

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

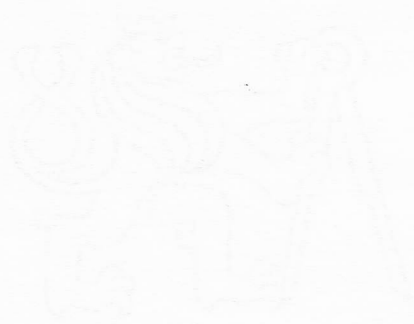
**FAKULTA
STROJNÍ**



**TEZE
DISERTAČNÍ
PRÁCE**

CHRYSLER GROUP
FINANCIAL SERVICES
GROUP

FINANCIAL
SERVICES



1954-1959
1960-1969
1970-1979

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE

TEZE DISERTAČNÍ PRÁCE

Možnosti nedestruktivního hodnocení
kvality difúzních spojů

Ing. Pavel Nachtnebl, IWE

Doktorský studijní program: *Strojní inženýrství*

Studijní obor: *2303V002 – Strojírenská technologie*

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

Teze disertace k získání akademického titulu "doktor", ve zkratce "Ph.D."

Praha

02/2022

Název anglicky:

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

Disertační práce byla vypracována v kombinované formě doktorského studia na Ústavu strojírenské technologie Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Disertant:

Ing. Pavel Nachtnebl, IWE (pnachtnebl@gmail.com)
Ústav strojírenské technologie, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Technická 4, 166 07 Praha 6 – Dejvice

Školitel:

doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE (ladislav.kolarik@fs.cvut.cz)
Ústav strojírenské technologie, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Technická 4, 166 07 Praha 6 – Dejvice

Oponenti:

prof. Ing. Antonín Kříž, Ph.D., IWE (kriz@kmm.zcu.cz)
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie, Fakulta strojní ZČU v Plzni,
Univerzitní 22, 301 00 Plzeň

prof. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D., IWE (ivo.hlavaty@vsb.cz)
Katedra mechanické technologie, Fakulta strojní TU Ostrava
17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D., EWE (jaromir.moravec@tul.cz)
Katedra strojírenské technologie, Fakulta strojní TU v Liberci
Studentská 1402/2, 461 17 Liberec 1

Teze byly rozeslány dne: 23-05-2022

Obhajoba disertace se koná dne 13-06-2022 v 10:00 hod.
v zasedací místnosti 63-118 STPV ~~č. 17 (v přízemí)~~ Fakulty strojní ČVUT v Praze,
Technická 4, Praha 6 před komisí pro obhajobu disertační práce ve studijním
oboru 2303V002 – Strojírenská technologie.

S disertací je možno se seznámit na oddělení vědy a výzkumu Fakulty strojní
ČVUT v Praze, Technická 4, Praha 6.

prof. Ing. Jan SUCHÁNEK, CSc.

předseda oborové rady oboru 2303V002 – *Strojírenská technologie*
Fakulta strojní ČVUT v Praze

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

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, phased array

University: CTU in Prague, Mechanical Engineering Faculty

Institute: 12133 – Manufacturing technology institute

Year of publication: 2021

Author: Ing. Pavel Nachtnebl, IWE

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

Obsah

ABSTRAKT	6
ABSTRACT	7
Obsah	8
1. SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY	9
2. CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE	12
3. METODY ZPRACOVÁNÍ	14
3.1 První experiment	15
3.1.1 Metalografická analýza	16
3.1.2 Vyhodnocení prvního experimentu	20
3.2 Druhý experiment	20
3.2.1 Metalografická analýza	21
3.2.2 Rastrovací elektronový mikroskop	24
3.2.3 Impedanční charakteristika a elektrická rezistivita	24
3.2.4 Ultrazvuková defektoskopie	26
3.3 Třetí experiment	28
3.3.1 Metalografická analýza	30
3.3.2 Rastrovací elektronový mikroskop	33
3.3.3 Impedanční charakteristika a elektrická rezistivita	34
3.3.4 Ultrazvuková defektoskopie	35
4. VÝSLEDKY	41
5. ZÁVĚR	50
Publikace související s tématem disertace	53
Seznam použité literatury v tezích	53
Ohlasy a recenze	58

1. SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY

Technologii difúzního svařování jako první navrhl a patentoval profesor N. F. Kazakov [1], [26] z Moskevského technologického institutu. V roce 1964 K. 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 dosažení 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“ [8] 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 dalším 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 [9].

Difúzní svařování se zvláště využívá pro spojování obtížně svařitelných materiálů, nebo v těch případech, kdy nemohou být použity běžné metody tavného svařování. Metody difúzního svařování se též využívá ke svařování kombinovaných materiálů (heterogenních spojů). Tyto spoje se vyrábějí z širokého sortimentu materiálů s různými strukturami, včetně použití mezivrstev. 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. [V1], [V3]

Současný výzkum v Česku, který se zabývá konkrétní problematikou difúzního spojování, probíhá zejména v akademickém prostředí. Na ČVUT v

Praxe byla vytvořena v roce 2015 habilitační práce L. Kolaříka [9], která zkoumala problematiku difúzního svařování titanu s korozivzdornou ocelí v inertní ochranné atmosféře. V [9] 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] a například vědecké publikace [V1], [V2] a [V3].

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 [34].

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 [35]).

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.

V oblasti difúzního spojování jsou publikační aktivity vědecko-výzkumných kolektivů, zabývajících se touto problematikou poměrně rozsáhlé. 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.

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 [9]) 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 [10].

Autor 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“ [11] 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.

Na konferenci LÖT 2016 v Aachen W. Tillmann a N. Sievers prezentovali výsledky svého výzkumu [27], který se zabýval aplikací měření elektrické rezistivity pro zjištění kvality pájených spojů. V roce 2016 vznikla mezinárodní výzkumná skupina BONDTEST [29], 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).

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 [16], 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. [V5] 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 [27] a [V5], což je působivým řešením, jak se dozvědět informace o kvalitě difúzní vazby, aniž by došlo ke zničení vyrobené součásti pomocí difúzního spojování (svařování).

2. 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 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 [27]), které má aktuálně uplatnění v oblasti měření palivových článků a elektrických akumulátorů [13], [22], [24].

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], [17], [25]), hned po kombinaci heterogenního spoje Ti-ocel.

Hlavním cílem disertační práce bylo stanovení: **Navrhnout nové způsobu nedestructivní 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.**

Byly vytipované 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, a to že vznikla mezinárodní výzkumná skupina BONDTEST [29], 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 [27] 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. [22]

Hlavní cíl byl stanoven i vzhledem ke skutečnosti, že většina vědeckých prací 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 bylo použito pro vytvoření potřebných experimentálních vzorků a dosažení výzkumného cíle.

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.

3. METODY ZPRACOVÁNÍ

Jako vhodnější pro experimenty je spojování homogenních spojů, protože ověření NDT metod je lépe proveditelné na homogenních difúzních spojích. Byla zvolena hliníková slitina AlMg3 (EN AW-5754). Vhodné metody NDT pro zkoušení difúzních spojů a ověření kvality svarů v disertační práci byly zvoleny na základě rešerše odborné literatury a vědeckých článků. Dostupné informace od výzkumné skupiny BONDTEST [27] 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 [27] 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.

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).

Pro naplnění jednotlivých dílčích cílů a hlavního cíle 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:

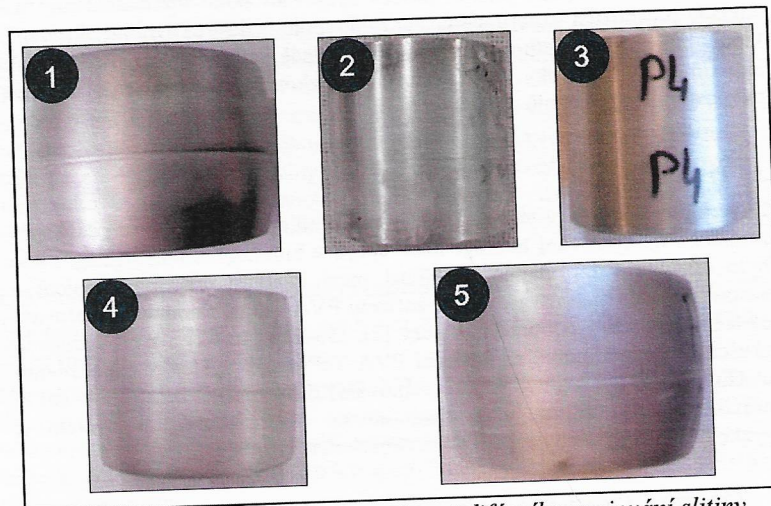
Vytvořit difúzní spoje, jejichž proces spojování bude optimalizovaný na základě přechozích experimentů. Podrobit spoje nedestruktivnímu zkoušení, které bude také optimalizováno na základě výsledků z předchozích experimentů. Výsledky nedestruktivního zkoušení porovnat s reálnou pevností difúzních spojů.

3.1 První experiment

Experiment popsaný v této kapitole je rozdělen do tří částí. První část byla zaměřena na svařování homogenních spojů z hliníkové slitiny AlMg3, 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.

Tabulka 1 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 1 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.

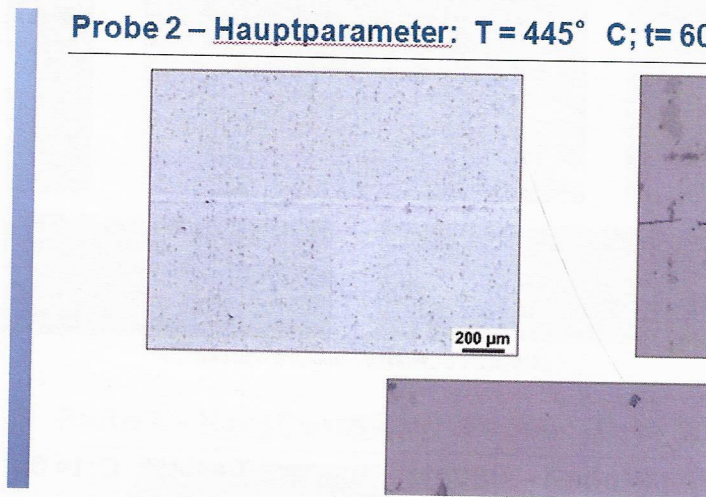
Vzorek byl v pracovní komoře umístěn uprostřed přítlačných desek. Takovou situaci znázorňuje obrázek 39. Teplota procesu byla snímána dvěma termočlánky, které byly umístěny, co nejbliže ke stěně vzorku tak, aby teplota byla co nejpřesněji měřena a vyjadřovala skutečnou teplotu vzorku.

3.1.1 Metalografická analýza

Výsledky všech pěti vzorků prvního experimentu ukazují metalografické snímky 45 až 49. Na snímcích lze pozorovat, že čas svařování neměl velký

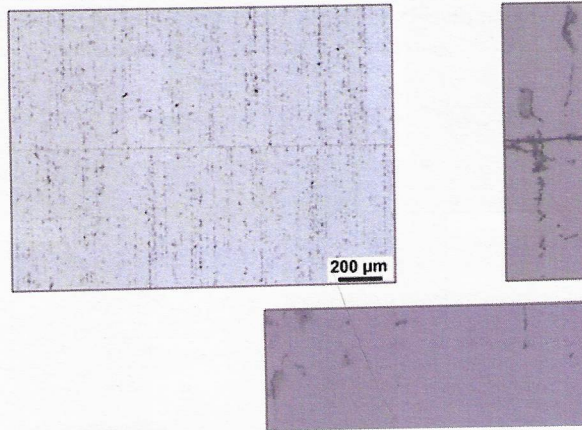
vliv na podobu svarového rozhraní. Teoreticky by mělo svarové rozhraní u homogenního spoje být po procesu difúzního svařování nerozpoznatelné (obr. 19). V tomto případě, je možné v rozhraní indikovat tmavé vrstvy o tloušťce 1,5 až 2,1 μm a tmavé částice, které byly dále analyzovány.

Probe 2 – Hauptparameter: $T = 445^\circ \text{C}$; $t = 60$



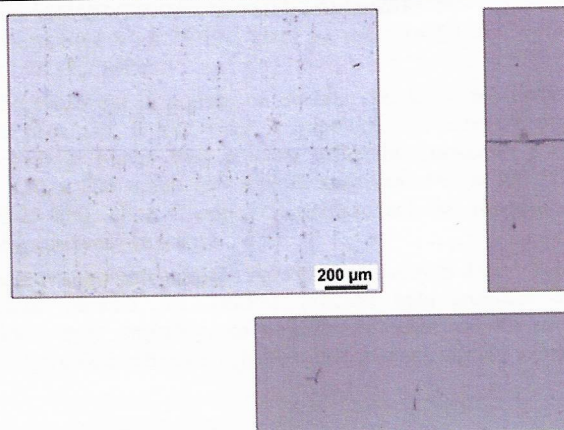
Obrázek 2 Mikrostruktura vzorku 1

Probe 3 – Hauptparameter: $T = 445^{\circ} \text{C}$; $t = 60$



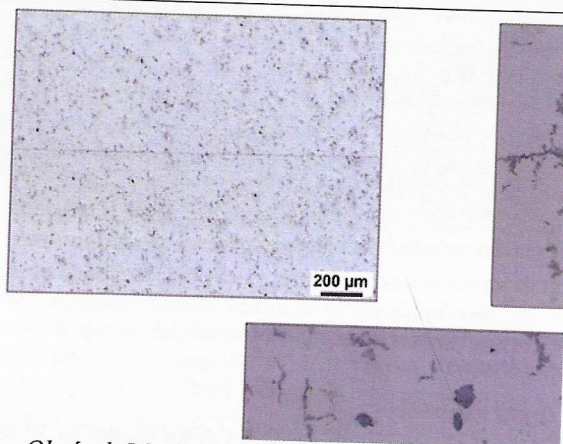
Obrázek 3 Mikrostruktura vzorku 2

Probe 4 – Hauptparameter: $T = 445^{\circ} \text{C}$; $t = 60$



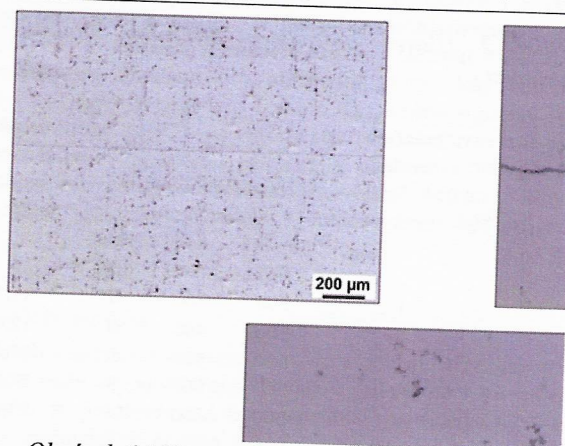
Obrázek 4 Mikrostruktura vzorku 3

Probe 5 – Hauptparameter: $T = 500^{\circ} \text{C}$; $t = 18$



Obrázek 5 Mikrostruktura vzorku 4

Probe 6 – Hauptparameter: $T = 500^{\circ} \text{C}$; $t = 31$



Obrázek 6 Mikrostruktura vzorku 5

3.1.2 Vyhodnocení prvního experimentu

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. Dále bylo v rámci druhého experimentu ověřeno, jakým způsobem se rozkládá přítlačná síla v difúzní komoře. Zařízení bylo nastaveno a kontrolováno, aby v maximální možné míře odpovídalo programovému nastavení parametrů a průběhu procesu.

Příprava stykových (kontaktních ploch) byla stejná, tj. obráběním. 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).

3.2 Druhý experiment

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 po dobu dvou minut.

Tabulka 2 Hlavní parametry difúzního spojování pro druhý experiment

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



Obrázek 7 Vytvořené vzorky svarových spojů z druhého experimentu

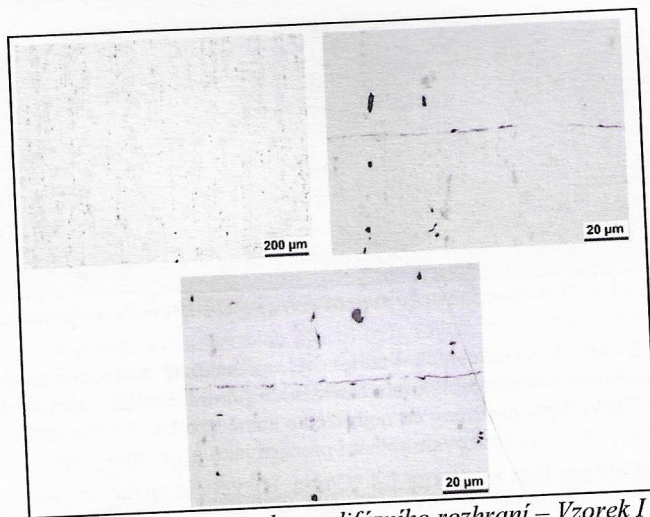
Pro další výrobu zkušebních vzorků byl na základě testování rozdělení přitlaku vzorek v pracovní komoře umístěn do přední části přitlačných desek a termočlásky byly umístěny co nejbližší ke stěně vzorku. Termočlásky byly vyměněny, aby se neopakovalo selhání procesu jako při prvním experimentu.

Rychlost ohřevu byla nastavena $1,4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Hlavní čas spojování byl zvolen 300, 400 a 500 minut při teplotě spojování $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pod přitlakem 9 kN (tabulka 9).

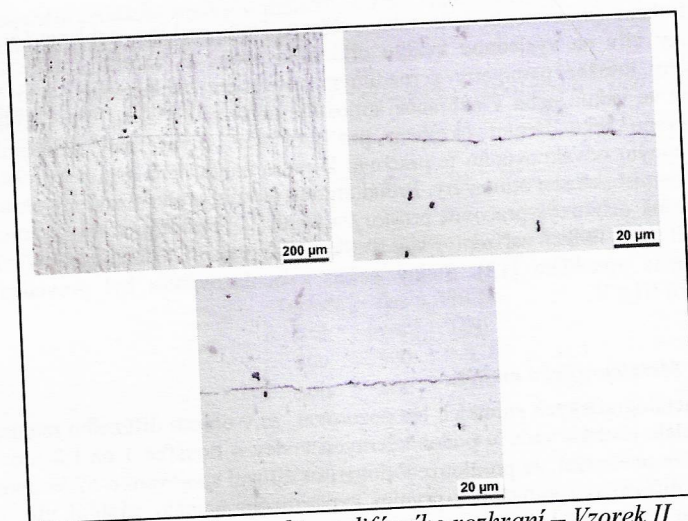
V druhém experimentu bylo také ověřeno, jestli rychlost ochlazování má nějaký vliv na výslednou kvalitu difúzního spoje. U vzorků I a IV byly použity totožné parametry s rozdílným způsobem ochlazování, a to buď volně ve vakuu nebo v ochranné atmosféře argonu. Zařízení PVA TePla je vybaveno sekundárním okruhem pro asistenční plyny, kdy současně s postupným odvakováním 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 [12]. Stejný pokus s ochlazováním byl proveden u vzorků III a V.

3.2.1 Metalografická analýza

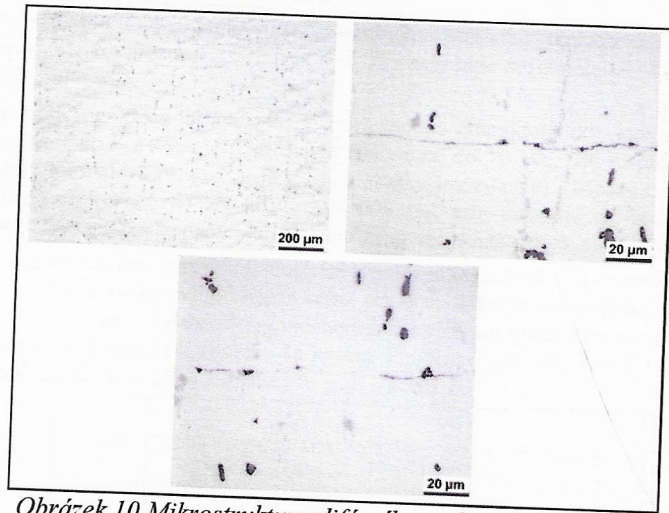
Na metalografických snímcích lze pozorovat, že v oblasti difúzního rozhraní se nadále nachází vady v podobě černých vrstev o tloušťce 1 až $1,8\text{ }\mu\text{m}$. Z toho lze pozorovat, že prodloužení doby pro difúzní spojování o 67 % oproti době difúzního spojování v prvním experimentu nemělo zásadní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



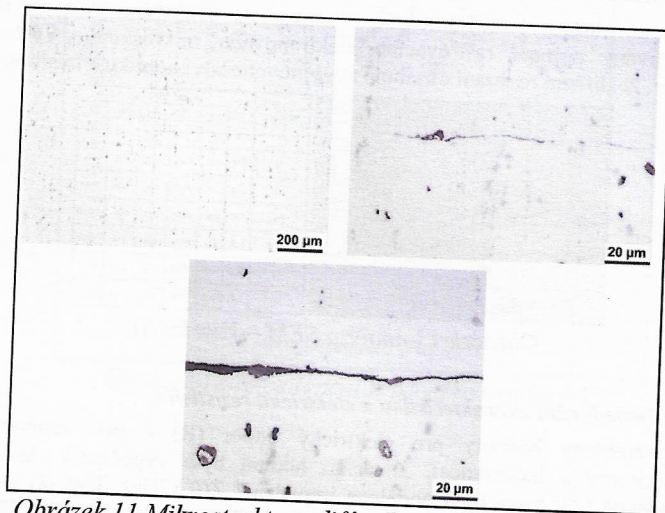
Obrázek 8 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek I



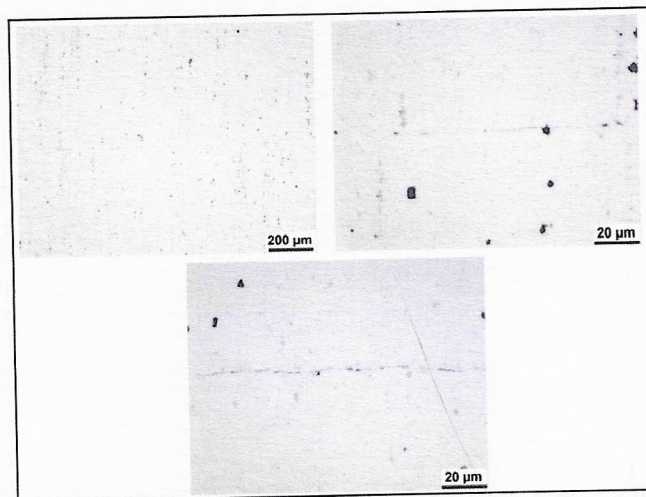
Obrázek 9 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek II



Obrázek 10 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek III



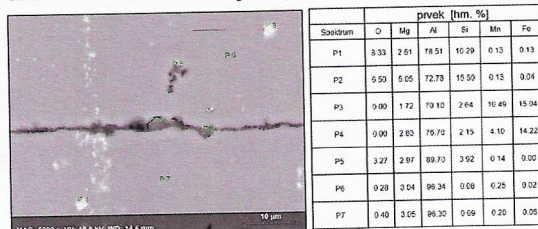
Obrázek 11 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek IV



Obrázek 12 Mikrostruktura difúzního rozhraní – Vzorek V

3.2.2 Rastrovací elektronový mikroskop

Chemické složení tmavých částic a vrstvy na svarovém rozhraní byly analyzovány pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Výsledky ukazují, že difúzní rozhraní obsahuje zvýšené množství hořčíku a kyslíku.



Obrázek 13 analýza SEM – Vzorku III

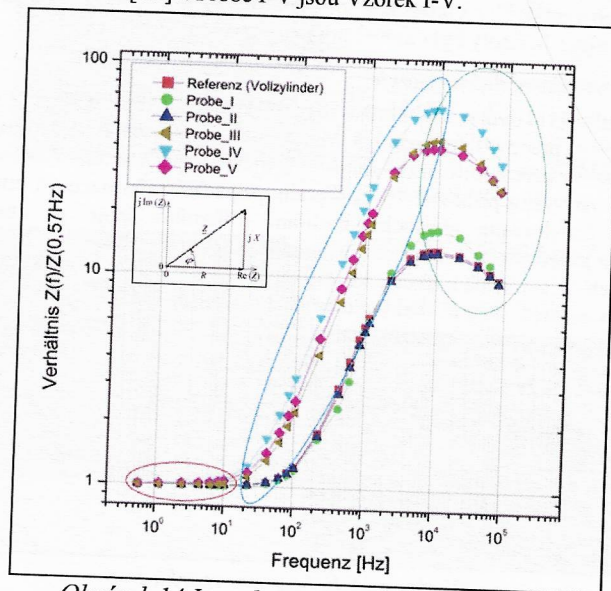
3.2.3 Impedanční charakteristika a elektrická rezistivita

Byly změřeny hodnoty pro elektrický odpor (R) a pro veličiny jX (kapacitance a induktance). Z těchto hodnot byla vypočítána 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 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. [19] [20] [21] [23]

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. Popis os k obrázku 14 je: osa Y – hodnota podílu $Z(f)/Z(0,57\text{Hz})$, osa X – frekvence [Hz] a Probe I-V jsou Vzorek I-V.



Obrázek 14 Impedanční křivky pro vzorky I-V

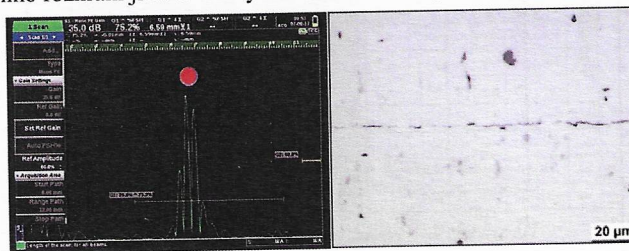
Tabulka 3 Naměřená elektrická rezistivita při stejnosměrném proudu

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

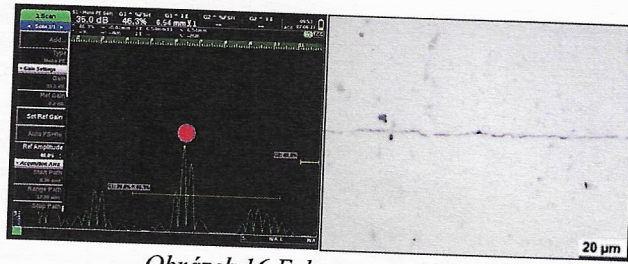
Elektrický odpor naměřený na referenčním vzorku dosahoval druhé nejvyšší hodnoty po vzorku II. Nejnižší hodnota elektrické rezistivity byla naměřena u vzorku I, nízké hodnoty byly naměřeny i na vzorcích III a V. [V5]

3.2.4 Ultrazvuková defektoskopie

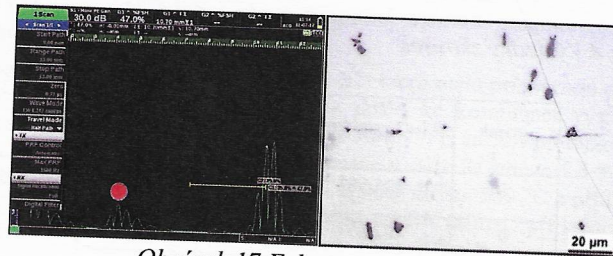
Pomocí ultrazvukového digitálního defektoskopu Sonatest Prisma a sondy RDT 2550 s pracovní frekvencí 5 MHz, která měla průměr 6,3 mm, bylo provedeno vyšetření difúzních spojů v druhém experimentu. Vzorky byly upraveny na výšku přibližně 15 mm podle případné deformace po difúzním procesu. Detekované akustické rozhraní difúzního spoje je označeno červeným kolečkem v echogramu a hodnotou intenzity registrace defektu v procentech z vyslaného akustické signálu. Hodnoty echa odraženého od difúzního rozhraní jsou uvedeny v tabulce 4 – sloupec UT. [V6]



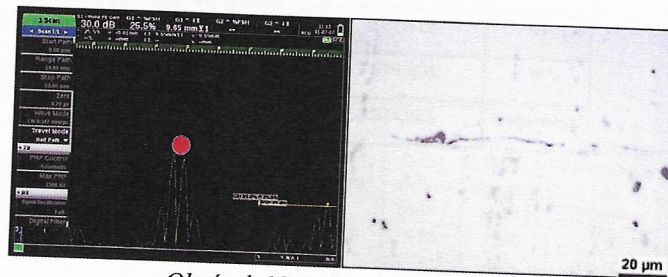
Obrázek 15 Echogram vzorku I



Obrázek 16 Echogram vzorku II



Obrázek 17 Echogram vzorku III



Obrázek 18 Echogram vzorku IV

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

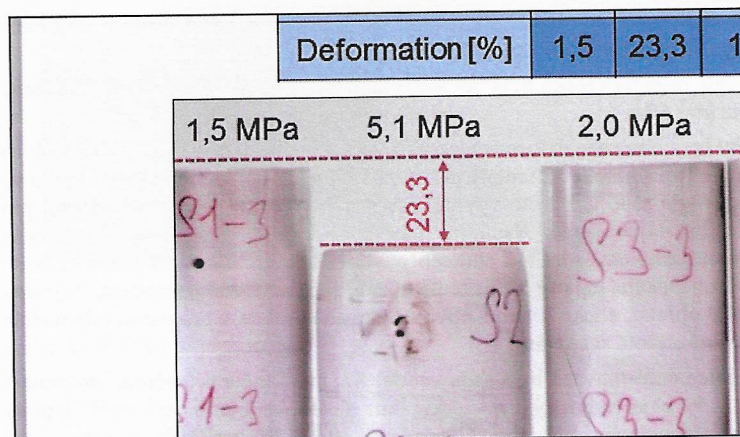
Každá sada tří vzorků byla umístěna tak, aby byl tlak rovnoměrně rozložený (viz obr. 80).

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 termočlánu. 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 přítláčné síly 30 kN. Při zachování teploty difúze 500 °C a přítláčné 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 přítláčné síly 12 kN. U sad S4 a S5 byla zvolena totožná teplota difúze i přítláčné 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 5 Hlavní parametry 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



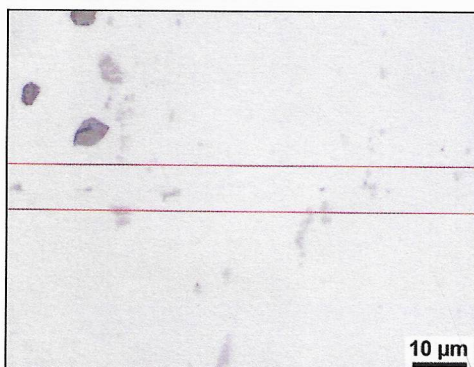
Obrázek 20 Vzorky ve třetím experimentu

3.3.1 Metalografická analýza

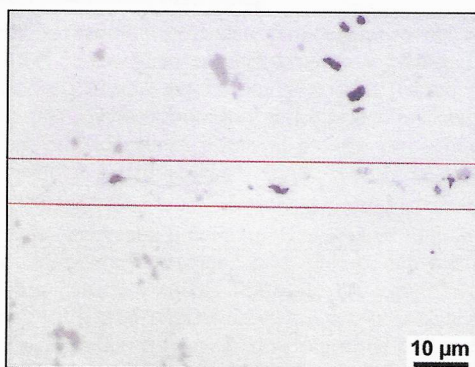
V difúzním rozhraní jsou viditelné vady, které se nachází vždy uprostřed snímku (ohraničeno červenými čarami), skládající se z tmavé vrstvy a částic o velikosti 0,5-1,8 μm .

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).

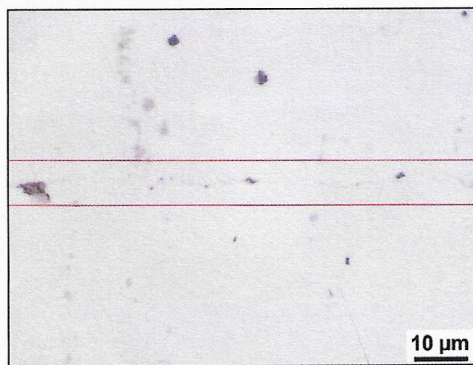
Širší (viditelnější) linii vad v difúzním rozhraní obsahují sady vzorků S3, S4 a S5. Difúzní rozhraní vzorku S4 obsahuje nepřerušenu linii vad, která je doplněna místně většími částicemi, které jsou znázorněny na obrázku 92. Vzorek sady S5 má strukturu linie spojení podobnou vzorku S4 (obr. 92), ale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



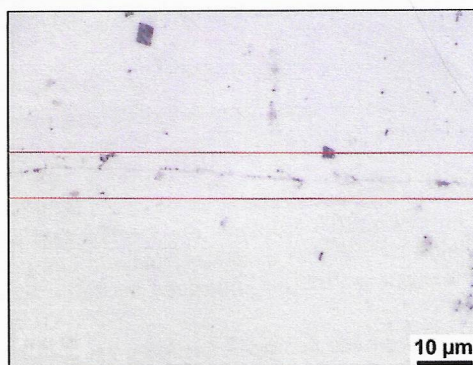
Obrázek 21 Difúzní rozhraní vzorku S1



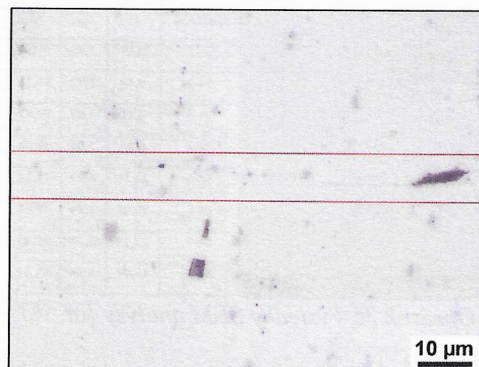
Obrázek 22 Difúzní rozhraní vzorku S2



Obrázek 23 Difúzní rozhraní vzorku S3



Obrázek 24 Difúzní rozhraní vzorku S4

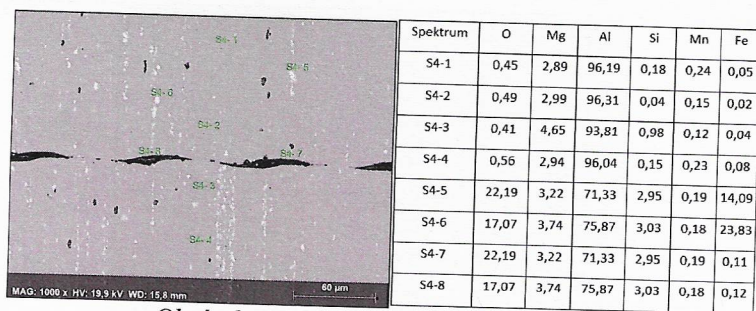


Obrázek 25 Difúzní rozhraní vzorku S5

3.3.2 Rastrovací elektronový mikroskop

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 .

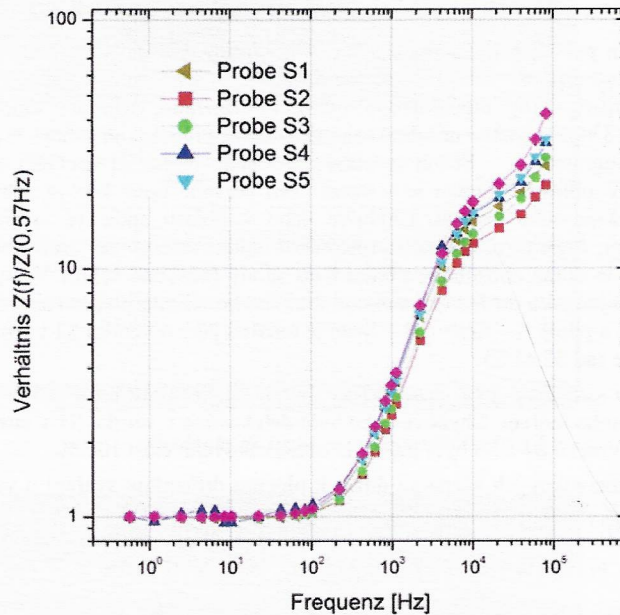


Obrázek 26 Výsledky SEM analýzy [at. %]

3.3.3 Impedanční charakteristika a elektrická rezistivita

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]



Obrázek 27 Graf impedančních křivek vzorků S1-S5

3.3.4 Ultrazuková defektoskopie

Na snímcích 99 až 103 jsou zachyceny ultrazukové 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 ultrazukového echa. Žlutá barva je definována 50% intenzitou odraženého echa a barva bledě modrá znázorňuje intenzitu signálu do 10 %.

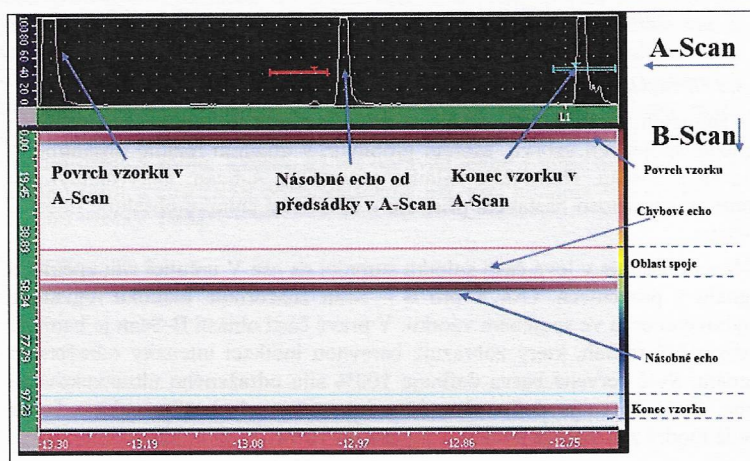
V případě špatného difúzního spojení materiálu došlo k registraci odraženého ultrazukového echa od akustických rozhraní mezi jednotlivými difúzně

spojenými částmi vzorků. Pokud došlo k optimálnímu difúznímu spojení obou vzorků, nebylo toto echo od jednotlivých rozhraní zaznamenáno.

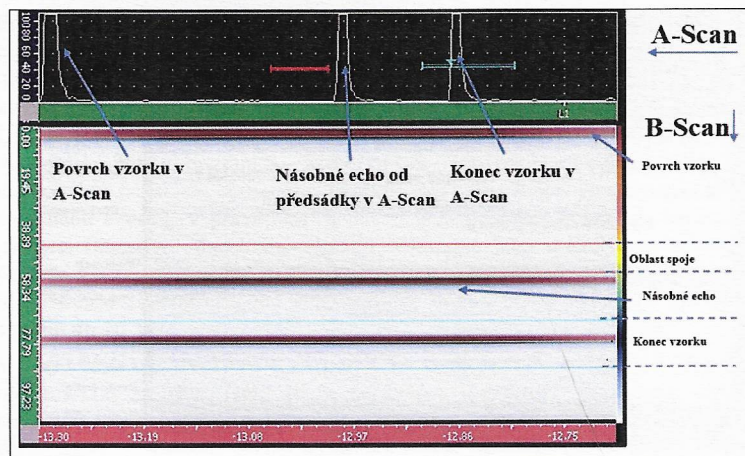
Echogram pro vzorek S1 na obrázku 99 v oblasti A-Scan zachycuje v levé části echo od povrchu. Červenou úsečkou je vyznačeno místo spoje, kde je zaznamenaný slabý ultrazvukový odraz z difúzního rozhraní, který má intenzitu 8 %. Následuje násobné echo způsobené předsádkou sondy. V pravé části echogramu 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 %.

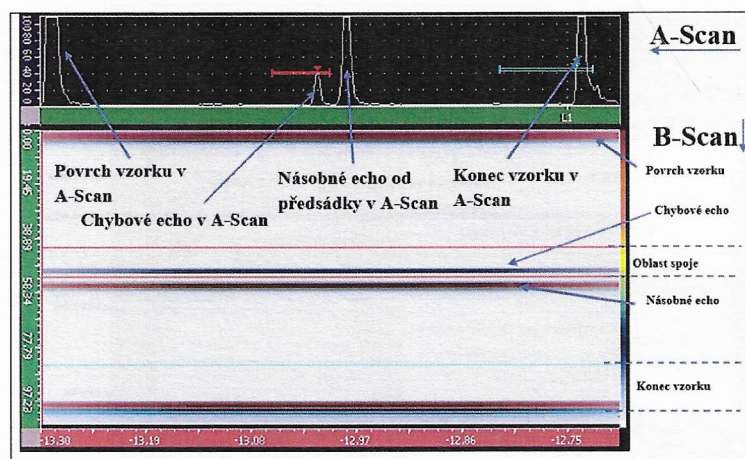
Podle ultrazvukových záznamů došlo k plnému difúznímu svaření u vzorků S1 a S2. K částečnému spojení došlo u vzorků S3. U vzorků S4 a S5 bylo v oblasti difúzního spoje detekováno významné akustické rozhraní, z čehož lze usuzovat, že u těchto vzorků ke spojení v žádané kvalitě nedošlo. [V7]



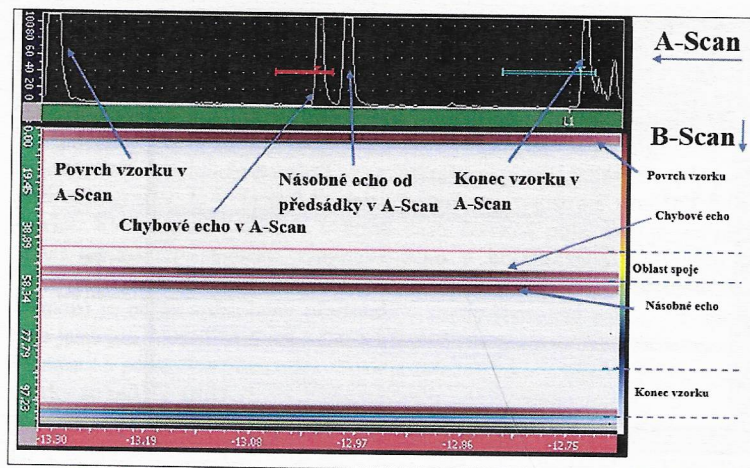
Obrázek 28 Echogram vzorku sady S1



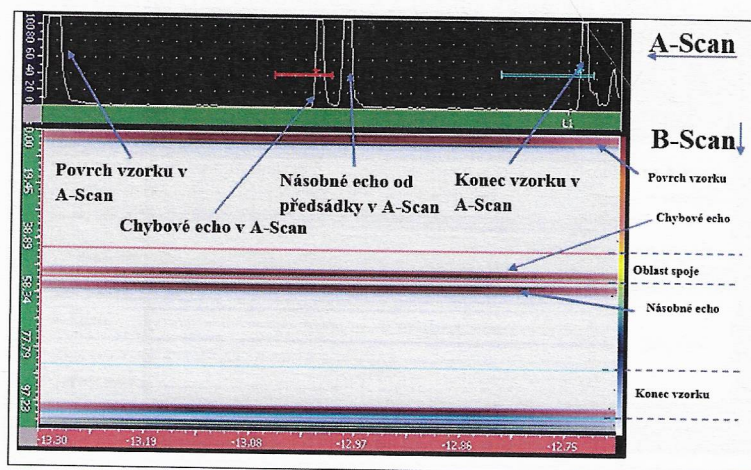
Obrázek 29 Echogram vzorku sady S2



Obrázek 30 Echogram vzorku sady S3



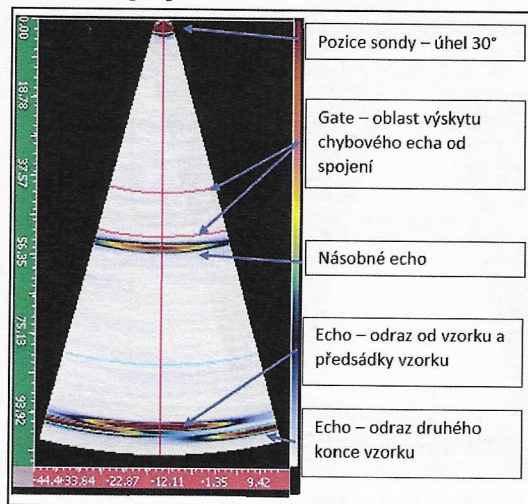
Obrázek 31 Echogram vzorku sady S4



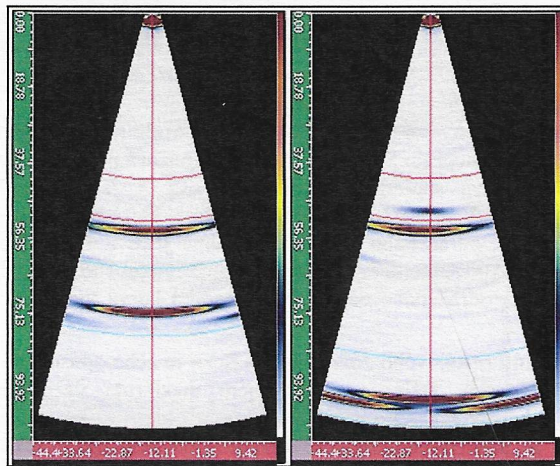
Obrázek 32 Echogram vzorku sady S5

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. Ultrazvukové 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 ultrazvukového echa, žlutá barva je 50% intenzita odraženého echa a bledě modrá barva vyjadřuje intenzitu signálu do 10 %.

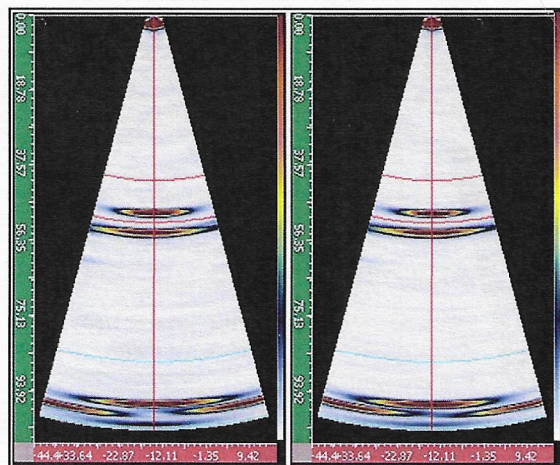
V horní části ultrazvukového záznamu S – Scan je echo způsobené odrazem od povrchu vzorku. Dále je v červeném mezikruží vyznačena oblast chybového echa od difúzního spojení. Za touto oblastí je výskyt násobného echa, které je jako u předchozích režimů způsobeno předsádkou sondy. Násobné echo spolu s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



Obrázek 33 S – Scan pro vzorek ze sady S1



Obrázek 34 S – Scan pro vzorek ze sad S2 a S3



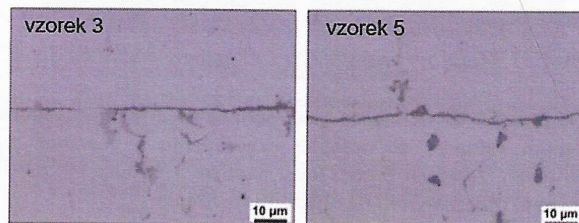
Obrázek 35 S – Scan pro vzorek ze sad S4 a S5

4. VÝSLEDKY

První experiment

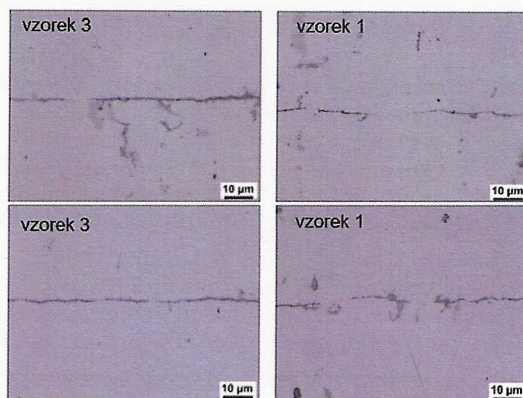
Cílem prvního experimentu bylo najít vhodné parametry difúzního svařování včetně určení vhodné přípravy stykových ploch pro zvolenou slitinu AlMg3 (EN AW-5754) na základě metalografického rozboru difúzně spojených vzorků 1 až 5. Výstupem prvního experimentu jsou metalografické výbrusy, na jejichž základě 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.



Obrázek 36 Metalografie vzorku 3 (vlevo) a vzorku 5 (vpravo)

Je však pozorovatelné, že při použití přítláčné síly 25 kN u vzorku 1 a přítláčné 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 %.



Obrázek 37 Metalografie vzorku 1 (vpravo) a vzorku 3 (velvo)

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).

Druhý experiment

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.

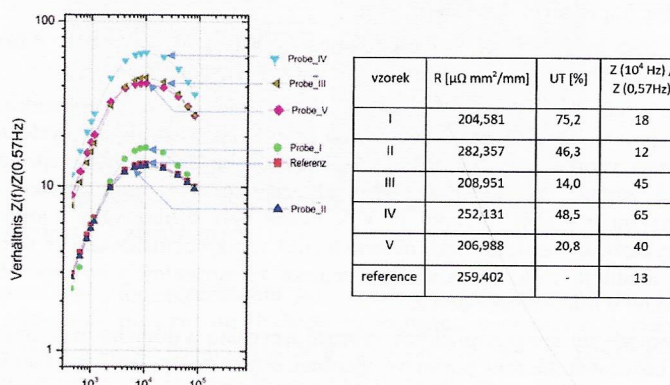
Zároveň bylo ověřováno, zda existuje vliv způsobu ochlazování vzorků na konci procesu svařování (argon nebo volně ve vakuu) na výslednou deformaci vzorků a jejich kvalitu. Změna způsobu ochlazování nepřinesla zásadní změnu, kromě praktického zkrácení času výroby vzorku při ochlazování v argonu. Vzorky 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 38 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].

Třetí experiment

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 jeden vzorek 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]

Metallographische Analyse– Vergleich zwische



Obrázek 39 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 %. [28] – viz tabulka 15.

Tabulka 6 Hodnoty reálného chemického složení jednotlivých taveb slitiny AlMg3 (EN AW-5754)

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 ($R=290,3 \mu\Omega \times mm$).

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.

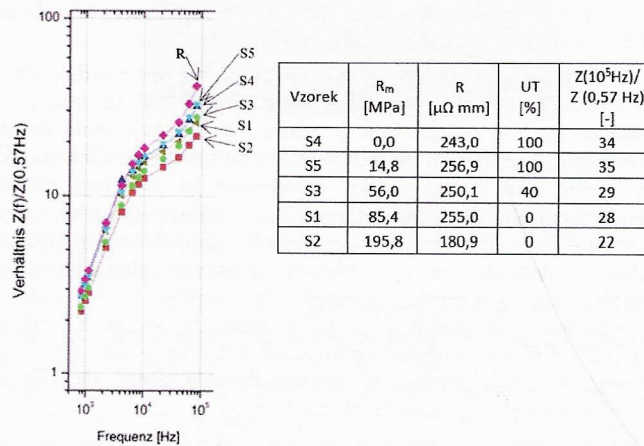
Vzorek ze sady S2 sice nevyhověl z hlediska deformace vzorků, ale měl nejmenší zjištěnou hodnotu elektrické rezistivity ($180,9 \mu\Omega \times mm$) a při metalografické analýze difúzní linie je patrné, že obsahuje malé množství vad, které nebyly detekovány ani jednou metodou ultrazvukového testování, 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 rozhráním 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 104 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. Nejlepší spoje z pohledu pevnosti byly vzorky S2, které dosahují při frekvenci 105 Hz hodnoty impedančního poměru $Z(f)/Z(0,57Hz)=22$. Druhé nejlepší výsledky ukazují vzorky ze sady S1, které dosahují hodnoty $Z(f)/Z(0,57Hz)=28$. Se stoupající hodnotou $Z(f)/Z(0,57Hz)$ 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. Vzorek ze sady S1 má

hodnotu elektrické rezistivity o 4,7 % vyšší oproti vzorku ze sady S4, ale u vzorku 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]

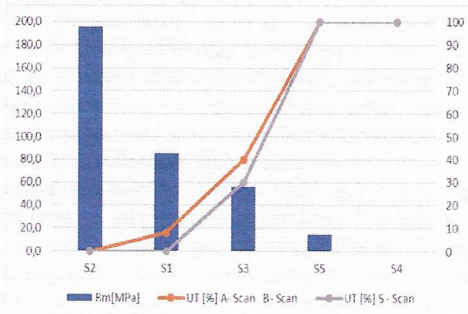


Obrázek 40 Výřez z grafu impedančních křivek vzorků sad S1-S5

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 7 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 41 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]

5. 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 pět 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] a konkrétní výsledky této disertační práce byly publikovány v článcích [V2] a [V3].

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. Zkušenosti s rozhraním spojů a povrchovou vrstvou byly publikovány ve [V4].

Pro NDT kontrolu difúzních spojů byly vybrány metody ultrazvukové defektoskopie a zjišťování elektrických vlastností [V5], které byly porovnány se standardními 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 proměřování elektrické rezistivity difúzí 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.

Publikace související s tématem disertace

- [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
- [V4] KOLAŘÍKOVÁ, M. a P. NACHTNEBL. Properties of interface between manganese-boron steel 22MnB5 and coating Al-Si. METAL 2016: Conference Proceedings. Ostrava: Tanger, 2016, 25(1), 735-740. ISSN 2694-9296. Dostupné z: <https://www.confer.cz/metal/2016>.
- [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

Seznam použité literatury v tezích

- [1] KAZAKOV, 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 zvrávanie kombinovaných kovov. Trnava, 2013. Diplomová práce. MTF STU Trnava. Vedoucí práce prof. Ing. Milan Turňa, PhD. IWE.
- [6] JÁŇA, M. Difúzne zvrávanie 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] KALPAKJIAN, S, S:R. SCHMID a Ewald WERNER. Werkstofftechnik. 5., aktualisierte Auflage. München: Pearson Studium, [2011]. ISBN 978-386-8940-060
- [9] KOLAŘÍK, L. Difúzní svařování titanu s korozivzdornou ocelí v inertní ochranné atmosféře. Praha, 2015. Habilitační práce. ČVUT v Praze.
- [10] 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.
- [11] LISON, R. Difussionsschweißen und seine Anwendung. 1. FZ Jülich: DVS-Verlag Düsseldorf, 1994.
- [12] PVA TEPLA Betriebsanleitung. PW M01 0218/06-A100125/GERMAN. Wettenberg, 2000.
- [13] BERNARD, A. B. A. Linear Kronig-Kramers Transform Test for Imittance Data Validation. J. Electrochem [online]. 1995, (1), 10 [cit. 2018-04-07]. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/partner/ecs>

- [14] 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
- [15] 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
- [16] 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
- [17] SHIRZADI, A. A. a G. SAINDRANAN. 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
- [18] 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
- [19] 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
- [20] 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/>
- [21] FJELD, H. Impedance spectroscopy: with emphasis on applications towards grain boundaries and electrodes. Department of Chemistry, University of Oslo, FERMiO, Gaustadalléen 21, NO-0349 Oslo, Norway, 2008.
- [22] 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

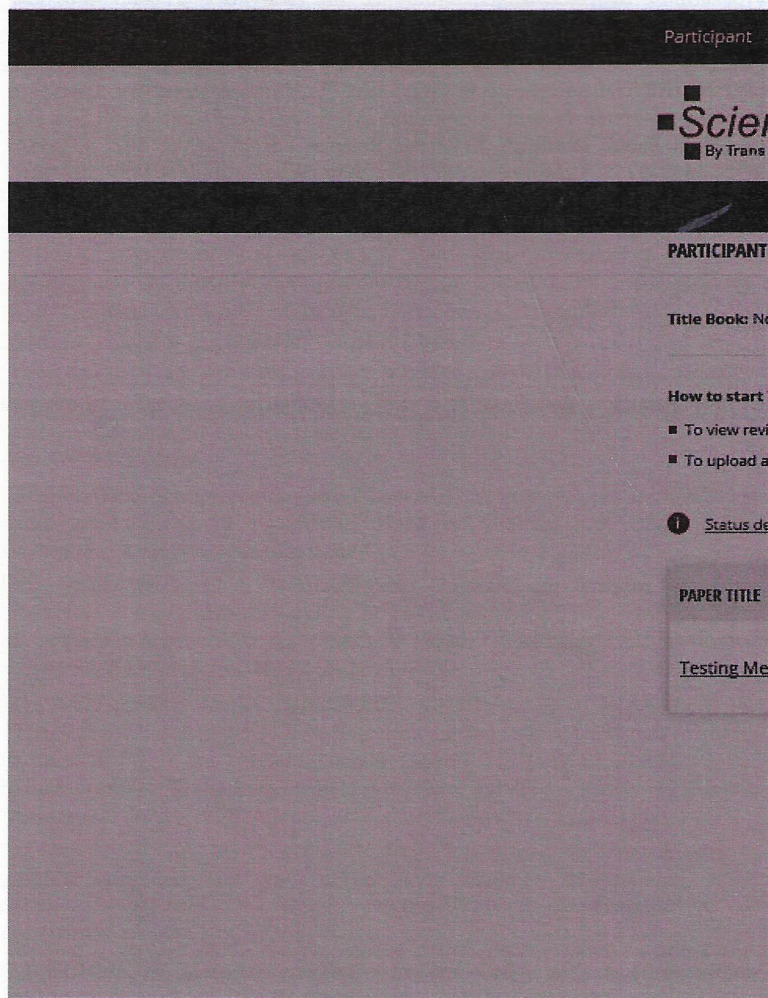
- [23] Dielectric Spectroscopy, Conductivity Spectroscopy, and Electrochemical Impedance Spectroscopy [online]. 2014, 1 [cit. 2021-01-15]. Dostupné z: http://www.novocontrol.de/php/intro_overview.php
- [24] BERA, T. K. Bioelectrical Impedance Methods for Noninvasive Health Monitoring: A Review. *Journal of Medical Engineering*. 2014, 2014, 1-28. ISSN 2314-5129. Dostupné z: doi:10.1155/2014/381251
- [25] SHIRZADI, A. A. *Advanced Joining Methods: The Open University, UK. Cambridge Joining Technology*, 2014.
- [26] KAZAKOV, N.F.: *Diffuzionaja svarka v vakuume*, Moskva, Mašinstrojenije, 1968, 332 s.
- [27] 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.
- [28] 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/>
- [29] 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/>
- [30] 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
- [31] 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
- [32] 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
- [33] TURŇA, M. Diffusion welding of Fe-W-Co alloy with structural carbon steel | Difuzne zvaranie Fe-W-Co zliatiny s konstrukčnou uhlíkovou ocel'ou. *Zvaranie Bratislava*. 1988, 37(7), 916-921.

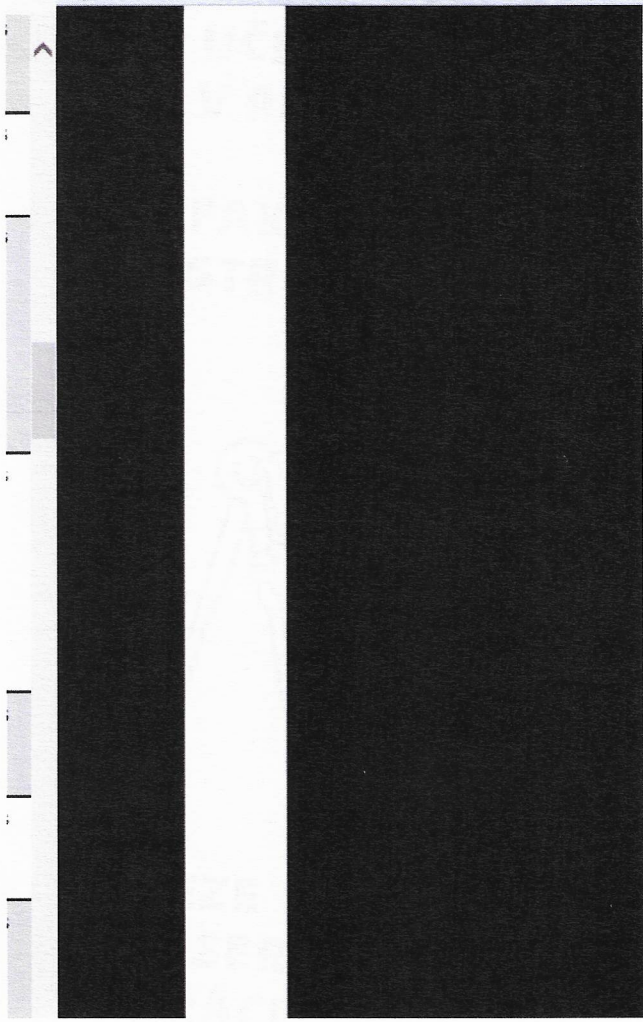
[34] JÁŇA, M., L. KOLAŘÍK, M. OŽVOLD, M. TURŇA. Transient Liquid Phase Welding of Aluminium to Magnesium Alloy Using Zinc Interlayer In: Proceedings of International Conference on Innovative Technologies IN-TECH 2013. Rijeka: Faculty of Engineering University of Rijeka, 2013, 421-424. ISBN 978-953-6326-88-4.

[35] 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

Ohlasy a recenze

Recenze k článku [V5]





Pavel Nachtnebl, La
Author (s)

Ultrasonic testing o
Full Paper Title

The reviewer evaluates its explanation.

- A - Excellent content of
- B - Very good content of
- C - Good content of the
- D - Satisfactory content
- E - Sufficient content of
- F - Failed content of the

B

The reviewer evaluates its

- A - High contribution of t
- B - Acceptable of the pap
- C - Acceptable with rema
- D - Non-acceptable of th

B

SCIENTIFIC LE

The Paper includ

