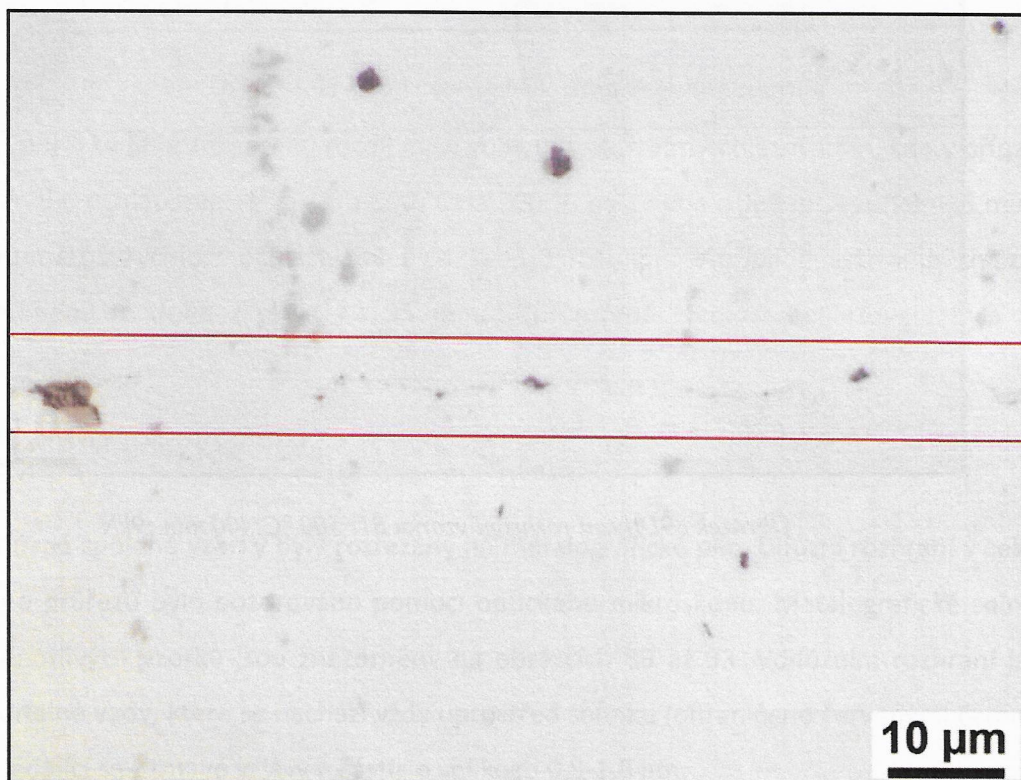
Širší (viditelnější) linii vad v difúzním rozhraní obsahují sady vzorků S3, S4 a S5. Difúzní rozhraní vzorku S4 obsahuje nepřerušovanou linii vad, která je doplněna místně většími částicemi, které jsou znázorněny na obrázku 92. Vzorek sady S5 má strukturu linie spojení podobnou vzorku S4 (obr. 92), ale na několika místech je pozorovatelné difúzní spojení (linie je přerušena – obr. 93). [V7]



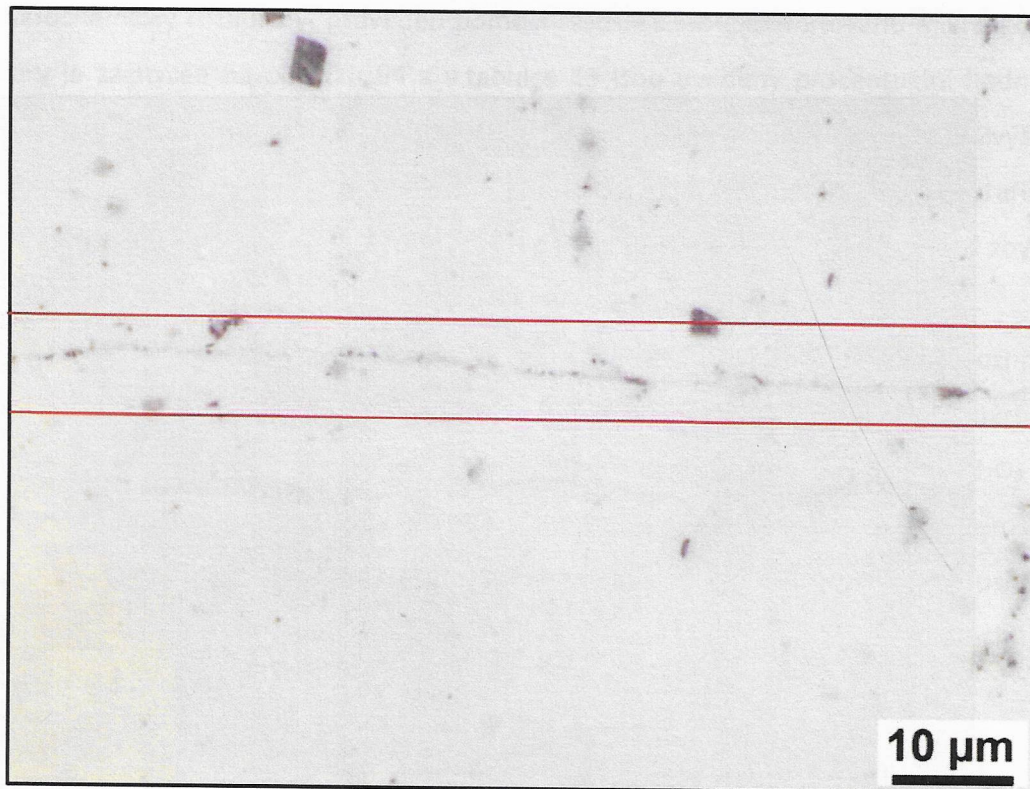
Obrázek 89 Difúzní rozhraní vzorku S1: 500 °C; 400 min.; 9kN



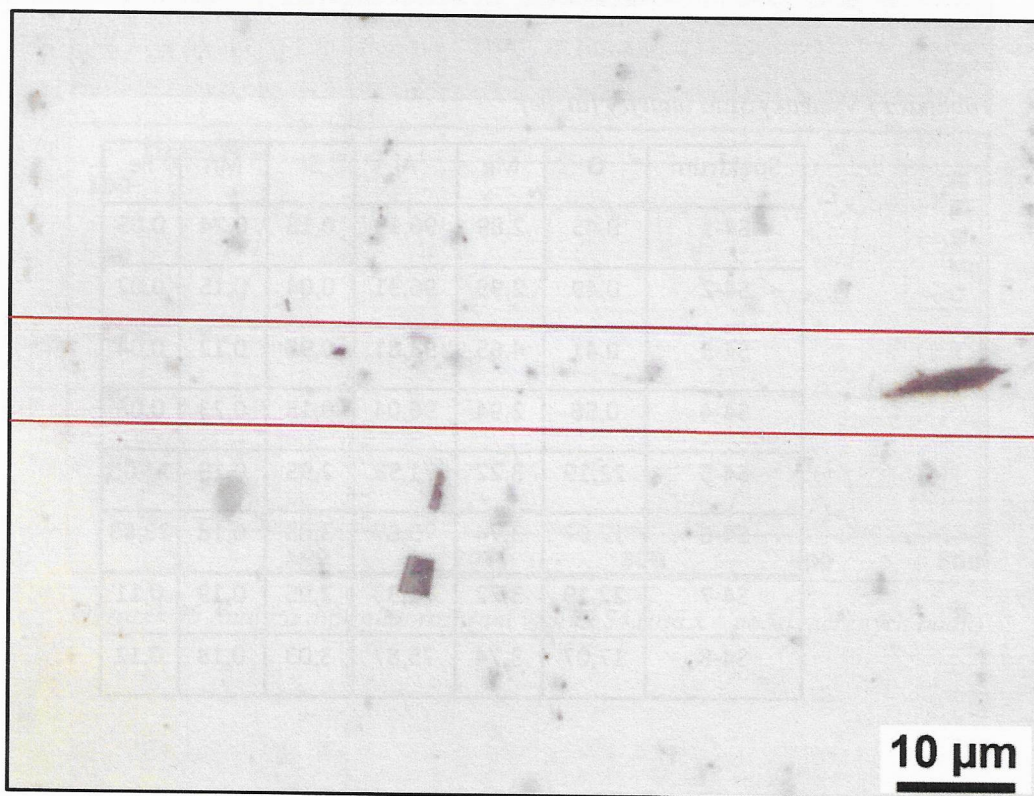
Obrázek 90 Difúzní rozhraní vzorku S2: 500 °C; 400 min.; 30 kN



Obrázek 91 Difúzní rozhraní vzorku S3: 500 °C; 90 min.; 12 kN

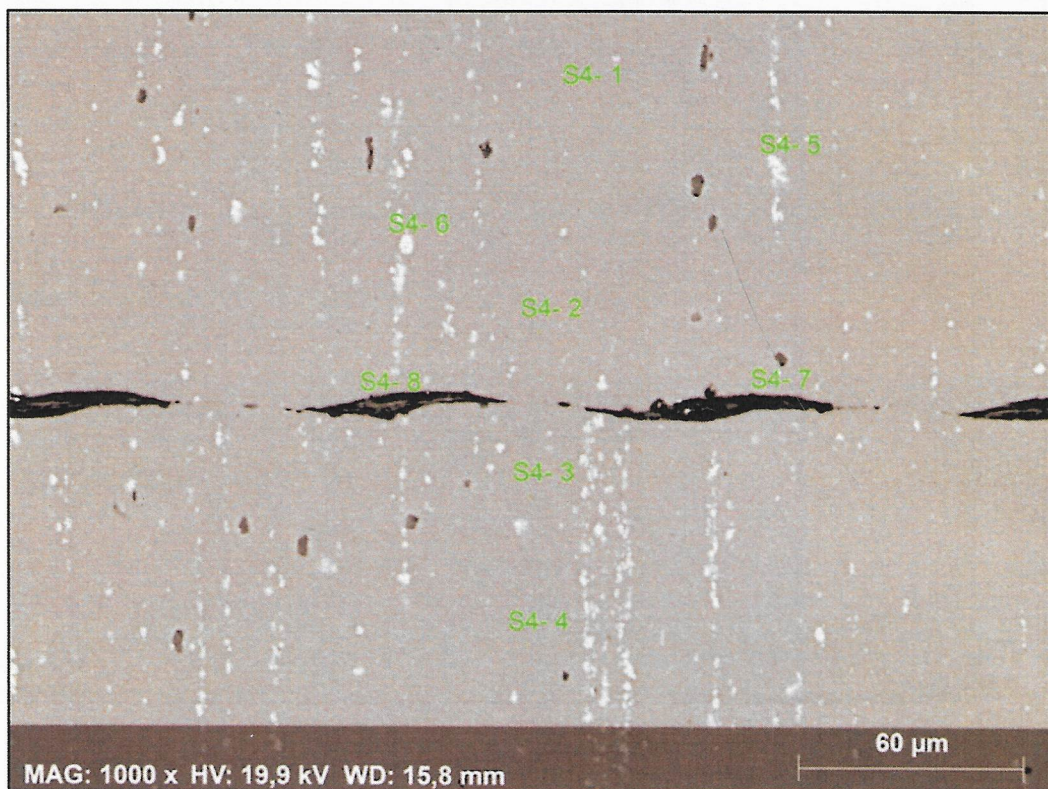


Obrázek 92 Difúzní rozhraní vzorku S4: 350 °C; 90 min.; 30kN



Obrázek 93 Difúzní rozhraní vzorku S5: 350 °C; 180 min.; 30kN

5.3.3 Rastrovací elektronový mikroskop



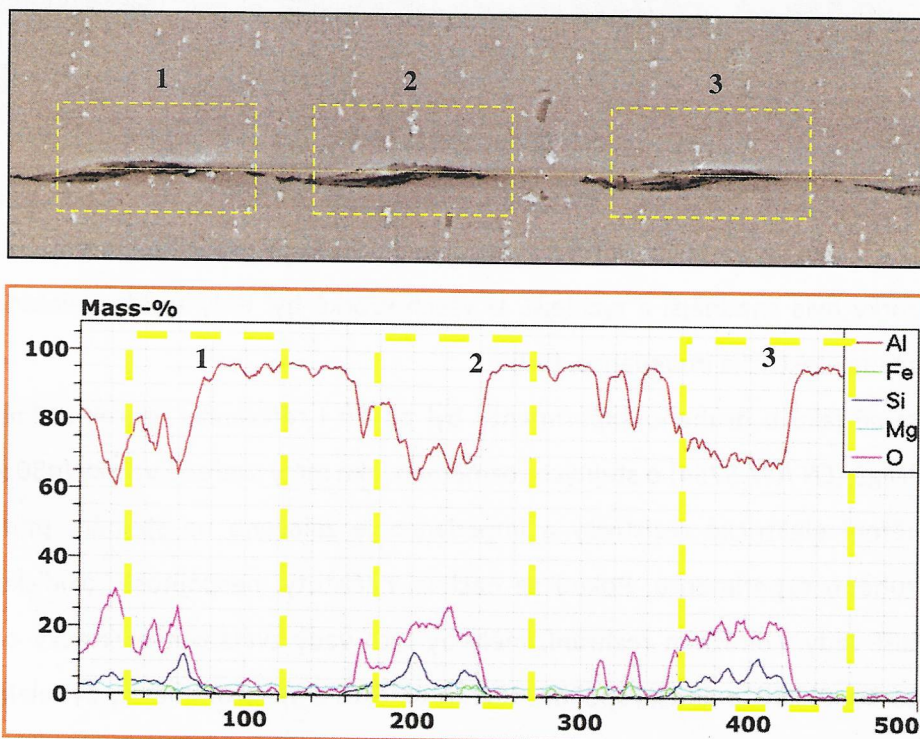
Obrázek 94SEM analýza vzorků ve třetím experimentu (vzorek S4)

Tabulka 13 Výsledky SEM analýzy [at. %]

Spektrum	O	Mg	Al	Si	Mn	Fe
S4-1	0,45	2,89	96,19	0,18	0,24	0,05
S4-2	0,49	2,99	96,31	0,04	0,15	0,02
S4-3	0,41	4,65	93,81	0,98	0,12	0,04
S4-4	0,56	2,94	96,04	0,15	0,23	0,08
S4-5	22,19	3,22	71,33	2,95	0,19	14,09
S4-6	17,07	3,74	75,87	3,03	0,18	23,83
S4-7	22,19	3,22	71,33	2,95	0,19	0,11
S4-8	17,07	3,74	75,87	3,03	0,18	0,12

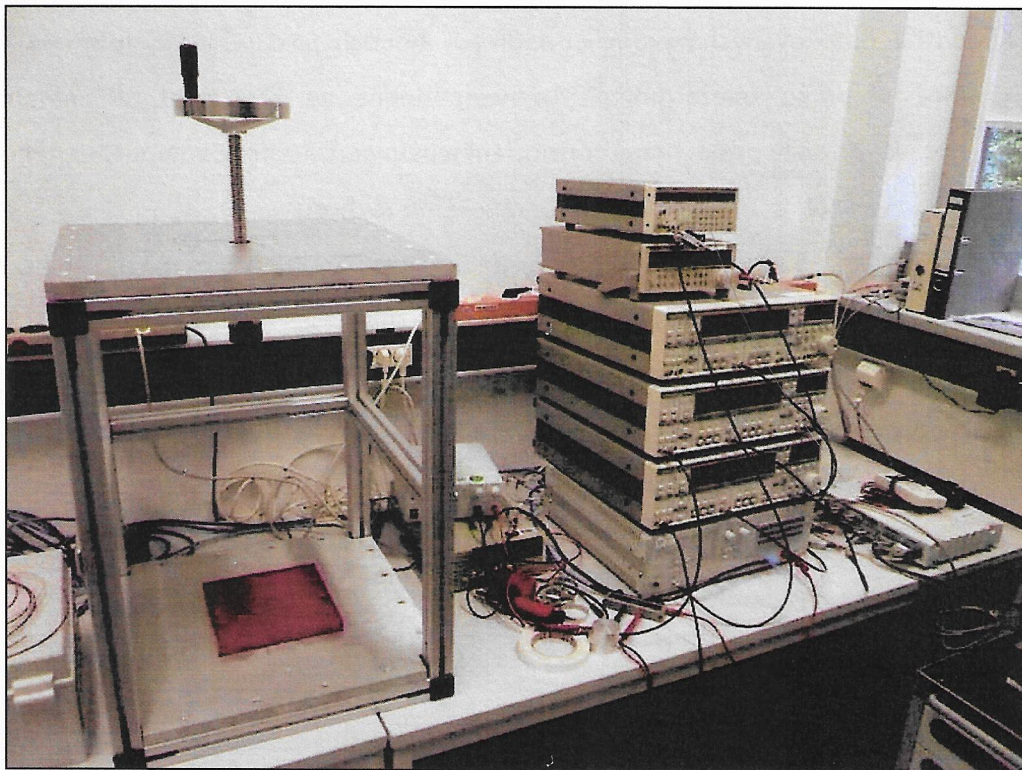
Mikrochemický rozbor byl proveden pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu, který je zachycen na obrázku 94 a v tabulce 13 jsou uvedeny procentuální hodnoty obsahu detekovaných prvků v jednotlivých bodech S4-1 až S4-8 (obr. 94). Zvýšení množství prvku železa pochází pravděpodobně ze znečištění při metalografické přípravě, protože pro ochranu termočlánku bylo použito ocelové pouzdro, jehož zbytky zůstaly ve vzorku určeném k metalografickému rozboru.

Na obrázku 95 je zachycena liniová analýza spektrálního složení difúzního rozhraní vzorku S4, který ukazuje, že v oblasti černých míst dochází k poklesu hliníku a nárůstu kyslíku. Tento jev lze vysvětlit tak, že v těchto místech dochází ke tvorbě Al_2O_3 na stykových plochách difúzního spoje, který zamezuje průběhu difúze a tím přerušuje difúzní spojení obou spojovaných částí. Zvýšený výskyt křemíku pochází z brusného kotouče, taktéž z přípravy metalografického řezu, který ulpívá v otvorech po vybroušeném Al_2O_3 .



Obrázek 95 Analýza difúzního rozhraní vzorku S4 (osa x – počet měřených bodů)

5.3.4 Měření elektrických vlastností difúzních spojů sady vzorků S1 až S5



Obrázek 96 Měřicí stanice elektrické rezistivity – modifikace

Pro třetí experiment byl přestaven upínací přípravek měřicího systému, aby práce se vzorky byla snadnější a rychlejší. U všech vzorků byl tedy změřen elektrický odpor a určena elektrická impedance. [V7]

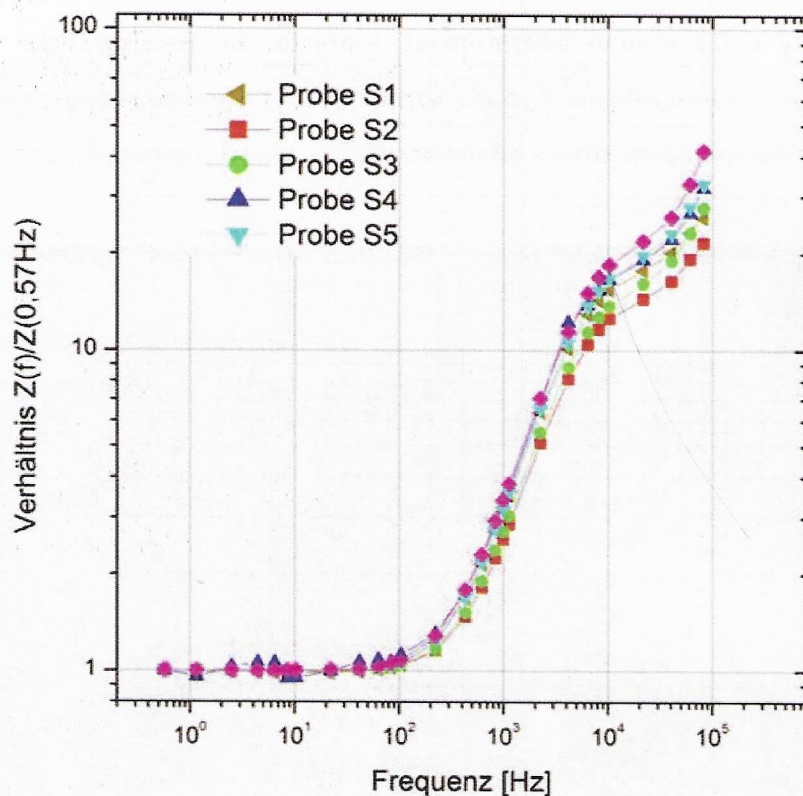
Stejně jako u druhého experimentu byl použit i referenční vzorek z plné tyče slitiny AlMg3 (EN AW-5754) o stejných rozměrech jako měly svařené vzorky ($\varnothing 50 \times 100$ mm). Měření elektrické rezistivity a impedance je založeno na stejném principu jako u druhého experimentu. Pokud se nachází nečistoty, nespojitosti, oxidické vměstky a další vady v difúzním rozhraní, měly by tyto vady zvětšovat elektrický odpor celého vzorku. Pokud je difúzní spoj bez těchto defektů a nečistot, měl by být elektrický odpor srovnatelný s elektrickým odporem plného materiálu (referenční vzorek – R), který je zobrazen na grafu 97 i mezi impedančními křivkami na obrázku 98.

Nejnižší hodnotu elektrické rezistivity má vzorek S2, což je v souladu s metalografickým výbrusem, který ukazuje, že difúzní spojení u vzorku S2 proběhlo nejlépe ze všech vzorků (ale s výraznou deformací). Linie vad u vzorku S2 je v difúzním rozhraní narušována plně proběhlou difúzí, což snižuje přechodový elektrický odpor. Elektrická

rezistivita (odpor) ostatních vzorků se pohybují mezi 242 až 257 $\mu\Omega\text{mm}$. Takto těsné hodnoty nelze snadno interpretovat, i přesto, že metalografické výbrusy ukazují rozdílnou kvalitu difúzních spojů. Vzorek S5 má opravdu jednu z nejširších linií vad v difúzním spoji a elektrický odpor dosahuje nejvyšší hodnoty v porovnání s ostatními vzorky. [V5], [V7]



Obrázek 97 Graf elektrické rezistivity při stejnosměrném proudu



Obrázek 98 Graf impedančních křivek vzorků S1-S5
 Osa Y – hodnota podílu $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$; Osa X – frekvence [Hz]; Probe S1-S5 = Vzorek S1-S5;
 fialová křivka je referenční vzorek

5.3.5 Ultrazvuková defektoskopie

Duální metoda A-Scan a B-Scan

Další hodnocení kvality difúzních spojů bylo provedeno pomocí ultrazvukového defektoskopu Olympus Epoch 1000i. Měření probíhalo metodou Phased Array za pomoci přímé sondy 5L16-A10 s pracovní frekvencí 5 MHz. Pro posouzení kvality difúzního spojení bylo provedeno prozařování zkušebních vzorků pomocí techniky lineárního skenování hloubkového profilu vzorku metodou B-Scanu (Phased Array Linear Scan). Touto technikou je možné z jedné neměnné polohy sondy zjišťovat vnitřní stav difúzních ploch, což bylo v případě charakteru a geometrie použitých vzorků optimální variantou.[79], [80]

Na snímcích 99 až 103 jsou zachyceny ultrazvukové záznamy jednotlivých difúzně spojených vzorků. Měření probíhalo v duálním režimu obsahujícím A-scan a B-scan.

Horní část snímku znázorňuje A-Scan, který sloužil pro kontrolu správnosti nastavení přístroje a dolní část snímku obsahuje lineární B-Scan.

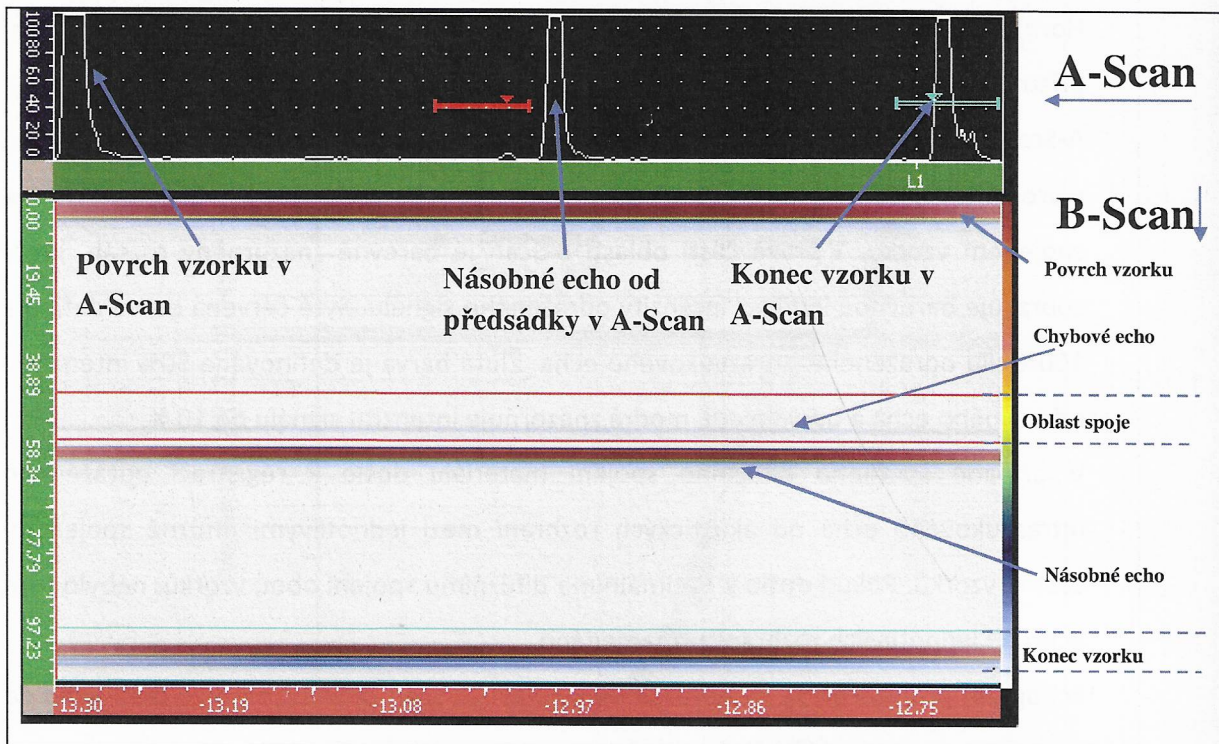
A-Scan obsahuje v levé části snímku stupnici na ose Y určující sílu zpětného signálu v procentech. Osa Y pro B – Scan znázorňuje hloubku registrace chybového echa ve spojeném vzorku. V pravé části oblasti B-Scan je barevně znázorněný rozsah, který zobrazuje barevnou indikaci intenzity odraženého signálu. Sytě červená barva definuje 100% sílu odraženého ultrazvukového echa. Žlutá barva je definována 50% intenzitou odraženého echa a barva bledě modrá znázorňuje intenzitu signálu do 10 %.

V případě špatného difúzního spojení materiálu došlo k registraci odraženého ultrazvukového echa od akustických rozhraní mezi jednotlivými difúzně spojenými částmi vzorků. Pokud došlo k optimálnímu difúznímu spojení obou vzorků, nebylo toto echo od jednotlivých rozhraní zaznamenáno.

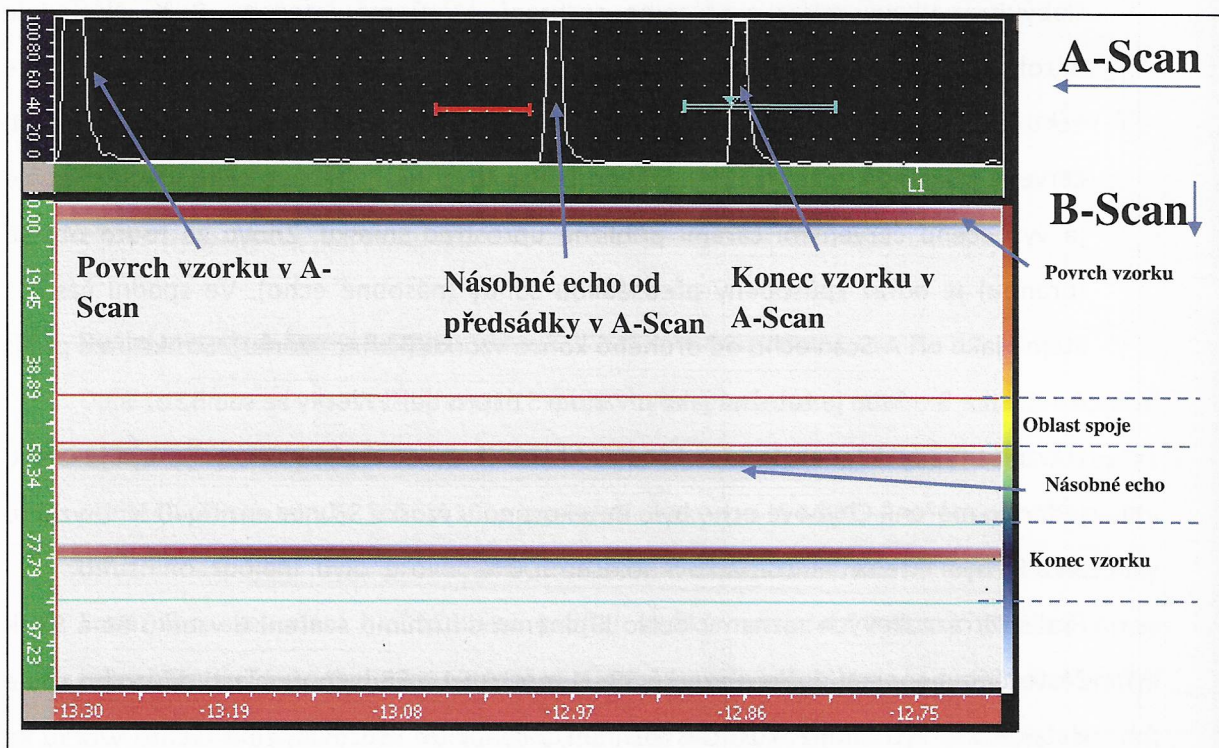
Echogram pro vzorek S1 na obrázku 99 v oblasti A-Scan zachycuje v levé části echo od povrchu. Červenou úsečkou je vyznačeno místo spoje, kde je zaznamenán slabý ultrazvukový odraz z difúzního rozhraní, který má intenzitu 8 %. Následuje násobné echo způsobené předsádkou sondy. V pravé části echogramu A – Scanu je echo způsobené registrací druhého konce vzorku. V oblasti B-Scanu je v horní části červené pole, kde je zobrazen signál od povrchu vzorku. Chybové echo v oblasti spoje je vyznačeno červenými čarami přibližně uprostřed snímku. Znovu za touto oblastí (branou) je odraz způsobený předsádkou sondy (násobné echo). Ve spodní části je stejně jako při A-Scan echo od druhého konce vzorku (konec vzorku). Struktura a popis A – Scan a B – Scan je totožná jako u vzorku S1 i pro další vzorky ze sad S2 až S5.

U vzorku sady S2 nebylo detekováno chybové echo v místě difúzního spoje ani u jednoho měření. Chybové echo bylo detekováno u vzorku S3 v intenzitě 40 %. U vzorků S4 a S5 byla intenzita ultrazvukového echa 100 %.

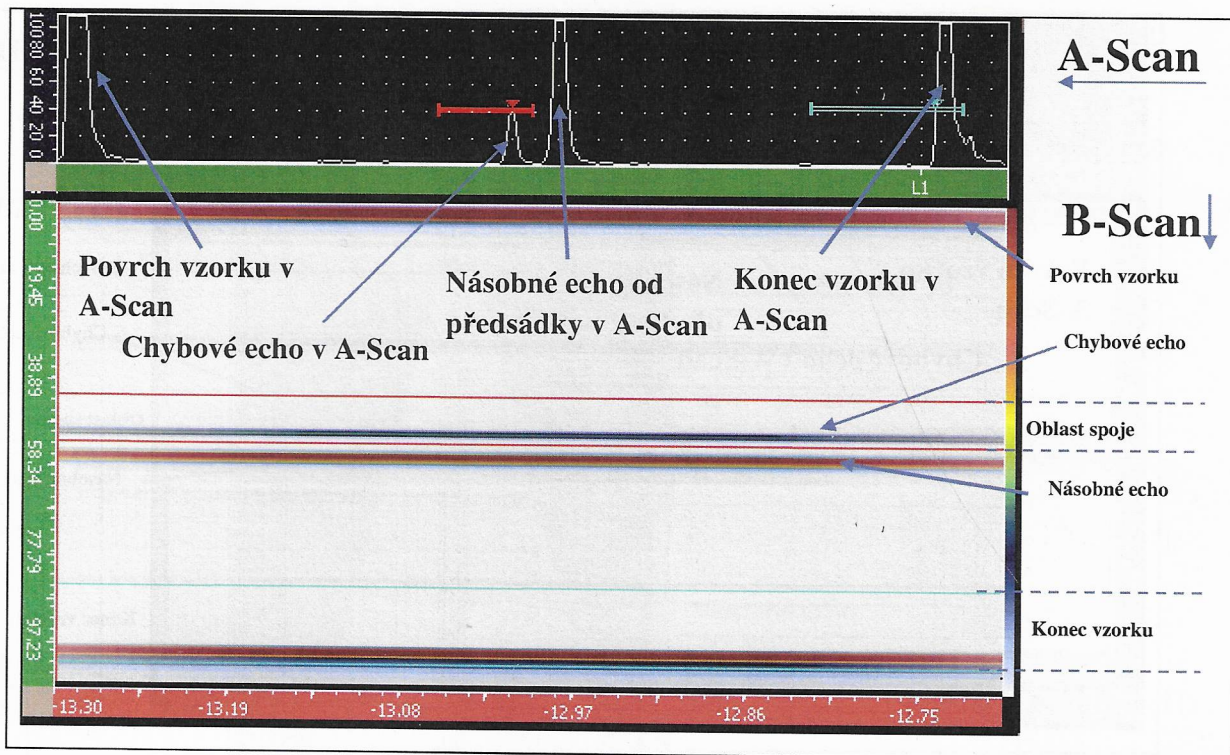
Podle ultrazvukových záznamů došlo k plnému difúznímu svaření u vzorků S1 a S2. K částečnému spojení došlo u vzorků S3. U vzorků S4 a S5 bylo v oblasti difúzního spoje detekováno významné akustické rozhraní, z čehož lze usuzovat, že u těchto vzorků ke spojení v žádané kvalitě nedošlo. [V7]



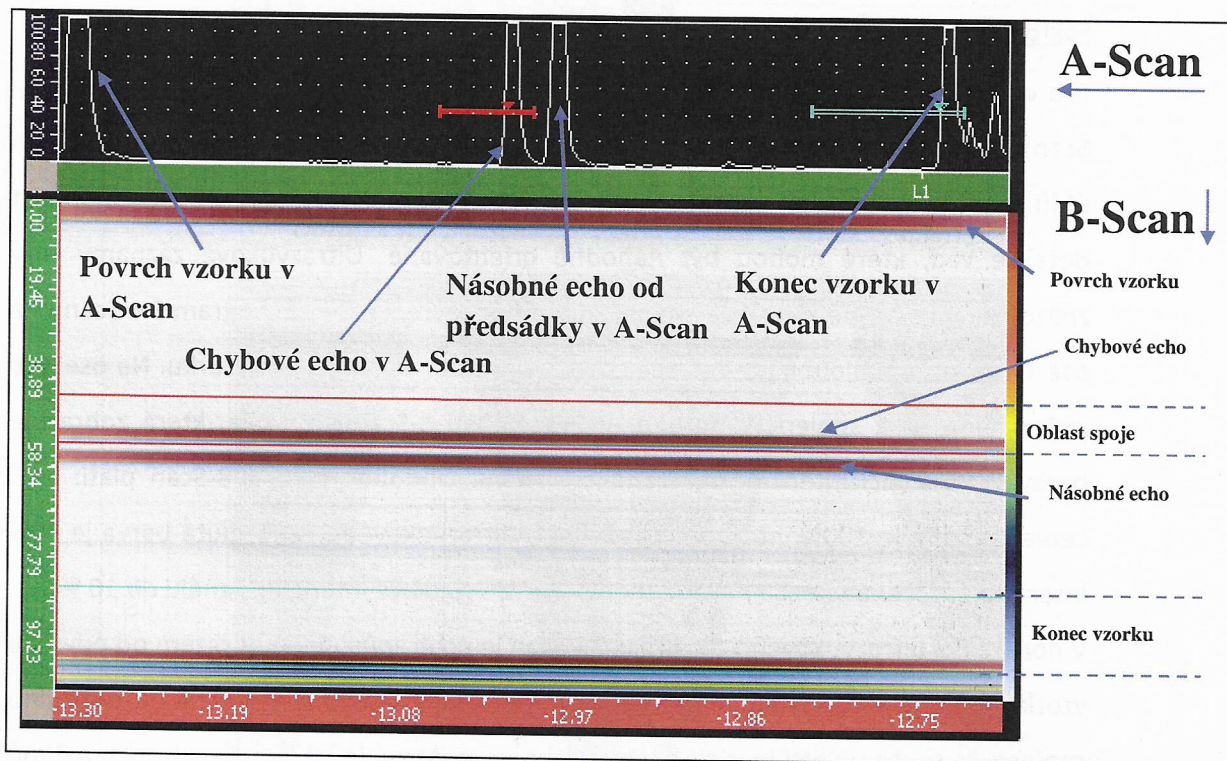
Obrázek 99 Echogram vzorku sady S1



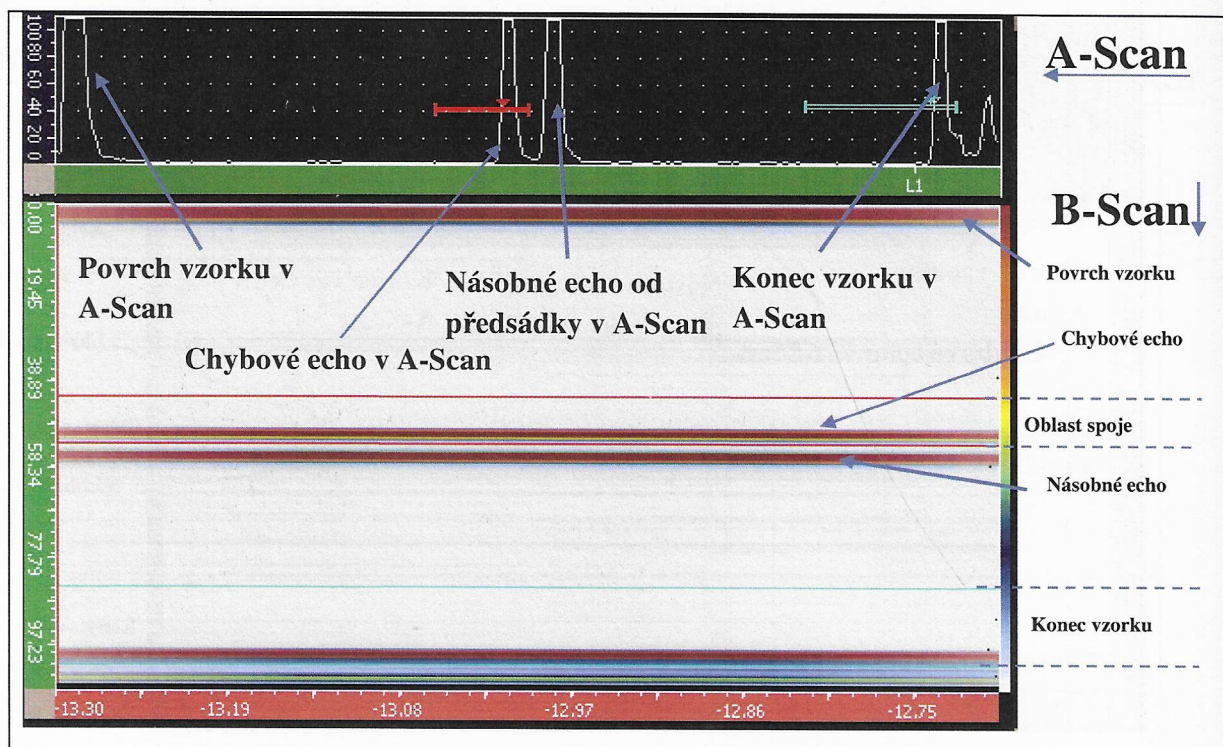
Obrázek 100 Echogram vzorku sady S2



Obrázek 101 Echogram vzorku sady S3



Obrázek 102 Echogram vzorku sady S4



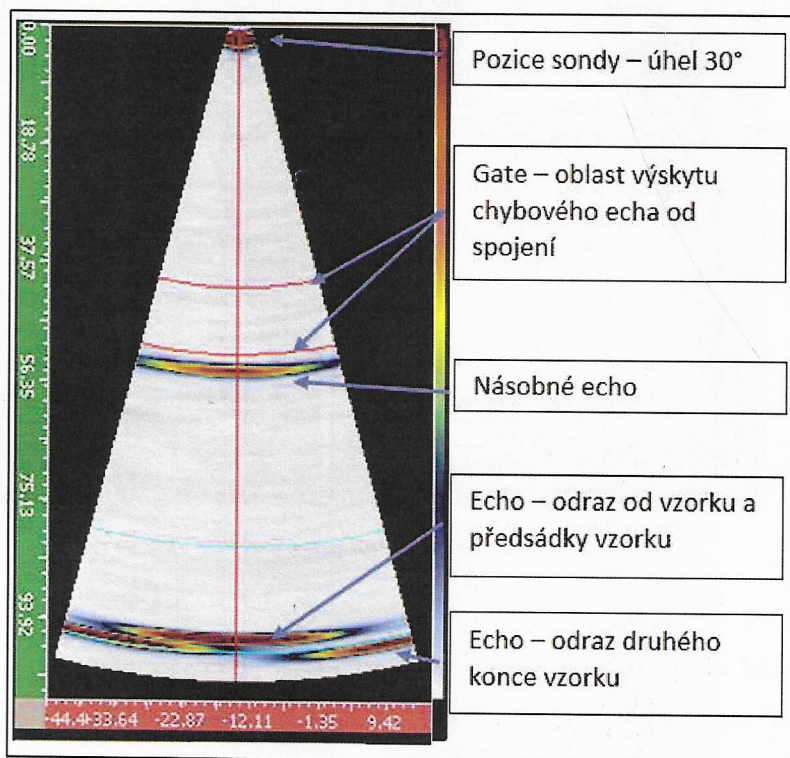
Obrázek 103 Echogram vzorku sady S5

Sektorový S – Scan

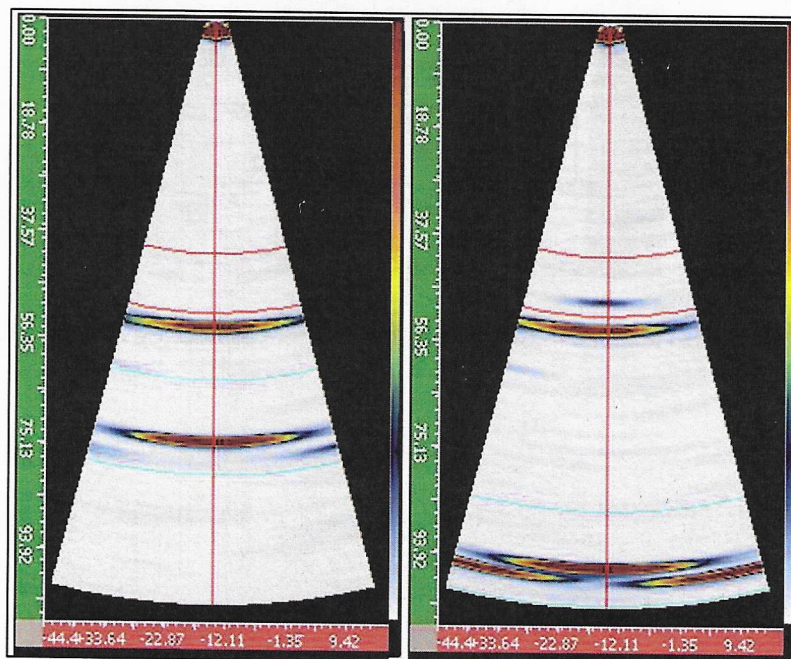
Pro vyšetření difúzí spojů bylo dále použito režimu Phased Array Sectorial Scans (S-Scan). Sektorové skenování je vytvářeno v reálném čase a pomocí mnoha inspekčních úhlů nabízí dynamické zobrazení případných vad, což zvyšuje pravděpodobnost detekce vad, které mohou být náhodně orientované. Ultrazukové záznamy jsou znázorněny ve formě klínu (pie-shape) s úhlem rozevření $\pm 30^\circ$. Echogram S – Scanu na ose Y znázorňuje hloubku registrace chybového echa ve spojeném vzorku. Na ose X je znázorněna šířka spojeného vzorku. V pravé části S-Scanu je škála, která zobrazuje barevnou indikaci intenzity odraženého signálu. Obdobně jako u B-Scan platí: sytě červená barva je 100% intenzita odraženého ultrazukového echa, žlutá barva je 50% intenzita odraženého echa a bledě modrá barva vyjadřuje intenzitu signálu do 10 %.

V horní části ultrazukového záznamu S – Scan je echo způsobené odrazem od povrchu vzorku. Dále je v červeném mezikruží vyznačena oblast chybového echa od difúzního spojení. Za touto oblastí je výskyt násobného echa, které je jako u předchozích režimů způsobeno předsádkou sondy. Násobné echo spolu s echem od druhého konce vzorku se vyskytuje i v dolní části snímku S – Scan. [V7]

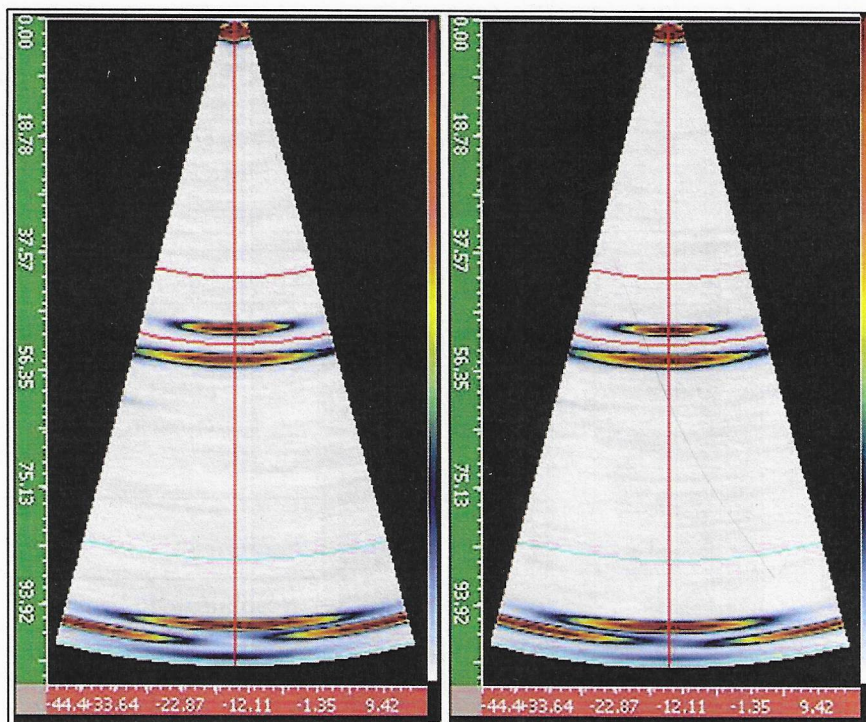
U vzorků ze sad S1 a S2 v případě S-Scan nebyl detekován žádný ultrazvukový signál. U vzorku sady S3 bylo detekováno chybové echo s intenzitou 30 % v hloubce 48 mm. U vzorků sad S4 a S5 byla detekována chybová echa s intenzitou větší než 75 % (až 100 %).



Obrázek 104 S – Scan pro vzorek ze sady S1 (Gate - brána)



Obrázek 105 S – Scan pro vzorek ze sad S2 a S3



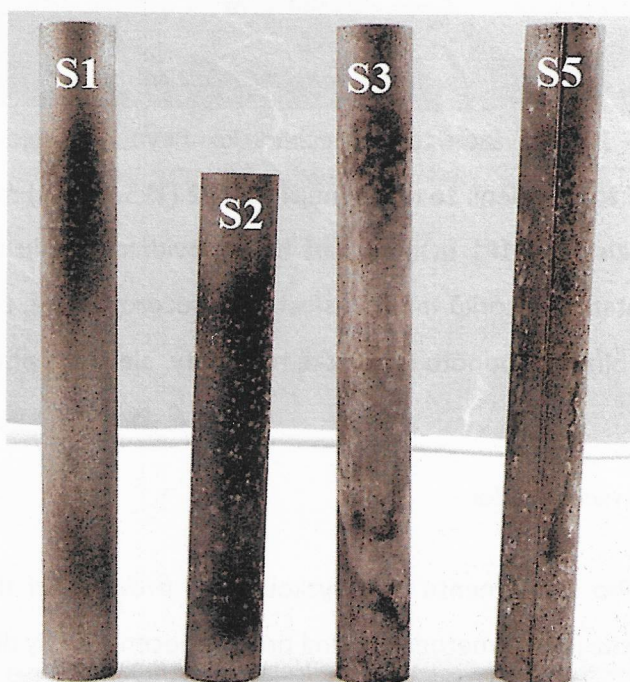
Obrázek 106 S – Scan pro vzorek ze sad S4 a S5

Tabulka 14 Výsledky ultrazvukového zkoušení a meze pevnosti v tahu

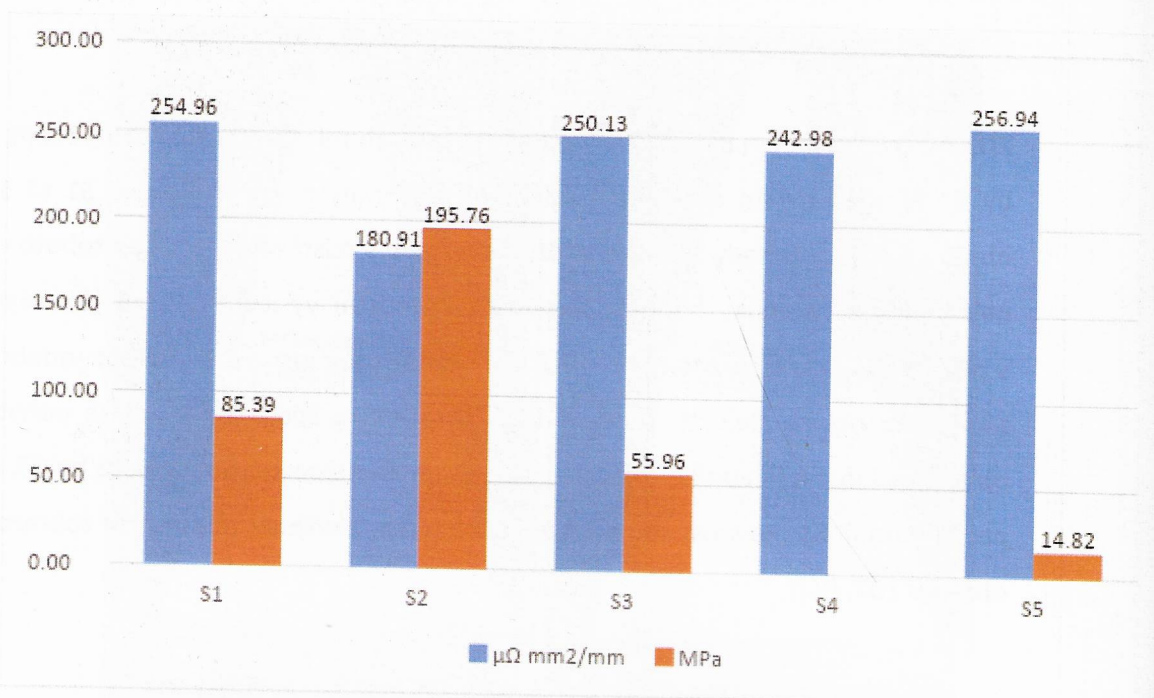
Vzorek	R _m [MPa]	UT [%]	
		A- Scan B- Scan	S - Scan
S2	195,8	0	0
S1	85,4	8	0
S3	56,0	40	30
S5	14,8	100	100
S4	-	100	100

5.3.6 Zkouška tahem

Příčná zkouška tahem byla provedena na zkušebních tělesech o průměru 12 mm, které byly elektroerozivním obráběním odebrány z vybraných vzorků ze sad S1 až S5. Při obrábění vzorků ze sady S4 došlo k rozpadu vzorků v místě spoje, proto z tohoto vzorku nejsou žádné výsledky hodnoty pevnosti. Pevnostní výsledky vzorků jsou uvedeny v tabulce 14, která ukazuje nejvyšší průměrnou pevnost ze tří tělísek odebraných z každého vzorku. Největší pevnost byla dosažena u spoje S2, která se pohybuje v oblasti pevnosti základního materiálu.[77] Druhým nejpevnějším spojem byl S1 a třetí pozici obsadil S3. Pevnost spoje S5 je velice nízká. Zkušební tělesa jsou zobrazena na obrázku 107. [V7]



Obrázek 107 Příklad obroběných vzorků pro zkoušku tahem (S1, S2,S3,S5)



Obrázek 108 Srovnání dosažené meze pevnosti a elektrické rezistivity

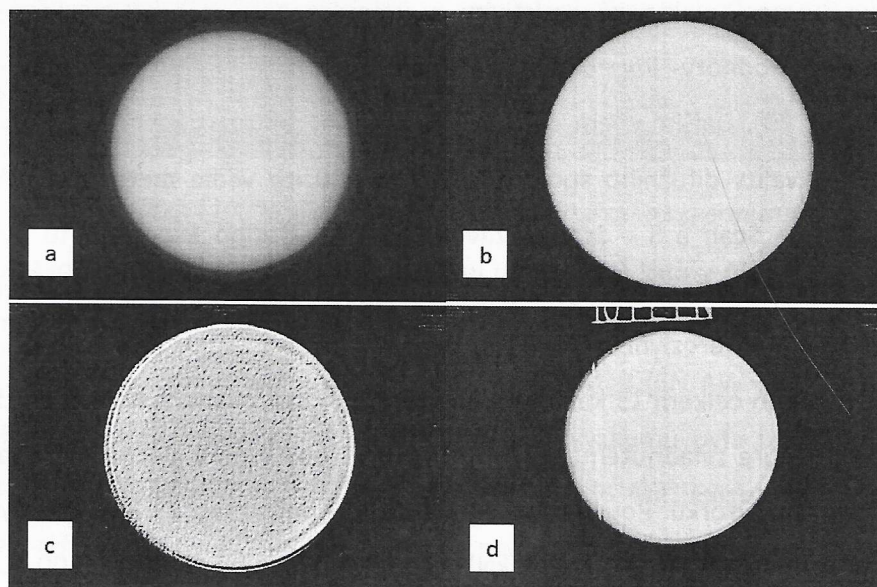
Na obrázku 108 je zachycena mechanická pevnost spoje a hodnota elektrické rezistivity. Je zde k vidění, že nejpevnější spoj S2 (195,8 MPa) má také nejnížší hodnotu elektrické rezistivity (181 $\mu\Omega\text{mm}$), což by odpovídalo smyslu měření v kapitole 5.3.4. Bohužel u ostatních vzorků tato závislost není pozorovatelná, protože například vzorky S1 a S5 mají blízkou hodnotu elektrické rezistivity, ale jejich pevnost se liší o 70,6 MPa. [V7]

5.3.7 Prozařovací zkouška

V rámci třetího experimentu byla vyzkoušena i prozařovací zkouška difúzního spoje, pro zjištění, zda je tato metoda vhodná pro hodnocení kvality difúzních svarů.

Pro zkoušku byl použit detektor GE DXR250U-W s rentgenovým zdrojem GE Eresco 42 MF-4. Vzdálenost zdroje a detektoru byla 500 mm a zdroj měl následující nastavení: žhavicí proud 4,5 mA a předpětí 190 kV. Na obrázku 109 jsou ukázány snímky (radiogramy) této zkoušky. Obrázek 109a je radiogram bez použití digitálního filtru a na části 109b a 109c jsou zobrazeny radiogramy s digitální filtrací a kontrastem obrazu, na kterých nebylo (stejně jako na obrázku 109a) zaznamenáno difúzní rozhraní. Na obrázku 109d je radiogram s drátkovou měrkou 10 FE EN (ISO 19232-1), kde je viditelný pátý drátek o velikosti 0,16 mm ze sedmi a šestý jemně prosvítá, což

potvrzuje dobré nastavení parametrů prozařovací zkoušky. Naprosto správně měla být použita měrka pro hliníkové slitiny, ale v tomto kontextu to nijak nesnižuje závěr tohoto dílčího experimentu.



Obrázek 109 RT vzorku S4 a) bez filtrů, b) s použitím digitálního filtru, c) s použitím digitálního filtru a kontrastu, d) s drátkovou měrkou (ISO 19232-1)

5.3.8 Vyhodnocení třetího experimentu

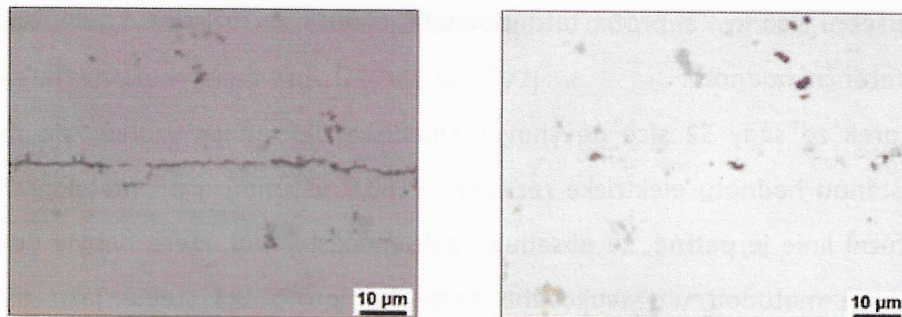
Cílem třetího experimentu bylo získat více dat pro nedestruktivní vyhodnocení kvality spoje pomocí elektrické rezistivity a impedance, neboť při druhém experimentu zejména hodnoty impedančních křivek naznačily určitý potenciál této metody (obrázek 79). Dalším cílem bylo ověřit vhodnost ultrazvukové defektoskopie k určení úrovně kvality difúzního spojení, kdy bylo použito vedle metody tzv. A – Scan také metod B – Scan a S – Scan. V závěrečné části třetího experimentu byla provedena příčná zkouška tahem na zkušebních tělesech odebraných ze svařovaných vzorků pomocí elektroerozivní drátové vyřezávačky.

Bylo svařeno celkem 15 kusů vzorků, které byly svařované v sadách po třech vzorcích. Díky již dobře zvládnutému řízení procesu výroby vzorků docházelo k zanedbatelným deformacím vzorků. Pouze u vzorků S2 došlo k deformaci 23,3 %, což bylo způsobeno vyšší hodnotou přítláčné síly (30 kN) a teploty difúzního procesu (500 °C) působící po delší čas (400 min).

U vzorků S3, S4 a S5 bylo použito chlazení argonem a u vzorků S1 a S2 bylo použito přirozené ochlazování. Způsob ochlazování neměl žádný významný vliv na výslednou kvalitu svarů, což odpovídá výsledkům v druhém experimentu.

U všech 15 vzorků byla změřena elektrická rezistivita a určeny impedanční křivky. Následně jedenzorek z každé sady, který obsahoval otvor pro termočlánek, byl podroben metalografické analýze stavu difúzního rozhraní spoje.

Při srovnání snímků z metalografické analýzy z prvního a druhého experimentu (kap. 5.1.2 a kap. 5.2.2) s metalografickými snímky z třetího experimentu (kap. 5.3.2) je patrné, že difúzní rozhraní vzorků v třetím experimentu obsahuje menší množství vad. U vzorků třetího experimentu je přechodové rozhraní méně viditelné. Ve spoji se také nacházejí vady a oxidy, ale v porovnání s předchozími experimenty je toto pásmo mnohem menší. Na obrázku 110 je možné porovnat dva difúzní spoje, u kterých bylo použito téměř totožných parametrů. Snímek spoje vlevo je z prvního experimentu (vzorek 5) a spoj vpravo je z třetího experimentu (vzorek S2), jehož linie vad nepřekročila šířku 1 μm . Toto je způsobeno optimalizací v oblasti přípravy vzorků a úpravou parametrů difúzního procesu. [V7]



Obrázek 110 Porovnání vzorků z prvního a třetího experimentu

Výraznou tvorbu oxidického pásma v rozhraní u hliníkové slitiny AlMg3 (EN AW-5754) v prvním a druhém experimentu potvrzuje rozbor chemického složení použité slitiny. V prvních dvou experimentech byla použita slitina AlMg3 (EN AW-5754) z jiné tavby, která obsahovala 3,02 % Mg, zatímco v třetí části výzkumu byla použita jiná tavba slitiny AlMg3 (EN AW-5754), která obsahovala 2,90 % Mg. Existuje předpoklad, že hořčík vytváří vlastní oxidy mnohem rychleji, než je dosaženo vakua v difúzní peci a je to dostatečný čas, aby se na povrchu stykových ploch stihla vytvořit oxidická vrstva Mg a Al. Možnou praktickou eliminací tohoto jevu je používat slitinu AlMg3 (EN AW-5754) s co nejmenším množstvím hořčíku, který může dle normy kolísat u této dané slitiny mezi 2,6 – 3,6 %. [77] – viz tabulka15.

Tabulka 15 Hodnoty reálného chemického složení jednotlivých taveb slitiny AlMg3 (EN AW-5754) použité pro experimenty

První a druhý experiment:

	Si %	Fe %	Cu %	Mn %	Mg %	Zn %	Ni %	Cr %	Pb %	Sn %	Ti %
Wert	0,227	0,400	0,0644	0,300	3,02	0,0891	0,00650	0,0787	0,0127	0,00210	0,0243
	Be %	Bi %	Ca %	Na %	P %	Sb %	Sr %	Li %	V %	Zr %	Al %
Wert	0,00050	0,00140	0,00280	0,00190	0,00170	<0,00100	<0,00020	<0,00080	0,0107	0,00140	95,8

Třetí experiment:

	Si %	Fe %	Cu %	Mn %	Mg %	Zn %	Ni %	Cr %	Pb %	Sn %	Ti %
Wert	0,175	0,379	0,0380	0,276	2,90	0,0355	0,00950	0,0357	0,00300	0,00100	0,0186
	Be %	Bi %	Ca %	Na %	P %	Sb %	Sr %	Li %	V %	Zr %	Al %
Wert	0,00030	0,00130	0,00390	0,00090	<0,00080	0,00120	<0,00020	<0,00080	0,0110	0,00120	96,1

Stejně jako v druhém experimentu, byla vyřazena hodnota elektrické rezistivity referenčního vzorku, která dosahovala nejvyšší hodnoty ($R=290,3 \mu\Omega\text{mm}$). U obou experimentů došlo ke zkreslení výsledků referenčního vzorku, protože nebyl vložen do difúzní pece a neprošel stejným teplem a mechanickým ovlivněním jako

zkušební vzorky, a proto tato hodnota elektrické rezistivity nemůže sloužit jako referenční hodnota.

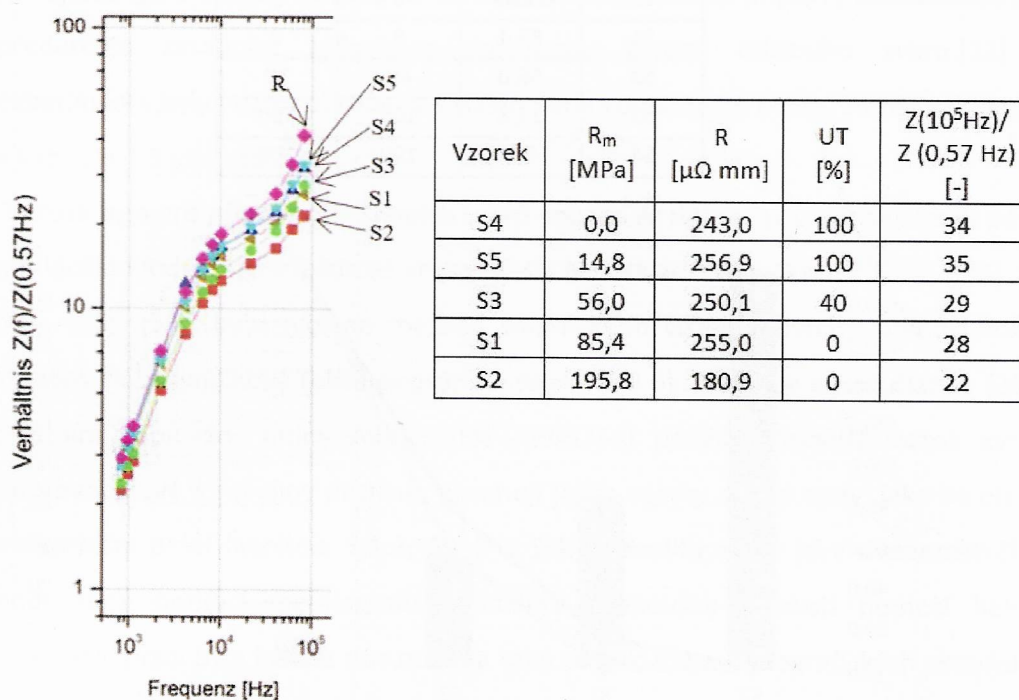
Vzorek ze sady S2 sice nevyhověl z hlediska deformace vzorků, ale měl nejmenší zjištěnou hodnotu elektrické rezistivity ($180,9 \mu\Omega \times \text{mm}$) a při metalografické analýze difúzní linie je patrné, že obsahuje malé množství vad, které nebyly detekovány ani jednou metodou ultrazvukového testování, proto byl stejně jako ostatní vzorky vyhodnocen na prověření vhodnosti metod NDT kontroly. Podobná situace je u vzorku S1, který má také přerušovanou difúzní linii obsahující malé vady, ale elektrická rezistivita je srovnatelná s ostatními vzorky. Metody zkoušení ultrazvukem také nedetekovaly vady v difúzním rozhraní. Při analýze celého difúzního rozhraní v daném řezu vzorků S1 a S2 je vidět, že vzorek S1 má větší množství vad v difúzním rozhraní oproti vzorku S2. To je také důvod, proč dosáhl vzorek S1 menší pevnosti při lineární zkoušce tahem, ale stále vyšší pevnosti než ostatní vzorky zkušebních sad S3 a S5.

Předpoklad, že vzorek s čistým difúzním rozhraním bude dosahovat menší hodnoty elektrické rezistivity a vyšší hodnoty pevnosti, bylo možné potvrdit u vzorku S2, ale u ostatních vzorků je tato spojitost neprokazatelná.

Impedanční křivky vzorků ze sad S1 až S5 jsou složeny z průměrných hodnot z každého vzorku v sadě, tudíž bylo provedeno patnáct měření. Tvar křivek je pro všechny vzorky téměř identický. Díky přestavbě měřicí stanice došlo k odstranění rušení a konce křivek nevykazují pokles hodnot jako v případě druhého experimentu. Průběh impedančních křivek do 100 Hz je lineární. Od hodnoty 10^4 Hz se impedanční křivky mírně rozvětvují, ale není zde viditelná žádná významná diference.

Pokud bude kvalita difúzního rozhraní posuzována na základě metalografických snímků a zjištěné pevnosti jednotlivých spojů, je zde možné pozorovat závislost na zjištěné pevnosti spojů. Nej kvalitnější spoje z pohledu pevnosti byly vzorky S2, které dosahují při frekvenci 10^5 Hz hodnoty impedančního poměru $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})=22$. Druhé nejlepší výsledky ukazují vzorky ze sady S1, které dosahují hodnoty $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})=28$. Se stoupající hodnotou $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$ se zvyšovalo množství vad ve spoji a klesala pevnost spoje. Tento zjištěný efekt, ale není závislý na elektrické rezistivitě (elektrickém odporu) jednotlivých vzorků, který by měl s množstvím vad v difúzním spoji také stoupat. Vzorky ze sady S1 mají hodnotu elektrické rezistivity o 4,7 % vyšší oproti vzorkům ze sady S4, ale u vzorků S4 nedošlo k dokonalému svaření a dle

metalografických snímků obsahuje zásadní vady v difúzním rozhraní, což odhalila i zkouška ultrazvukem (echo vady UT=100 %). [V7]

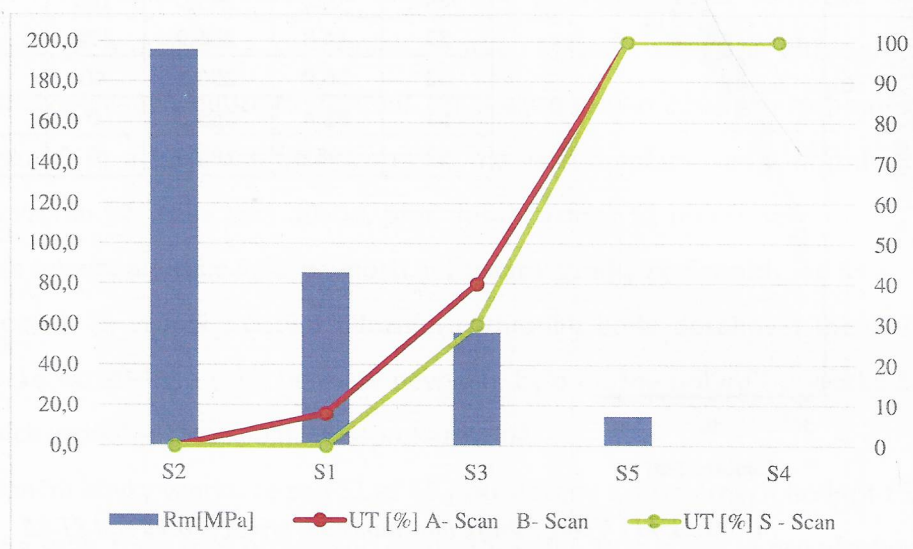


Obrázek 111 Výřez z grafu impedančních křivek vzorků sad S1-S5

Na obrázku 112 je vidět porovnání citlivosti metod ultrazvukového zkoušení v závislosti na pevnosti spoje (15 vzorků). Jako nedestruktivní metoda vhodná ke zkoušení difúzních svarů byl vyhodnocen tzv. duální režim UT metody Phased Array (A – Scan a B – Scan), který zachytil i menší vady v difúzním rozhraní (vzorek sady S1). Naopak metoda S – Scan tyto vady u vzorku sady S1 neregistrovala. Duální režim byl citlivější i v případě vzorku sady S3, kdy registrace echa z rozhraní spoje dosahovala intenzity 40 %, ale v režimu S – Scan byla intenzita odraženého signálu podle stupně zbarvení 30 %. [V7]

Tabulka 16 Porovnání metod zkoušení ultrazvukem v závislosti na pevnosti spoje

Vzorek	R _m [MPa]	UT [%]	
		A- Scan B- Scan	S - Scan
S2	195,8	0	0
S1	85,4	8	0
S3	56,0	40	30
S5	14,8	100	100
S4	0,0	100	100



Obrázek 112 Porovnání metod UT v závislosti na pevnosti spoje

Statickou zkouškou v tahu byla zjištěna mez pevnosti u vzorku ze sady S2, která je $R_m=195,8$ MPa. Druhý nejpevnější vzorek byl ze sady S1, který dosáhl pevnosti 43 % z pevnosti vzorku S2. Vzorek ze sady S3 má difúzní linii výraznější než vzorky S1 a S2, ale stále tenčí než vzorky S4 a S5. Proto také dosáhl vzorek S3 pevnosti 28,6 % pevnosti z vzorku S2. Vzorek ze sady S4 byl zničen během přípravy pro zkoušku tahem. Vzorek ze sady S5 dosáhl pouze 7,7 % z pevnosti vzorku S2. [V7]

Na vzorku ze sady S4 byla experimentálně vyzkoušena prozařovací zkouška (RT), jejíž výsledky (obrázek 109) nepotvrdily vhodnost této NDT metody pro difúzní spoje provedené v disertační práci. Z uvedených radiogramů (obrázek 109) vyplývá, že pomocí této metody nebylo možné detekovat difúzní rozhraní ani případné vady, proto na základě této zkoušky v rámci disertační práce byla metoda vyhodnocena jako nevhodná pro zkoušení difúzních spojů. [V7]

6. DISKUZE VÝSLEDKŮ

Příprava kontaktní plochy a její vliv na difúzní rozhraní

Jak výsledky ve všech třech experimentech ukazují, způsob přípravy kontaktních ploch předurčuje zásadním způsobem dosaženou kvalitu difúzního svaru.[11] Pro experimenty byly vzorky obrobny s vlastnostmi kontaktních ploch, které jsou uvedené v kapitole 4.3 (obr. 36).

Protože byla pro přípravu zkušebních svarů použita Al slitina, bylo nutné ošetřit povrch, aby došlo k odstranění oxidické vrstvy Al_2O_3 . Na základě vědeckých článků ([35], [36], [40], [42], [50]) byla zvolena metoda chemického čištění povrchů pomocí roztoku kyseliny fluorovodíkové (blíže popsáno v kapitole 2.6). Přestože autoři článku [36] při difúzním spojování slitiny $AlMg_3$ (EN AW-5754) použili účinnější roztok kyseliny fluorovodíkové a kyseliny dusičné, obsahují jejich vzorky stejné vady, jako se objevují v disertační práci (kapitola 5.1.2, 5.2.2 a 5.3.2). Kvalita spoje je v uvedeném článku hodnocena pomocí metalografické analýzy a zkoušky těsnosti pomocí helia. V disertační práci byla kvalita posuzována také na základě metalografických zkoušek, ale v kombinaci s dalšími nedestruktivními metodami (a metalografické zkoušky měly zejména ověřit vhodnost NTD metod).

Například v článku [42] je užíváno (těsně před vložením vzorků do pracovní komory) PVD povlakování (titanem a stříbrem) kontaktních ploch, které je prováděno v jednoúčelovém zařízení, jež je mechanicky propojeno s pracovní komorou difúzní svářečky.

Ke snížení vlivu pasivační oxidické vrstvy v difúzním rozhraní často autoři vědeckých článků používají přechodových vrstev, například pomocí Cu [36], Zn [78] [50], Ag a Ti [42].

V tomto kontextu snižování vlivu oxidické vrstvy je nejefektivnější metoda pomocí nanesení mikročástic galia, což je metoda, která byla patentována (č. patentu 0 123 382) a je popsána v [2], [32], [33], [60]. V experimentech disertační práce nebylo použito žádných přechodových materiálů (z důvodů snazšího vyhodnocení vhodnosti NDT metod), nebo povlaků, ale byl vyzorován zásadní vliv obsahu hořčíku ve slitině $AlMg_3$ (EN AW-5754) na tvorbu oxidické vrstvy. Pokud množství hořčíku překračuje 2,9 hm. %, je slitina téměř nespojitelná pomocí difúzního svařování za podmínek a

parametrů použitých v disertační práci (kapitola 5.3.7). Vyšší koncentrace hořčíku ve slitině způsobuje okamžitou tvorbu oxidů Mg, které brání tvorbě homogenního difúzního rozhraní.

Hodnocení kvality difúzních spojů nedestruktivními metodami:

A) Elektrická rezistivita

V oblasti difúzních svarů autor disertační práce do roku 2020 nedohledal žádnou publikovanou vědeckou práci zabývající se možnostmi vyhodnocování kvality spojů na základě elektrické rezistivity a impedanční charakteristiky. V rámci této disertační práce byla složena měřící aparatura (jejíž elektrické schéma je uvedeno na obrázku 72 v kapitole 5.2.4 a dále je popsána v kapitole 5.3.4). Díky tomuto zařízení byly změřeny elektrické vlastnosti svařených vzorků. Pro určení referenční hodnoty elektrické rezistivity bylo původně plánováno použít válec ze stejné slitiny jako „ideálního“ difúzního spoje, ale během experimentů se ukázalo, že tato reference není použitelná (více popsáno v kapitole 5.2.6 a 5.3.8), protože neprošla stejným procesem tepelného ovlivnění jako difúzní svary.

Ve vědeckém článku [74] se autoři zabývají kvalitativním vyhodnocováním pájených vzorků ve vysokém vakuu, kde pracují s obdobnou myšlenkou jako autor této disertační práce (to znamená, že defekt ve spoji zvyšuje elektrický odpor celého systému). Aplikace této metody v [74] je ovšem jednodušší, protože zvyšování nebo snižování elektrické rezistivity (elektrického odporu) spoje způsobuje dobře zaběhnutá nebo chybějící pájka mezi spojovanými materiály. V tomto případě se jedná o velikost vad v rozměrech jednotek desetin milimetrů, zatímco v disertační práci je velikost vad v řádu mikrometrů, což způsobuje poměrně obtížné interpretování výsledků (bližší popis je uveden v kapitolách 5.2.6 a 5.3.7.)

U druhého experimentu byla nejnižší hodnota elektrické rezistivity naměřena u vzorku I (204,6 $\mu\Omega\cdot\text{mm}$), III (208,9 $\mu\Omega\cdot\text{mm}$) a V (206,9 $\mu\Omega\cdot\text{mm}$). Naopak vzorky II (282,4 $\mu\Omega\cdot\text{mm}$) a IV (252,1 $\mu\Omega\cdot\text{mm}$) měly hodnotu elektrické rezistivity v průměru o 23 % vyšší, což je možné vizuálně srovnat s metalografickým snímkem o měřítku 200 μm (obrázky 63 a 65, kapitola 5.2.2), kde je jasně viditelné difúzní rozhraní oproti vzorkům I, III a V. Z tohoto kontextu vyplývá, že u homogenních svarů, kde je méně patrné rozhraní difúzního spoje je hodnota elektrické rezistivity menší. Tedy menší hodnota

elektrické rezistivity (elektrického odporu) difúzního spoje by měla značit kvalitněji provedený difúzní spoj. Vady (zejména oxidické vměstky) zvyšují elektrický odpor součásti (resp. svarového spoje).

U třetího experimentu byla hodnota elektrické rezistivity porovnána s pevností spoje (kde toto porovnání je ukázáno na obrázku 108 v kapitole 5.3.6). Zde není patrná závislost mezi pevností spoje a hodnotou elektrické rezistivity spoje. U nejpevnějšího vzorku S2 ($R_m=195,76$ MPa) byla naměřena nejnižší elektrická rezistivita ($180,91$ $\mu\Omega\text{mm}$). Ale u dalších vzorků, jejichž hodnota elektrické rezistivity se pohybuje mezi $242,98$ - $256,94$ $\mu\Omega\text{mm}$, je spojitost mezi mechanickými vlastnostmi nepotvrzená.

Výsledky z obou experimentů ukazují, že tato metoda má určitý potenciál, ovšem je nutné vytvořit a proměřit mnohem větší množství vzorků difúzních svarů. A stanovit okrajové podmínky zkoušky, kdy bude tento způsob hodnocení aplikovatelný.

Z výsledků disertační práce nelze jednoznačně konstatovat, že metoda je aplikovatelná pro jednoznačné a opakovatelné zjišťování kvality provedených difúzních varů.

B) Impedanční charakteristika

V disertační práci byla poprvé použita metoda EIS (Electrical Impedance Spectroscopy), která je zpravidla aplikovaná v oblasti biomechaniky nebo elektrochemického inženýrství. [34], [46], [48]

Stejně jako u měření elektrické rezistivity, bylo i zde nutné vyřadit referenční vzorek, který neprošel stejným teplotním cyklem jako svařené vzorky.

V druhém experimentu bylo měření zkresleno vlastním vlivem měřicí stanice, neboť docházelo pravděpodobně k rušení od vlastní konstrukce měřicí stanice. To vysvětluje pokles impedančních křivek v konečné fázi. Z odborné literatury (například [16], [22] [38], [43], [44] a [45]) vyplývá, že se stoupající frekvencí by měly křivky stoupat v závislosti na množství vad ve vzorku. V tomto případě se v náhlém poklesu křivek projevil vliv elektrického odporu u upínacího zařízení měřených vzorků (obrázek 73 v kapitole 5.2.4).

Při porovnání (obrázek 79 v kapitole 5.2.6) získaných dat různých metod hodnocení kvality u druhého experimentu (ultrazvukové zkoušení, elektrická rezistivita a impedanční charakteristika) není bohužel možné najít jednoznačnou vzájemnou vazbu. Podle výsledků ultrazvukového zkoušení jsou nejlepší difúzní spoje III (14% intenzita

echa) a V (20,8% intenzita echa). Tyto spoje také mají svoje impedanční křivky blízko sebe a dosahují ve svých průbězích podobných hodnot.

Ve třetím experimentu byla měřicí stanice přepracovaná a lépe izolovaná, čímž byl vyřešen zmíněný problém ve druhém experimentu. Impedanční křivky měly předpokládaný průběh. Impedanční křivky od 10^4 Hz začínají ukazovat zásadnější rozdíl impedančního poměru $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$, který stoupal se zvyšujícím se množstvím vad ve spoji a klesající pevností spoje. Při vyhodnocení maximálně dosažené hodnoty veličiny $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$, intenzitě echa difúzního rozhraní a pevnosti spoje, je možné pozorovat na obrázku 113 vzájemnou závislost mezi těmito veličinami. S rostoucím množstvím vad v difúzním rozhraní roste jeho impedanční charakteristika, což je potvrzeno intenzitou echa vady u UV zkoušky, a nakonec i pevností samotného spoje.

Na základě výsledků z druhého a třetího experimentu není možné označit tuto metodu za vhodnou pro nedestruktivní zkoušení difúzních spojů, ale výsledky, a to zejména z třetího experimentu, ukazují obrovský možný potenciál této metody. Bylo by ale opět vhodné zde proměřit mnohem větší množství difúzních spojů, což z kapacitních důvodů nebylo v rámci této disertační práce možné, a vytvořit mnohem větší objem dat pro porovnání a vyhodnocení této metody pro oblast difúzního svařování.

Nicméně, je nutné dále ověřit vliv tzv. skinefektu na měření a určení impedanční charakteristiky. Podle teorie o skinefektu [109] by neměl se stoupající frekvencí elektrický proud procházet celým průřezem vodiče, tudíž podle grafů impedančních charakteristik je oblast frekvence do 10 Hz nejméně zasažena skinefektem, a střídavý proud prochází celým průřezem vzorku. Ve vyšších frekvencích (od 100 Hz do 10 000 Hz) by měl být vliv skinefektu větší, a střídavý proud by měl procházet pouze po povrchu vzorku. [22], [44] Z tohoto tvrzení vyplývá, že impedanční křivky by neměly popisovat celý průřez vzorku tak, aby mohly poskytnout adekvátní informaci o stavu a kvalitě difúzního spoje.

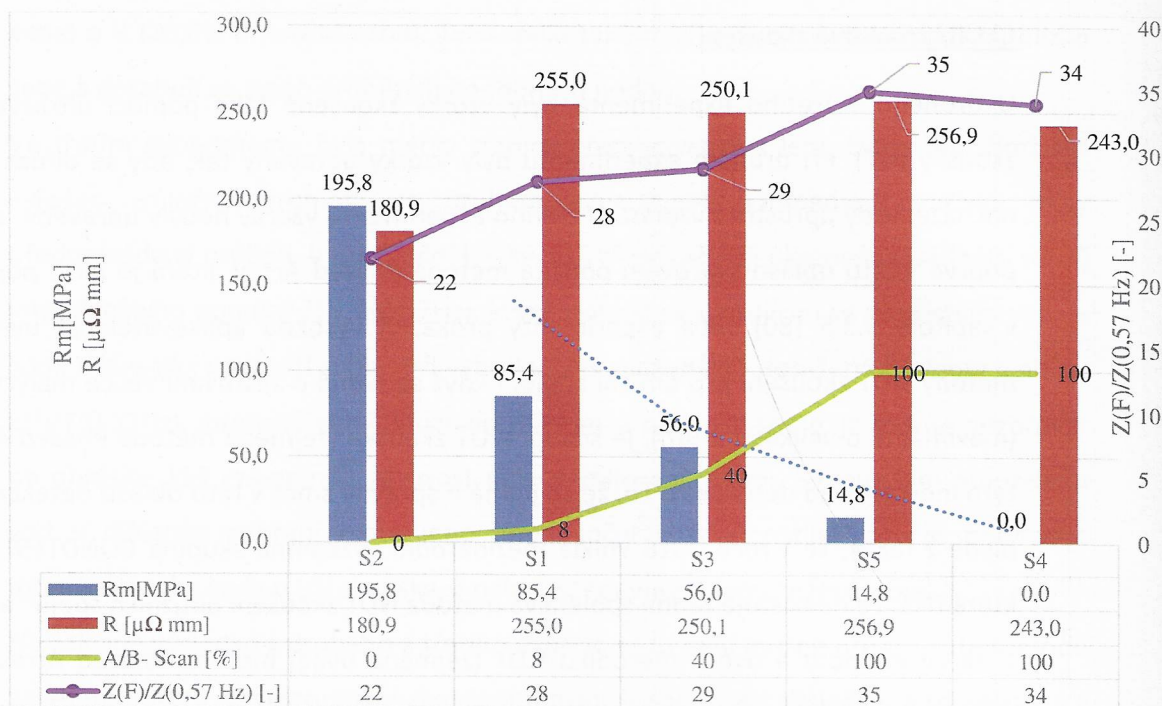
Z měření impedančních charakteristik v disertační práci, jejich porovnáním s ostatními metodami testování (ultrazvukové zkoušky a výsledky pevnosti spojů) a posouzení odborné literatury [16], [34], [45], [46], [48] je praktická interpretace impedančních křivek značně obtížná a zavádějící, protože v současnosti neexistují data, s kterými by se mohly naměřené průběhy porovnat.

C) Ultrazvukové zkoušení

U druhého a třetího experimentu byly vzorky zkoušené také pomocí ultrazvukové zkoušky (UT). Při druhém experimentu byly vzorky upraveny tak, aby se difúzní spoj nacházel vždy uprostřed vzorku. U třetího experimentu vzorky nebyly upraveny, a byla poprvé v této oblasti svařování použita metoda Phased Array, která je blíže popsána v kapitole 5.3.5 [80]. Oba experimenty prokazují vysokou aplikovatelnost uvedené metody NDT zkoušení pro difúzní spoje, i když se jedná o zjišťování velice malých vad (maximálně o velikosti 5 μm), je schopna UT zkouška (zejména metoda Phased Array) tyto indikace vad detekovat. To, že se jedná o správný směr v této oblasti detekce vad, plyne z faktu, že v roce 2016 vznikla mezinárodní výzkumná skupina BONDTEST [79], která říká, že neexistuje žádná spolehlivá metoda NDT zkoušení difúzních spojů“ a dává si za cíl vyvinout a ověřit metodiku NDT (zejména uvádí metodu Phased Array) pro difúzní spoje. Do roku 2021 však autor disertační práce nedohledal žádnou zveřejněnou publikaci na toto téma od zmíněné výzkumné skupiny. [79], [80]

Výsledky této disertační práce v oblasti ultrazvukového zkoušení byly publikovány ve vědeckých člancích [V5-V7], jejich recenze jsou uvedeny v přílohách disertační práce.

Metoda Phased Array (zejména duální metoda zobrazení A-Scan a B-Scan) se jeví na základě výsledků disertační práce jako velice vhodná pro nedestruktivní zkoušení difúzních spojů. Z porovnání metod zobrazení Phased Array, je na obrázku 112 v kapitole 5.3.7, je patrné, že duální metoda A – Scan a B – Scan je citlivější v detekci vad v difúzním rozhraní.



Obrázek 113 Grafické znázornění dat ze všech testů ve třetím experimentu

Na obrázku 113 jsou graficky zobrazeny všechny výsledky provedených zkoušek ve třetím experimentu. Vzorky jsou v grafu seřazeny sestupně podle pevnosti spoje.

D) Prozařovací zkouška

V rámci třetího experimentu (kapitola 5.3.7 – obrázek 109) byla experimentálně ověřena použitelnost prozařovací zkoušky (RT), na vzorku S4, jehož difúzní rozhraní dosáhlo nejnižší kvality (obsahoval tedy největší množství vad) v porovnání s ostatními vzorky (obrázek 113 – sloupec S4). Výsledky z pokusu nepotvrdily vhodnost prozařovací zkoušky pro difúzní spoje provedené v disertační práci, protože vady ve vzorku S4 jsou pro prozařovací metodu obtížně detekovatelné.

7. DŮSLEDKY PRO VĚDU A PRAXI

7.1 Důsledky pro vědu

Výsledky disertační práce ukazují, že je možné aplikovat konvenční metody NDT na hodnocení kvality difúzních spojů, a to zejména ultrazvukové zkoušení. Disertační práce jako první v této oblasti použila pro hodnocení kvality difúzních svarů nedestruktivní metodu zjišťování elektrických vlastností pomocí impedanční charakteristiky a následně měření elektrické rezistivity svarů. Zároveň byly jednotlivé metody hodnocení kvality aplikovány na stejných vzorcích, aby je bylo možné porovnat a vyhodnotit tak jejich citlivost v kontextu hodnocení pomocí konvenčních zkoušek.

V oblasti impedanční charakteristiky otevírá disertační práce možnost dalším experimentům, protože v této oblasti je nutné mnohem větší množství dat, aby byla určena závislost (funkce – průběh impedančních křivek) na difúzním rozhraní. Toto téma je multioborové a je zde možné zapojení více oborů. V případě ČVUT v Praze, FS je nasnadě vytvoření výzkumné skupiny mezi Ústavem strojírenské technologie a Ústavem přístrojové a řídicí techniky a možnost vytvořit společný výzkumný projekt na mezinárodní úrovni, protože v rámci této disertační práce byla navázána mezinárodní spolupráce mezi institucemi: RWTH Aachen (Ústav spojování a svařování), Výzkumné centrum v Jülich (Ústav strojírenské technologie, měření a materiálů) a ČVUT v Praze (Ústav strojírenské technologie). Byla také započata úspěšná spolupráce se ZČU v Plzni (Katedra materiálů a strojírenské metalurgie) v oblasti NDT hodnocení difúzních svarů (především pomocí UT).

Výsledky disertační práce byly publikovány ve vědeckých člancích [V3] a [V5-V7].

7.2 Důsledky pro praxi

Pro praxi je velice zajímavý výsledek disertační práce zejména v tom, že při spojování slitiny AlMg3 (EN AW-5754) bez použití mezivrstvy není vhodné spojovat slitinu s vyšším obsahem hořčíku (obsah Mg by měl být $\leq 2,9\%$). Jinak se při difúzním procesu vytváří větší množství oxidů na bázi Mg a Al, které významně brání tvorbě difúzního spoje.

Disertační práce dále popisuje kompletní schéma zapojení přístrojů pro měření elektrických vlastností difúzních spojů a doporučení pro zlepšení přípravku pro měření vzorků. Toto schéma zapojení je možné aplikovat nejen pro další výzkum v oblasti difúzního spojování, ale také pro určování kvality pájených spojů.

Disertační práce také jasně ukazuje na vhodnost použití moderní ultrazvukové metody Phased Array na hodnocení difúzních spojů a s ohledem na spoj snižuje nutnost aplikování destruktivních zkoušek, kde se jako nejvýhodnější ukazuje duální metoda.

V neposlední řadě disertační práce poskytuje kompletní technologická data pro vytvoření difúzních spojů, které byly předmětem zájmu výzkumných prací (heterogenní spoje slitiny titanu a oceli a homogenní spoje slitiny AlMg3).

8. ZÁVĚR

Tato disertační práce měla stanoveny tři dílčí cíle:

1) Volba vhodného materiálu pro experimenty, definování parametrů procesu difúzního svařování a jejich optimalizace.

Nejprve byly odzkoušeny heterogenní svary (titanové slitiny a korozivzdorné oceli, včetně použití Ni mezivrstev), pro které byly navrženy svařovací parametry (kapitola 4.2.1). Vzhledem k ověření vhodnosti zvolených NDT zkoušek a nemožnosti měření elektrických vlastností u heterogenních spojů byly pro další experimenty navrženy homogenní spoje slitiny AlMg3.

Splnění prvního dílčího cíle bylo dosaženo díky provedení prvního experimentu (kapitola 5.1), kde bylo vytvořeno opět difúzních spojů ze slitiny AlMg3 (EN AW-5754). V prvním experimentu byly provedeny metalografické výbrusy, na jejichž základě bylo možné vyhodnotit celistvost difúzního spojení, respektive viditelnost vad a nečistot nacházejících se v rozhraní difúzního spoje. Výstupem z prvního experimentu byly optimalizované parametry difúzního procesu, které byly základním vstupem do dalších navržených experimentů a dále poznatky z přípravy kontaktních difúzních (svarových) ploch. Například, že čištění kontaktních ploch musí namísto jedné minuty být prodlouženo, aby bylo sníženo množství vad v difúzním rozhraní. Z výsledků prvního experimentu je patrné, že na kvalitu difúzního spojení v tomto případě nemá zásadní vliv čas difúze, protože například u vzorku 3 byl nastaven čas difúze 60 minut a u vzorku 5 je čas 300 minut, a přitom stav difúzního rozhraní z pohledu metalografie obou vzorků byl srovnatelný. Zkušenosti s tvorbou homogenních svarů byly publikovány v [V1-V2] a konkrétní výsledky této disertační práce byly publikovány v článcích [V3] a [V5-V7].

2) Optimalizovanými parametry provést zkušební difúzní spoje, které budou podrobeny nedestruktivnímu zkoušení vybranými metodami zkoušení. Výsledky nedestruktivních zkoušek porovnat s reálným stavem difúzního spoje a vyhodnotit vhodnost a použitelnost vybraných NDT zkoušek.

Druhého dílčího cíle bylo splněno pomocí realizace druhého experimentu (kapitola 5.2). V této části bylo provedeno pět difúzních spojů (vzorky I až V), u kterých byly použity optimalizované parametry na základě zkušeností a výsledků [V3] z prvního

experimentu.

Pro NDT kontrolu difúzních spojů byly vybrány metody ultrazvukové defektoskopie a zjišťování elektrických vlastností [V5], které byly porovnány se standartními destruktivními metodami zkoušení v této oblasti: metalografická analýza a zkouška tahem. Byly tedy aplikované vybrané NDT zkoušky (měření elektrických vlastností spojů – kap. 5.2.4 a ultrazvuková defektoskopie – kap. 5.2.5). Měření elektrických vlastností bylo porovnáváno s metalografickými výbrusy jednotlivých spojů. Při porovnání (obrázek 79 v kapitole 5.2.6) získaných dat u druhého experimentu (elektrická rezistivita, ultrazvukové zkoušení a impedanční charakteristika) bylo možné vyhodnotit vzorky, nicméně nebylo možné najít jednoznačnou vzájemnou vazbu mezi zkušebními metodami. Na základě experimentu s UT (kapitola 5.2.5) se tato metoda nedestruktivního zkoušení jevila jako vhodná metoda NDT pro kontrolu difúzních spojů, a proto byla dále zkoušena v rámci třetího experimentu spolu s vylepšeným měřením elektrických vlastností spojů (obr. 96 – kap. 5.3.4). [V5]

3) Ověřit vhodné metody NDT a optimalizovat jejich realizaci na základě předchozích výsledků. Výsledky nedestruktivního zkoušení porovnat s reálnou pevností difúzních spojů.

Účelem této fáze experimentů bylo vytvořit difúzní spoje, jejichž proces spojování byl optimalizovaný na základě předchozích experimentů. Podrobit tyto spoje nedestruktivnímu zkoušení, které bylo také optimalizováno na základě výsledků z předchozích experimentů.

Naplnění třetího dílčího cíle bylo docíleno díky provedení třetího experimentu (kapitola 5.3). V této části bylo provedeno celkově patnáct difúzních spojů (5 sad po třech kusech – S1 až S5), u kterých byla změřena jejich elektrická rezistivita a určeny impedanční křivky. Vzorek z každé sady byl podroben metalografické analýze stavu difúzního rozhraní spoje (kapitola 5.3.2) a byla zjištěna pevnost spoje v každé sadě vzorků (kapitola 5.3.6). Díky zjištěné pevnosti difúzních spojů a znalosti stavu difúzního rozhraní spojů byly validovány jednotlivé přístupy NDT (kapitola 5.3.7). V tabulce 16 a na obrázku 112 je porovnání citlivosti, tj. schopnost detekce vad, dvou použitých UT metod (duální režim a S-scan), z které vyplývá, že duální režim je citlivější. Při měření elektrických vlastností difúzních spojů byla zjištěna závislost mezi zvyšujícím se

impedančním poměrem, pevností spoje a intenzitou detekce vad při UT (obr. 111). Je vysoce pravděpodobné, že tato metoda je použitelná minimálně pro homogenní difúzní spoje a hodnocení jejich kvality. Bylo by vhodné v rámci dalších výzkumných prací proměřit mnohem větší množství kontrolních difúzních spojů a vytvořit mnohem větší objem dat pro porovnání a vyhodnocení této metody.

U metody proměňování elektrické rezistivity difúzních spojů z výsledků této disertační práce (kapitola 6) nelze jednoznačně konstatovat, že metoda je aplikovatelná pro zjišťování kvality provedení difúzních spojů.

Na základě výsledků uvedených v kapitole 5 a jejich vyhodnocení v kapitole 6 lze konstatovat, že všechny dílčí cíle disertační práce byly dosaženy a tím byl splněn i hlavní cíl práce: **experimentální ověření a popis vhodné metody nedestruktivního zkoušení difúzních spojů a zmapování možnosti jejich použití při difúzním spojování.** Celkové shrnutí výsledků je připraveno k publikování (připravovaná publikace [V7]). Výsledky disertační práce byly publikované ve vědeckých člancích, které jsou uvedeny v kapitole 10, jejichž hodnocení je uvedeno v přílohách, a které jsou recenzenty hodnoceny jako originální a přinášející nové poznatky v oblasti difúzního spojování. Přínos disertační práce pro vědu a praxi byl popsán v kapitole 7.

9. POUŽITÉ LITERÁRNÍ ZDROJE

- [1] KAZAKOV, N.F. Difúzní svařování. 1. vyd. Praha: SNTL, 1983.
- [2] SHIRZADI, A. A. Diffusion Bonding Aluminium Alloys and Composites: New Approaches and Modelling. King's College Cambridge, December 1997. Disertační práce. University of Cambridge. King's College Cambridge. Vedoucí práce Dr. Rob Wallach.
- [3] KŘEN, J. Titan a jeho slitiny v procesu slévání a svařování. Praha, 2012. Diplomová práce. ČVUT v Praze. Vedoucí práce Ing. Barbora StunováBryksí, Ph.D.
- [4] VOJTĚCH, M. Difúzní svařování titanu a korozivzdorné austenitické oceli. Praha, 2012. Diplomová práce. ČVUT v Praze. Vedoucí práce Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE.
- [5] KOSTOLNÝ, I. Difúzne zváranie kombinovaných kovov. Trnava, 2013. Diplomová práce. MTF STU Trnava. Vedoucí práce prof. Ing. Milan Turňa, PhD. IWE.
- [6] JÁŇA, M. Difúzne zváranie kovov. Trnava, 2013. Diplomová práce. MTF STU Trnava. Vedoucí práce prof. Ing. Milan Turňa, PhD. IWE.
- [7] NACHTNEBL, P. Difúzní svařování ocelí v ochranné atmosféře. Praha, 2014. Diplomová práce. ČVUT v Praze. Vedoucí práce Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE.
- [8] KOCH, F. Grundlagen der Schweisstechnik: Sonderschweisverfahren. NDR: VEB Verlag Berlin, 1968.
- [9] KALPAKJIAN, S, S:R. SCHMID a Ewald WERNER. Werkstofftechnik. 5., aktualisierte Auflage. München: Pearson Studium, [2011]. ISBN 978-386-8940-060
- [10] VOLENÍK, K. Československý časopis fyziky: Difuse v kovech. 1966, (16): 465-475.
- [11] KOLAŘÍK, L. Difúzní svařování titanu s korozivzdornou ocelí v inertní ochranné atmosféře. Praha, 2015. Habilitační práce. ČVUT v Praze.
- [12] DAHMS, S. Diffusions-schweißen von Werkstoffen mit unterschiedlichen Eigenschaften. Tallinn, 2011. Dissertation. Tallinn university of technology. Vedoucí práce prof. Renno Veinthal.

- [13] KARAKAPLAN, M. C. Investigation of AL welding through MIG weldign processes. Cluj-Napoca, 2013. Dissertation. Technical University of Cluj-Napoca. Vedoucí práce prof. Dr. Marius Bodea.
- [14] KRUNALKUMAR, P. Possibilities of Using Metallic Interlayers during Diffusion Welding of Ti and Steel AISI 316L. Liberec, 2018. Inženýrská práce. Technical University of Liberec. Vedoucí práce doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
- [15] PAVLÍK, J. Difúze v kovech. Brno, 2013. Bakalářská práce. VUT v Brně. Vedoucí práce Ing. EvaNovotná, Ph.D.
- [16] PŮR, V. Impedanční přizpůsobení zařízení a jeho vliv na přenos informace. Zlín, 2013. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Vedoucí práce Ing. Lubomír Mack Ph.D.
- [17] LISON, R. Difussionsschweißen und seine Anwendung. 1. FZ Jülich: DVS-Verlag Düsseldorf, 1994.
- [18] BARD, A. J. a L.R. FAULKNER. Electrochemical methods: fundamentals and applications. 2nd ed. Hoboken: John Wiley, c2001. ISBN 0-471-04372-9.
- [19] CALLISTER, W.D. a D.G. RETHWISCH. Materials science and engineering: an introduction. 8th ed. Hoboken, NJ: John Wiley, c2010. ISBN 978-0-470-41997-7.
- [20] KALPAKJIAN, S., S.R. SCHMID a E.WERNER. ASM handbook. 10th ed. Materials Park: ASM International, c1990-. ISBN 08-717-0378-5.
- [21] BURGESS, N.T. Quality Assurance of Welded Construction. 7. Surrey, UK: Taylor & Francis, 2005. ISBN 1-85166-274-X.
- [22] SAUTER, F. Theorie der Elektrizität. 21. Universität Köln: B.G.Teubner, 1973.
- [23] Thermodynamics, diffusion and the Kirkendall effect in solids. 1. New York: Springer, 2014. ISBN 978-3-319-07460-3.
- [24] HUGHES, S.E. Welding and Weld Inspection. 1. Cambridge, UK: Woodhead Publishing, 2009. ISBN 978-1-84569-641-2.
- [25] PHILLIPS, D.H. Welding Engineering. 1. Chicheste, UK: Wiley, 2016. ISBN 9781118766446.
- [26] Welding Handbook. Welding Handbook: Welding Processes, Part 2. 9. Miami,USA: American Welding Society, 2007, s. 421-450.ISBN 978-0-87171-053-6
- [27] API RP 577. Welding Processes, Inspection, and Metallurgy. 2. Washington,USA: American Petroleum Institute, 2013.

- [28] Diffusion: Ficksche Gesetze und Atomare Mechanismen. Leibniz Institute for Solid State and Materials Research Dresden. Dresden, 2015. [online]. [cit. 2021-01-15]. Dostupné z: https://www.ifwdresden.de/uploads/groups/ikm_folder/ikm_groups/MetalPhysics/lectures/Physikalische_Werkstoffeigenschaften/c8-diff1.pdf
- [29] EAGAR, P. Diffusion Bonding: Fabrication Technology (Lecture Notes No.9). Massachusetts Institute of Technology. Massachusetts, 2010.
- [30] Introduction to Solid State Chemistry: Diffusion. MIT OpenCourseWare [online]. Massachusetts: MIT OpenCourseWare, 2001, 2009 [cit. 2022-01-10]. Dostupné z: https://ocw.mit.edu/courses/materials-science-and-engineering/3-091sc-introduction-to-solid-state-chemistry-fall-2010/syllabus/MIT3_091SCF09_aln09.pdf
- [31] PVA TEPLA Betriebsanleitung. PW M01 0218/06-A100125/GERMAN. Wettenberg, 2000.
- [32] BEGG, A.R. Diffusion bonding of aluminium surfaces coated with gallium: The British Petroleum Company p.l.c. EUROPEAN PATENT APPLICATION. Uděleno 22.02.84.
- [33] ERICKSON, G. SOLDERING OF ALUMINUM BASE METALS. United States Patent Office. Uděleno Feb. 25, 1958.
- [34] BERNARD, A. B. A. Linear Kronig-Kramers Transform Test for Immittance Data Validation. J. Electrochem [online]. 1995, (1), 10 [cit. 2018-04-07]. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/partner/ecs>
- [35] LIU, L., D. REN a F. LIU. A Review of Dissimilar Welding Techniques for Magnesium Alloys to Aluminum Alloys. Materials. 2014, 7(5), 3735-3757. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma7053735
- [36] GIETZELT, T., V. TOTH, H. LAMBACH a R. DITTMAYER. Considerations of Microstructural Influences for Diffusion Welding of Metals in Microsystem Technology. Advanced Engineering Materials. 2013, 15(8), 669-683. ISSN 14381656. Dostupné z: doi:10.1002/adem.201200339
- [37] JAHN, S., S. SÄNDIG, S. DAHMS a F. GEMSE. Diffusion bonding systems. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 2014, 45(9), 807-814. ISSN 09335137. Dostupné z: doi:10.1002/mawe.201400285
- [38] CROWELL, L., J. YAKISICH, B. AUFDERHEIDE a T. ADAMS. Electrical Impedance Spectroscopy for Monitoring Chemoresistance of Cancer Cells. Micromachines. 2020, 11(9). ISSN 2072-666X. Dostupné z: doi:10.3390/mi11090832

- [39] SHEN, X., Y- LI, U.A. PUTCHKOV, J. WANG a W. HUANG. Finite-element analysis of residual stresses in Al₂O₃-TiC/W18Cr4V diffusion bonded joints. *Computational Materials Science*. 2009, 45(2), 407-410. ISSN 09270256. Dostupné z: doi:10.1016/j.commatsci.2008.10.019
- [40] HOWLADER, M.M.R., T. KAGA a T. SUGA. Investigation of bonding strength and sealing behavior of aluminum/stainless steel bonded at room temperature. *Vacuum*. 2010, 84(11), 1334-1340. ISSN 0042207X. Dostupné z:doi:10.1016/j.vacuum.2010.02.014
- [41] SHIRZADI, A. A. a G. SAINDRENAN. New method for flux free diffusion brazing of aluminium alloys using liquid gallium (UK patent application 0128623.6). *Science and Technology of Welding and Joining*. 2013, 8(2), 149-153. ISSN 1362-1718. Dostupné z: doi:10.1179/136217103225010871
- [42] HABISCH, S., M. BÖHME, S. PETER, T. GRUND a P. MAYR. The Effect of Interlayer Materials on the Joint Properties of Diffusion-Bonded Aluminium and Magnesium. *Metals*. 2018, 8(2). ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met8020138
- [43] REECE, C. An Introduction to Electrochemical Impedance Spectroscopy. Thomas Jefferson National Accelerator Facility [online]. Newport News: JLab, 2005 [cit. 2022-01-10]. Dostupné z: https://www.jlab.org/conferences/tfsrf/Thursday/Th2_1-EIS%20intro%20Reece.pdf
- [44] Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy [online]. In: Gamry Instruments [cit. 2021-01-06]. Dostupné z: <https://www.gamry.com/application-notes/EIS/basics-of-electrochemical-impedance-spectroscopy/>
- [45] FJELD, H. Impedance spectroscopy: with emphasis on applications towards grain boundaries and electrodicts. Department of Chemistry, University of Oslo, FERMIØ, Gaustadalléen 21, NO-0349 Oslo, Norway, 2008.
- [46] HWANG, J., K. MATSUMOTO a R. HAGIWARA. Symmetric Cell Electrochemical Impedance Spectroscopy of Na₂FeP₂O₇ Positive Electrode Material in Ionic Liquid Electrolytes. *The Journal of Physical Chemistry C*. 2018, 122(47), 26857-26864. ISSN 1932-7447. Dostupné z: doi:10.1021/acs.jpcc.8b09233
- [47] Dielectric Spectroscopy, Conductivity Spectroscopy, and Electrochemical Impedance Spectroscopy [online]. 2014, 1 [cit. 2021-01-15]. Dostupné z: http://www.novocontrol.de/php/intro_overview.php

- [48] BERA, T. K. Bioelectrical Impedance Methods for Noninvasive Health Monitoring: A Review. *Journal of Medical Engineering*. 2014, 2014, 1-28. ISSN 2314-5129. Dostupné z: doi:10.1155/2014/381251
- [49] SHIRZADI, A. A. *Advanced Joining Methods: The Open University, UK. Cambridge Joining Technology*, 2014.
- [50] HE, P., X. YUE a J.H. ZHANG. Hot pressing diffusion bonding of a titanium alloy to a stainless steel with an aluminum alloy interlayer. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, 486(1-2), 171-176. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2007.08.076
- [51] KOLÁŘ, J. Aplikace pokročilých technik ultrazvukového zkoušení svarových spojů. *Konstrukce* [online]. 2014, 14(1), 9 [cit. 2021-01-18]. ISSN 1803-8433. Dostupné z: <http://old.konstrukce.cz/clanek/aplikace-pokrocilych-technik-ultrazvukoveho-zkouseni-svarovych-spoju/>
- [52] KOLÁŘ, J. *ZÁKLADY DEFECTOSKOPIE*. 4. vyd. Temelín: ČEZ a.s., Útvar technické bezpečnosti, 2014.
- [53] TRAVESSA, D., M. FERRANTE a G. DEN OUDEN. Diffusion bonding of aluminium oxide to stainless steel using stress relief interlayers. *Materials Science and Engineering: A*. 2002, 337(1-2), 287-296. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(02)00046-1
- [54] CAO, R., J.H. SUN, J.H. CHEN. Weldability of CMT Joining of AA6061-T6 to Boron Steels with Various Coatings. *WELDING JOURNAL* [online]. 2014, 2014(93), 193-204 [cit. 2021-01-15]. Dostupné z: http://files.aws.org/wj/supplement/WJ_2014_06_s193.pdf
- [55] KAZAKOV, N.F. *Diffuzionaja svarka v vakuume*, Moskva, Mašinstrojenije, 1968, 332 s.
- [56] GHOSH, M. a S. CHATTERJEE. Diffusion bonded transition joints of titanium to stainless steel with improved properties. *Materials Science and Engineering: A*. 2003, 358(1-2), 152-158. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(03)00298-3
- [57] KUNDU, S., S. M. BHOLA, B. MISHRA a S. CHATTERJEE. Structure and properties of solid state diffusion bonding of 17-4PH stainless steel and titanium. *Materials Science and Technology*. 2013, 30(2), 248-256. ISSN 0267-0836. Dostupné z: doi:10.1179/1743284713Y.0000000352

- [58] WANG, F., G. SHENG a Y. DENG. Impulse pressuring diffusion bonding of titanium to 304 stainless steel using pure Ni interlayer. *Rare Metals*. 2016, 35(4), 331-336. ISSN 1001-0521. Dostupné z: doi:10.1007/s12598-014-0368-2
- [59] SZWED, B., M. KONIECZNY. Influence of diffusion bonding parameters on the structure and properties of titanium and stainless steel joints with copper interlayer. *Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* [online]. 2014, 67(1), 21-25 [cit. 2021-01-15]. Dostupné z: http://jamme.acmsse.h2.pl/vol67_1/6713.pdf
- [60] SHIRZADI, A. a E. WALLACH. Surface treatment of oxidizing materials. United States Patent. US6669534B2. Uděleno Dec. 30, 2003.
- [61] PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu I. 2., opr. a rozš. vyd.* Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-720-4283-1.
- [62] MOLLIKOVA, E. Úvod do difuze v kovech a slitinách. VUT Brno [online], 2003. [cit. 2016-12-16]. Dostupné z: home.zcu.cz/~bebrl/Fmm/uvod_do_difuze_v_kovech_a_slit.doc Úvod do difuze v kovech a slitinách.
- [63] Lecture on Diffusion in Solids. Clarkson University [online], 2002. [cit. 2018-11-02] Dostupné z: <http://people.clarkson.edu/~drasmuss/ES260/Lecture%20on%20%20DIFFUSION%20IN%20SOLIDS.ppt>
- [64] MRŇA, L. Difuzní svařování. Akademie věd ČR [online], 2005. [cit. 2018-11-02]. Dostupné z: <http://www.ulozto.cz/xZ5fj7w/difuzni-svarovani-pdf>
- [65] COLTON, J. Processes of joining materials. Georgia institute of technology. [online]. [cit. 2016-02-02]. Dostupné z: <http://wwwold.me.gatech.edu/jonathan.colton/me4210/joiningchapter.html>
- [66] LEE, H. S., J. H. YOON a J.T. YOO. Manufacturing of Aerospace Parts with Diffusion Bonding Technology. *Applied Mechanics and Materials*. 2011, 87, 182-185. ISSN 1662-7482. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/AMM.87.182
- [67] KOLAŘÍK, L., M. KOLAŘÍKOVÁ, K. KOVANDA, P. VONDROUŠ. Difúzní svařování. *MM Průmyslové spektrum* [online]. 2012, 11.04.2012, 2012 / 4(4), 25-27 [cit. 2020-01-27]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/difuzni-svarovani.html>
- [68] BEDNÁŘ, V. Možnosti využití přístroje Gleeble pro difúzní svařování homogenních a heterogenních svarů. Liberec, 2016. Bakalářská práce. TU Liberec. Vedoucí práce Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.

- [69] Vacuum diffusion bonding [online]. Slovenská akadémia vied, 2016 [cit. 2021-01-27]. Dostupné z: <http://www.umms.sav.sk/6486-sk/-vacuum-diffusion-bonding/>
- [70] PZP KOMPLET a. s.: Vysokoteplotní vakuová pec VP450 [online]. Dobruška: PZP Komplet, 2015 [cit. 2021-01-27]. Dostupné z: <https://www.pzp.cz/userfiles/files/11012016132820-Vakuova-pec-VP450-05-2015-CZ.pdf>
- [71] ŠTĚPÁN, J. Vysokoteplotní vakuová pec VP450: [online]. 2015 [cit. 2020-01-27]. Dostupné z: https://www.vakuotechnika.cz/va_vp450.html
- [72] Metal Technology Co. Ltd.: Additive manufacturing [online]. Metal Technology, 2020 [cit. 2021-01-27]. Dostupné z: https://www.kinzoku.co.jp/en/core_technology/hip.html
- [73] Forschungszentrum Jülich: ZEA [online]. Jülich: Jülich, 2020 [cit. 2020-01-29]. Dostupné z: https://www.fz-juelich.de/zea/zea-1/DE/Home/home_node.html
- [74] TILLMANN, W. a N. SIEVERS. Application of electrical resistance measurement for quality assurance of brazed joints. LÖT 2016: Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Bonding. Düsseldorf: DVS Media, 2016, 11(11), 128-132. ISBN 978-3-945023-64-8.
- [75] NOVÁK, M. Difúzní svařování heterogenních svarů v kombinaci vysokolegovaná ocel a titan. Liberec, 2016. Bakalářská práce. Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
- [76] Testing Report: Druckverteilungsmessung an der Diffusionsschweißanlage des ZEA-1: Forschungszentrum Jülich. I. Jülich, 2015.
- [77] Aluminum Alloys: 5754 (AlMg3, 3.3535, A95754) Aluminum. Material Properties Database [online]. [cit. 2020-02-06]. Dostupné z: <https://www.makeitfrom.com/material-properties/5754-AlMg3-3.3535-A95754-Aluminum/>
- [78] ZHANG, J., G. LUO, Y. WANG, Y. XIAO, Q. SHEN a L. ZHANG. Effect of Al thin film and Ni foil interlayer on diffusion bonded Mg–Al dissimilar joints. Journal of Alloys and Compounds. 2013, 556, 139-142. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2012.12.106
- [79] BondTest EU Project: Seventh Framework Programme [FP7/2007-2014] under grant agreement no 605288. BondTest [online]. [cit. 2021-02-02]. Dostupné z: <http://www.bondtest.eu/>

- [80] TWI: BondTest – Development of an Ultrasonic Testing Technique to Characterise Diffusion Bonds in Layered Structures [online]. [cit. 2021-02-02]. Dostupné z: <https://www.twi-global.com/pdfs/Public-Funded-Projects/Manufacturing-BondTest-2014.pdf>
- [81] KUMAR, S.S., B.RAVISANKAR. Destructive and non-destructive evaluation of copper diffusion bonds. *Journal of Manufacturing Processes*. 2016, 23, 13-20. ISSN 15266125. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmapro.2016.05.012
- [82] KUMAR, S.S., B.RAVISANKAR. An Evaluation of Quality of Joints of Two Dissimilar Metals by Diffusion Bonding using Ultrasonic C Scan. *Materials and Manufacturing Processes*. 2016, 31(16), 2084-2090. ISSN 1042-6914. Dostupné z: doi:10.1080/10426914.2015.1127957
- [83] KUMAR, S.S., J. Krishnamoorthi, B. Ravisankar, V. Balusamy. Assessing quality of diffusion bonded joints with interlayer using ultrasonic/ultrasound. *Journal of Materials Processing Technology*. 2017, 242, 139-146. ISSN 09240136. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.11.036
- [84] KATOH M., K.NISHIO, T.YAMAGUCHI. Materials evaluation of diffusion bonded steel bar and its impact characteristics. 2002, 35(4), 263-271. ISSN 09638695. Dostupné z: doi:10.1016/S0963-8695(01)00059-7
- [85] XIONG, J.T., J.R. SUN, J.C. WANG, H. ZHANG, J.M. SHI a J.L. LI. Evaluation of the bonded ratio of TC4 diffusion bonded joints based on ultrasonic C-scan. *Journal of Manufacturing Processes*. 2019, 47, 238-243. ISSN 15266125. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmapro.2019.09.025
- [86] MORAVEC, J., I. NOVAKOVA, T. KIK. Possibilities of using interlayers during diffusion welding of Ti Gr2 and AISI 316L. *MATEC Web of Conferences*. 2018, 244. ISSN 2261-236X. Dostupné z:doi:10.1051/mateconf/201824401013
- [87] MORAVEC, J., M. DIKOVITS, C. BEAL, I. NOVAKOVA, R. CHANDEZON a J. SOBOTKA. Selection of the Proper Diffusion Welding Parameters for the Heterogeneous Joint Ti Grade 2/AISI 316L. *Manufacturing Technology*. 2017, 17(2), 231-237. ISSN 12132489. Dostupné z: doi:10.21062/ujep/x.2017/a/1213-2489/MT/17/2/231
- [88] TURŇA, M.: Špeciálne metódy zvarovania, Alfa, Bratislava, 1989, 384 s. ISBN 80-05-00097-9
- [89] MARECEK, J., M. TURNA a V. PULC. Diffusion welding tungsten to graphite using different types of interlayer. *Welding International*. 1991, 5(11), 916-921. ISSN 0950-7116. Dostupné z: doi:10.1080/09507119109446817

- [90] TURŇA, M. Diffusion welding of Fe-W-Co alloy with structural carbon steel | Difuzne zvaranie Fe-W-Co zliatiny s konstrukcnou uhlikovou ocel'ou. Zvaranie Bratislava. 1988, 37(7), 916-921.
- [91] JÁŇA, M., L. KOLAŘÍK, M. OŽVOLD, M. TURŇA. Transient Liquid Phase Welding of Aluminium to Magnesium Alloy Using Zinc Interlayer In: Proceedings of International Conference on Innovative Technologies IN-TECH 2013. Rijeka: Faculty of Engineering University of Rijeka, 2013, 421-424. ISBN 978-953-6326-88-4.
- [92] GRONOSTAJSKI, J., W. CHMURA, Z. GRONOSTAJSKI. Phases created during diffusion bonding of aluminium and aluminium bronze chips. Achievement in Materials and Manufacturing Engineering. 2006, 19(1), 32-37. ISSN 1734-8412. Dostupné z: http://jamme.acmsse.h2.pl/papers_vol19_1/1404.pdf
- [93] ZHANG, Ch. a A. A. SHIRZADI. Diffusion bonding of copper alloy to nickel-based superalloy: effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the joints. Science and Technology of Welding and Joining. 2021, 26(3), 213-219. ISSN 1362-1718. Dostupné z: [doi:10.1080/13621718.2021.1882653](https://doi.org/10.1080/13621718.2021.1882653)
- [94] SHIRZADI, A.A., G. SAINDRENAN a E.R. WALLACH. Flux-Free Diffusion Brazing of Aluminium-Based Materials Using Gallium (Patent Application: UK 0128623.6). Materials Science Forum. 2002, 396-402, 1579-1584. ISSN 1662-9752. Dostupné z: [doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.157](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.157)
- [95] SHIRZADI, A. A. a G. SAINDRENAN. New method for flux free diffusion brazing of aluminium alloys using liquid gallium (UK patent application 0128623.6). Science and Technology of Welding and Joining. 2013, 8(2), 149-153. ISSN 1362-1718. Dostupné z: [doi:10.1179/136217103225010871](https://doi.org/10.1179/136217103225010871)
- [96] SHIRZADI, A. A. a E. R. WALLACH. New method to diffusion bond superalloys. Science and Technology of Welding and Joining. 2013, 9(1), 37-40. ISSN 1362-1718. Dostupné z: [doi:10.1179/136217104225017125](https://doi.org/10.1179/136217104225017125)
- [97] SHIRZADI, A.A. a E.R. WALLACH. Novel Method for Diffusion Bonding Superalloys and Aluminium Alloys (USA Patent 6,669,534 B2, European Patent Pending). Materials Science Forum. 2005, 502, 431-436. ISSN 1662-9752. Dostupné z: [doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.502.431](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.502.431)
- [98] SHIRZADI, A. A. Solid-state diffusion bonding. Microjoining and Nanojoining. Elsevier, 2008, 234-249. ISBN 9781845691790. Dostupné z: [doi:10.1533/9781845694043.2.234](https://doi.org/10.1533/9781845694043.2.234)

- [99] SHIRZADI, A. A. a E. R. WALLACH. New approaches for transient liquid phase diffusion bonding of aluminium based metal matrix composites. *Materials Science and Technology*. 2013, 13(2), 135-142. ISSN 0267-0836. Dostupné z: doi:10.1179/mst.1997.13.2.135
- [100] KUNDU, S., S. SAM a S. CHATTERJEE. Interfacial reactions and strength properties in dissimilar titanium alloy/Ni alloy/microduplex stainless steel diffusion bonded joints. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, 560, 288-295. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2012.09.069
- [101] PODDAR, D. Solid-state diffusion bonding of commercially pure titanium and precipitation hardening stainless steel. *International Journal of Recent Trends in Engineering*: 2009, 5(1), 93-99. ISSN: 2158-5563 Dostupné z: proquest.com/scholarly-journals/solid-state-diffusion-bonding-commercially-pure/docview/940971640/se-2
- [102] WANG, B., S. S. JIANG a K. F. ZHANG. Pulse current auxiliary TLP diffusion bonding of SiCp/2024Al composite sheet using mixed Al-Cu-Ti powder interlayer. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2013, 65(9-12), 1779-1784. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-012-4299-5
- [103] WANG, Y., G. LUO, J. ZHANG, Q. SHEN a L. ZHANG. Effect of silver interlayer on microstructure and mechanical properties of diffusion-bonded Mg-Al joints. *Journal of Alloys and Compounds*. 2012, 541, 458-461. ISSN 0925-8388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2012.06.120
- [104] MAZAR ATABAKI, M. a J. IDRIS. Low-temperature partial transient liquid phase diffusion bonding of Al/Mg₂Si metal matrix composite to AZ91D using Al-based interlayer. 2012, 34, 832-841. ISSN 02613069. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2011.07.021
- [105] MAZAR ATABAKI, M., J.N. WATIB, J.B. IDRIS. Transient liquid phase diffusion bonding of stainless steel 304 using copper and aluminium filler interlayers. *Metallurgical and Materials Engineering*, 2012, 18(3), 177-186. ISSN: 2217-8961. Dostupné z: metall-mater-eng.com/index.php/home/article/view/250
- [106] KOLAŘÍK, L., J. SUCHÁNEK. Quo vadis svařování?. *MM Průmyslové spektrum* 1-2, 2014, monotematická příloha Spojování a dělení materiálů, s. II-III
- [107] KOPEC, B. a kolektiv: *Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí. ČNDT, CERM s.r.o., Brno, 2008. 169 s. ISBN: 978-80-7204-591-4*
- [108] KAZAKOV, N.F.: O processe obrazovanija sojedenenija materialov při diffuzionnoj svarke, *Svaročnoje proizvodstvo*, č.9, 1973, s. 48-50

- [109] HENKE, H.: Elektromagnetische Felder: Theorie und Anwendung. 5. Berlin: Springer, 2011. ISBN 978-3-662-46918-7

10. SEZNAM PUBLIKACÍ AUTORA

- [V1] NACHTNEBL, P., L. KOLAŘÍK, M. KOLAŘÍKOVÁ a P. VONDROUŠ. Diffusion welding of structural steel E295. TECHNOLOGICAL FORUM 2014: 5th International technical conference. Jaroměř: TISK AS, 2014, 5(1), 121-126. ISBN 978-80-87583-10-4
- [V2] KOLAŘÍK, L., J. JANOVEC, M. KOLAŘÍKOVÁ a P. NACHTNEBL. Influence of Diffusion Welding Time on Homogenous Steel Joints. Procedia Engineering. 2015, 100, 1678-1685. ISSN 18777058. Dostupné z: doi:10.1016/j.proeng.2015.01.543
- [V3] NACHTNEBL, P., U. REISGEN, G. NATOUR, W. BEHR, L. STEIN a L. KOLAŘÍK. Diffusion welding of homogeneous joints of alloy AlMg3. TECHNOLOGICAL FORUM 2016: 7th International technical conference. Jaroměř: TISK AS, 2016, 7(1), 101-108. ISBN 978-80-87583-17-3
- [V5] NACHTNEBL, P., L. KOLAŘÍK a L. FOREJTOVÁ. Testing Methods for Diffusion Welding. Materials Science Forum. 2018, 919, 404-410. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.919.404
- [V6] NACHTNEBL, P., L. KOLAŘÍK, L. FOREJTOVÁ, U. REISGEN a W. BEHR. Ultrasonic Testing of Diffusion Bonded Joints of AlMg3. Manufacturing Technology. 2018, 18(2), 289-294. ISSN 12132489. Dostupné z: doi:10.21062/ujep/93.2018/a/1213-2489/MT/18/2/289
- [V7]*připravený článek k publikaci: NACHTNEBL, P., L. KOLAŘÍK, P. BENEŠ, N. HANEKLAUS, L. STEIN, U. REISGEN, H. GLUCKLER, W. BEHR, G. NATOUR. Electrical testing and phased array of diffusion bonded AlMg3-joints. In: Journal of Materials Processing Technology or Manufacturing Technology or Metal 2022 etc.

POZN.: Tučně jsou označeny publikace přímo související s disertační prací, kde jsou uvedeny dílčí výsledky disertační práce.

** U publikace [V7] probíhá v současné době recenzní řízení*