

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA JADERNÁ A FYZIKÁLNĚ INŽENÝRSKÁ

KATEDRA MATERIÁLŮ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vliv granulometrie prášku na mechanické a únavové vlastnosti kineticky deponovaného titanu

Autor: Štěpán Hortlík, Dis.

Vedoucí práce: Ing. Ondřej Kovářík, Ph. D.

Praha, 2024



I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Hortlík** Jméno: **Štěpán** Osobní číslo: **509493**
 Fakulta/ústav: **Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská**
 Zadávací katedra/ústav: **Katedra materiálů**
 Studijní program: **Fyzikální inženýrství**
 Specializace: **Fyzikální inženýrství materiálů**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Vliv granulometrie prášku na mechanické a únavové vlastnosti kineticky deponovaných čistých kovů

Název bakalářské práce anglicky:

The effect of feedstock powder on mechanical and fatigue properties of cold sprayed pure metals

Pokyny pro vypracování:

Kineticky nanášené (cold spray) materiály jsou stále častěji používány v aplikacích, kde je vyžadována jejich pevnost a odolnost proti šíření trhlin. Může se jednat o aditivní výrobu nových komponentů jak popisuje [1], případně o opravy opotřebovaných dílů, např. oprava Al potahu letounu popsána v [2]. Slabým místem těchto materiálů je rozhraní mezi jednotlivými částicemi nanášeného prášku. Studie prováděná ve spolupráci s ÚFP AVČR v.v.i. a HSU Hamburk se soustřeďuje právě na vliv rozhraní a zkoumá jeho, kvalitu, velikost a rozložení v materiálu v závislosti na velikosti částic nanášeného prášku. Sadou unikátních metod vyvinutých na kmat-FJFI-ČVUT (viz [3]) pak budou testovány inženýrské vlastnosti výsledného materiálu.

Osnova práce:

rešerše: Kinetická depozice, princip, specifika a aplikace

rešerše: Charakterizace kineticky nanášených materiálů, nehomogenita, anizotropie, typické vlastnosti

charakterizace: mikrostruktura a složení nástřiků (řádovací elektronová mikroskopie), lokální mechanické vlastnosti (nanoindentace)

experiment: diagram napětí-deformace, lomová houževnatost, kinetika šíření únavových trhlin

vyhodnocení a diskuse: vliv velikosti prášku na mikrostrukturu a změřené vlastnosti srovnání s literaturou

Seznam doporučené literatury:

- [1] J. Kondas, R. Singh, M. Meinicke, L. Holzgaßner a I. Waugh, Cold Spray Additive Manufacturing (CSAM) of Launcher Propulsion System Components, 2021.
- [2] K. Petráčková, J. Kondás a M. Guagliano, „Fixing a hole (with cold spray),“ International Journal of Fatigue, sv. 110, p. 144–152, May 2018.
- [3] J. Cizek, O. Kovarik, J. Cupera, J. Kondas, T. Bajer, F. Siska, M. Janovska a H. Seiner, „Measurement of mechanical and fatigue properties using unified, simple-geometry specimens: Cold spray additively manufactured pure metals,“ Surface and Coatings Technology, sv. 412, April 2021.
- [4] V. K. Champagne, The Cold Spray Materials Deposition Process: Fundamentals and Applications, WOODHEAD PUB, 2007.
- [5] Q. K. Marx, Ellsworth cold spray team completes first AF organic repair, <https://www.ellsworth.af.mil/News/Article-Display/Article/2146451/ellsworth-cold-spray-team-completes-first-af-organic-repair/>,

ZADÁNÍ PRÁCE

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. Ondřej Kovářik, Ph.D. katedra materiálů FJFI

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

doc. Ing. Jan Čížek, Ph.D. Ústav materiálového inženýrství

Datum zadání bakalářské práce: 31.10.2023

Termín odevzdání bakalářské práce: 05.08.2024

Platnost zadání bakalářské práce: 31.10.2025



Ing. Ondřej Kovářik, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce



doc. Ing. Aleš Materna, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry



doc. Ing. Václav Čuba, Ph.D.
podpis doktora(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací.
Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

6.11.2023

Datum převzetí zadání



Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracoval samostatně a použil jsem pouze podklady uvedené v příloženém seznamu.

V Praze dne 5. 8. 2024



Štěpán Hortlík

Poděkování

Děkuji Ing. Ondřeji Kovářikovi, Ph. D. za vedení mé bakalářské práce, za cenné rady a připomínky, které tuto práci obohatily, za trpělivost a množství času, které věnoval vysvětlování v bakalářském studiu neprobrané látky i řízení experimentů.

Dále děkuji Xavieru Alberti, který mi jako stážista výrazně pomohl s přípravou vzorků a provedením experimentů. Také bych rád poděkoval doc. Ing. Janu Čížkovi, Ph. D. za cenné rady k diskusi výsledků.

Název práce: **Vliv granulometrie prášku na mechanické a únavové vlastnosti kineticky deponovaného titanu**

Autor: Štěpán Hortlík, DiS.

Obor: Fyzikální inženýrství, specializace Fyzikální inženýrství materiálů

Druh práce: Bakalářská práce

Vedoucí práce: Ing. Ondřej Kovářík, Ph. D.
Katedra materiálů, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Konzultant: doc. Ing. Jan Čížek, Ph. D.

Abstrakt: Metoda cold spray (CS) se v posledních letech stala inovativní technologií aditivní výroby (CSAM). Má mnoho výhod, které jí činí vhodnou pro aplikaci v letectví i opravách. Mnohé vlastnosti takto vyrobených materiálů ale nejsou dostatečně prozkoumány. Mezi ty patří i chování těchto nástřiků při přítomnosti trhlin. S pomocí experimentálního zařízení vyvíjeného na KMAT FJFI byly zkoumány mechanické a lomové vlastnosti CSAM titanu ze tří velikostních frakcí prášku. Pro hlubší pochopení proběhla i metalografická a fraktografická analýza. Práce vznikla ve spolupráci s Helmut-Schmidt Universität v Hamburku. Výsledky ukazují rozdíly v pevnosti i dalších vlastnostech takto vyrobených materiálů. Bylo zjištěno, že u titanu je oproti jiným materiálům důležité se zabývat anizotropií lomových vlastností.

Klíčová slova: cold spray, šíření trhliny, titan, aditivní výroba, mechanické vlastnosti, lomové vlastnosti

Title: **Influence of powder granulometry on mechanical and fatigue properties of CSAM titanium**

Author: Štěpán Hortlík, DiS.

Abstract: The cold spray (CS) method has become an innovative additive manufacturing (CSAM) technology in recent years. It has many advantages that make it suitable for aerospace and repair applications. However, many of the properties of CSAM materials have not been sufficiently investigated. These include the behavior of these coatings in the presence of cracks. With the help of an experimental facility under development at the department of materials of FNSPE, the mechanical and fracture properties of CSAM titanium made from three powder size fractions were investigated. Metallographic and fractographic analyses were also carried out for a deeper understanding. The work was carried out in collaboration with the Helmut-Schmidt University in Hamburg. The results show differences in the strength and other properties of the titanium materials produced in this way. Further it was found that for titanium, compared to other materials, it is important to address the anisotropy of the fracture properties.

Key words: cold spray, crack growth, titanium, additive manufacturing, mechanical properties, fracture properties

Obsah

Úvod	8
1. Teorie	9
1.1 Kinetické nanášení čistých kovů a slitin	9
1.1.1 Princip	9
1.1.2 Kritická rychlost a parametr η	10
1.1.3 Výhody a nevýhody cold spray	11
1.1.4 Ostatní metody 3D tisku kovů	12
1.1.5 Aplikace CSAM	13
1.2 Zkoušení lomově-mechanických vlastností	14
1.2.1 Měření mechanických vlastností	15
1.2.2 Zkoušení lomových vlastností při cyklickém zatížení	16
1.2.3 Zkoušení lomových vlastností při monotónním zatěžování	18
1.2.4 Vzorky pro studium mechanických a lomových vlastností	19
1.3 Titan	21
1.3.1 Vlastnosti titanu	22
1.3.2 Titan a cold spray	23
2. Experiment	25
2.1 Příprava materiálů	25
2.2 Příprava a charakterizace vzorků	25
2.3 Mechanické a lomové vlastnosti	27
2.3.1 Křivka napětí – deformace	27
2.3.2 Charakterizace kinetiky šíření únavových trhlin	28
2.3.3 Měření lomové houževnatosti	29
3. Výsledky a diskuse	31
3.1 Mikrostruktura	31
3.2 Mechanické vlastnosti	34
3.3 Charakteristika materiálu při cyklickém zatěžování	36
3.4 Lomová houževnatost	40
3.5 Fraktografie	41
Závěr	47
Seznam použitých veličin	48
Použitá literatura	51

Úvod

Aditivní výroba (AM) je jednou z nejvýznamnějších průmyslových inovací posledních let. Má mnoho výhod, zejména minimální množství odpadu a možnost výroby dílů téměř libovolné geometrie. Pro materiálové inženýrství však přináší nové výzvy, protože zde dochází ke zcela odlišným fyzikálním procesům než u konvenční výroby. AM je charakterizována typicky rychlými cykly zahřívání a ochlazování, což způsobuje vznik textur, rozhraní částic i dalších neobvyklých jevů.

Technologie AM kovů byly často vyvinuty ze způsobů povrchových úprav. To platí i o technologii kinetického nanášení (cold spray, CS), která byla původně využívána k nástřiku tenkých vrstev, ale v posledních letech získala nově uplatnění v aditivní výrobě (CSAM). Při tomto způsobu nanášení nedochází k tavení deponovaného materiálu, což zabraňuje mj. oxidaci, tepelnému ovlivňování substrátu a fázovým přeměnám.

Díky tomuto aspektu se cold spray stal vhodnou technologií pro opravu některých dílů armádních i civilních letadel. Hodí se také pro výrobu složitých součástí raket potřebných pouze v malých sériích. I přes pokračující intenzivní výzkum v této oblasti nejsou zcela pochopeny mechanismy porušování takto vyrobených dílů, proto je třeba vyšetřovat závislosti vlastností CS materiálů na parametrech nástřiku.

Tato práce se zabývá testováním vybraných mechanických a lomových vlastností kineticky naneseného titanového prášku ve třech různých granulometriích. U jedné z frakcí byl dále zkoumán i vliv teploty hnacího plynu. Naměřená data byla analyzována v závislosti na materiálu i orientaci vůči směru depozice.

Pro zjišťování vlastností byly využívány malé vzorky s geometrií nosníku obdélníkového průřezu. Mechanické vlastnosti, Youngův modul, mez kluzu, mez pevnosti a tažnost, byly zjišťovány zkouškou čtyřbodovým ohybem. Lomové vlastnosti byly zkoumány s pomocí dvou různých zkoušek v závislosti na materiálu i orientaci. Kinetika šíření únavových trhlin byla studována na speciálním zařízení KMAT FJFI, které umožňovalo relativně rychlé testování velkého množství vzorků. Test lomové houževnatosti pro doplnění předchozí zkoušky probíhal třibodovým ohybem. Pro pochopení mechanismů porušování byla provedena rovněž fraktografická a metalografická analýza.

1. Teorie

Aditivní výroba (AM) v posledních letech spustila malou průmyslovou revoluci. Její vývoj začal produkcí dílů z polymerů a poté postupoval ke kovovým materiálům. AM má velký potenciál využití v letectví, medicínském inženýrství, průmyslové zakázkové výrobě a mnoha dalších odvětvích. Jedná se o procesy, při kterých dochází k postupnému spojování materiálu po jednotlivých tenkých vrstvách tak, aby vznikl objekt přímo podle vstupních dat 3D modelu [1]. AM tedy nevyžaduje mnohdy složitou výrobu modelů, forem, lisovacích desek a dalších, často spotřebních součástí, které jsou obvykle nutné pro zpracování jakýchkoliv materiálů [2].

Mezi velké výhody AM patří zejména téměř 100% využití používaného materiálu [3], což zlepšuje efektivitu výroby hlavně při užití cenných materiálů, jako jsou např. konstrukční neželezné kovy, mezi které patří také titan [4]. Zároveň není možné opomenout zásadní zjednodušení výroby prototypů a atypických součástí. Výroba plastových objektů obvykle zabere již jen jednotky minut lidské práce, použitý materiál navíc stojí obvykle desítky korun a tiskárny jsou také významně ekonomičtější než běžné dílenské vybavení.

Vzhledem k využití technologií AM při výrobě a opravě stále většího množství kritických dílů průmyslových zařízení a dopravních prostředků [4] je nutné materiály z AM komplexně otestovat pro zaručení požadovaných vlastností v reálném provozu. Pokud se má například technologie cold spray masově rozšířit v letectví, je nutné dokázat, že CSAM součásti splňují vysoké bezpečnostní standardy tohoto odvětví, tzn. zejména že vykazují předepsanou pevnost a odolnost proti únavě [4]. Porozumění klíčových mechanismů porušování navíc umožní další vývoj.

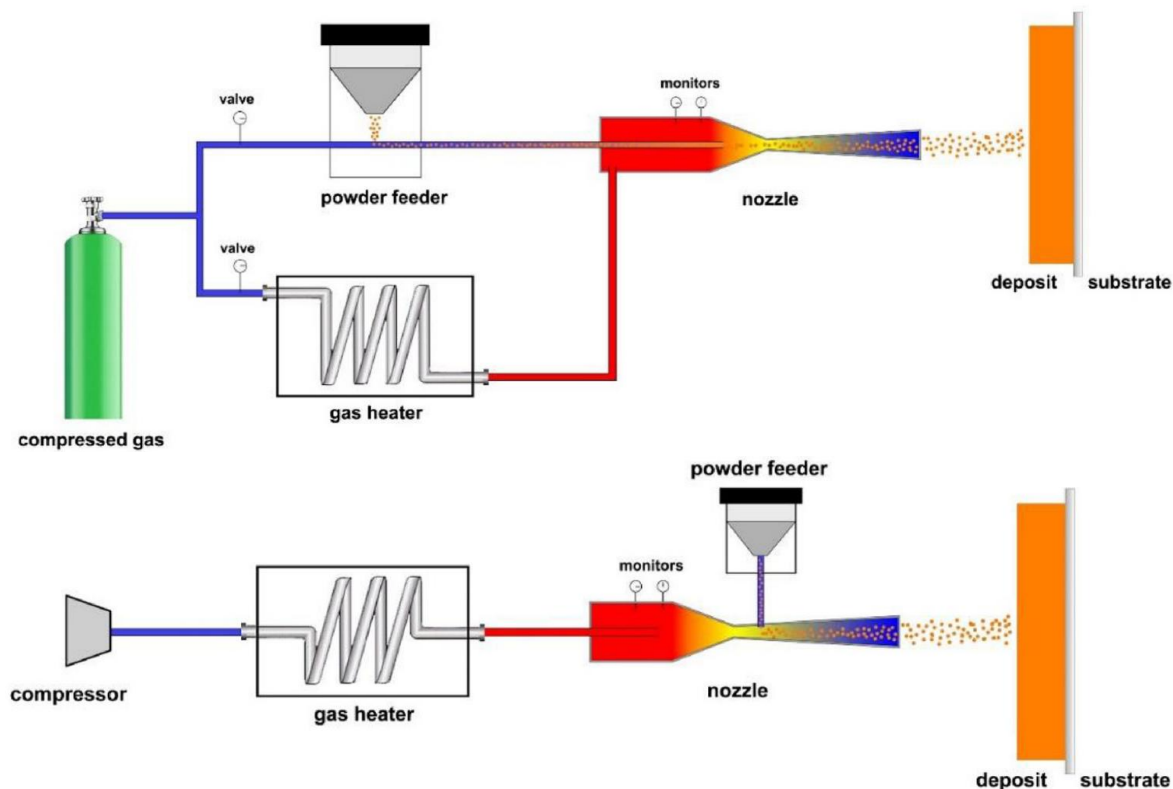
1.1 Kinetické nanášení čistých kovů a slitin

Kinetické nanášení kovů bylo poprvé provedeno de facto náhodou v osmdesátých letech v bývalém Sovětském Svazu při výzkumu v aerodynamickém tunelu. Při nadzvukových rychlostech a přidání částic mědi do proudícího vzduchu se tyto částice usazovaly na povrchu zkoumaných těles. Vědci rychle přišli na to, že tento jev by mohl mít široké průmyslové využití a pokračovali v dalším výzkumu pro různé materiály [5].

1.1.1 Princip

Kinetické nanášení kovových materiálů (cold spray) je technika depozice prášku o velikosti částic v desítkách mikrometrů na substrát. Při urychlení částic nad tzv. kritickou rychlost dochází při dopadu k velké plastické deformaci, lokálnímu zvýšení teplot na rozhraní, a jejich přilnutí. Urychlování probíhá stlačeným plynem, typicky vzduchem, dusíkem nebo heliem [6]. Procesní plyn a prášek jsou urychlovány skrz trysku, kde částice dosahují rychlostí až 1200 m/s. Zároveň probíhá přehřev [7], kdy teplota plynu může dosahovat i 1400 K.

Existují dva druhy kinetického nanášení. Nízkotlaké systémy mají své výhody v ceně a malé velikosti, výsledné materiály však mívají méně kvalitní mechanické vlastnosti. Příčinou je nízká rychlost a tím i energie nanášených částic při dopadu. Pro průmyslovou výrobu je tedy využíván spíše vysokotlaký systém, kde je běžně dosahováno tlaků desítek atmosfér a částice tak mají výrazně vyšší energii. Rozdíly ve fungování těchto dvou systémů nejlépe popíše obr. 1 [6]. Obě varianty lze také kombinovat s jinými technologiemi pro zlepšení vlastností výsledných materiálů, např. s laserem [7].



Obrázek 1: Vysokotlaký (nahore) a nízkotlaký (dole) systém cold spray [6].

Při dopadu částice způsobuje kinetická energie elastickou i plastickou deformaci. Na rozhraní mezi částicemi je po deformaci díky lokálnímu zvýšení teploty dostatek energie pro vytvoření vazeb mezi atomy. Rozhraní částic deponovaného materiálu je podobné napříč všemi velikostmi částic, tj. tvar řezu částic na substrátu není příliš závislý na jejich velikosti, ale spíše na energii při dopadu. To bylo demonstrováno i střelbou koulí o průměru několika milimetrů napodobující konfiguraci cold spray systému [7].

Mechanismy spojování částic jsou tavení na rozhraní s následnou dynamickou rekrytalizací [8]. Na těchto místech jsou pak k nalezení velmi malá zrna (pod 100 nm). Spoj je nehomogenní, na některých místech jsou deformovaná a rekrytalizovaná zrna, na jiných najdeme pouze póry. Podle podmínek depozice je však možné docílit vzniku vazeb na naprosté většině povrchu rozhraní mezi dopadající částicí a povrchem [9].

Vlastnosti materiálů z různých prášků nejsou stejné. Různě velké částice se ve stejném proudu stlačeného plynu chovají různě, což vede ke změně v dopadové rychlosti a teplotě, a tudíž ke změně materiálových vlastností [10]. Samotná velikost částic má pak i další vliv na vlastnosti. Hranice částic například brání pohybu dislokací, a tudíž menší částice by měly vést k vyšší pevnosti [11], pokud však hranice neselhává jiným mechanismem při nižším napětí.

1.1.2 Kritická rychlost a parametr η

Hlavní materiálovou konstantou při nanášení vrstev technologií kinetické depozice je kritická rychlost (v_{cr}). Ta je definována jako rychlost částic nanášeného materiálu, od které dochází ke spojení se substrátem. Při nanášení prášku jsou navíc klíčové vlastnosti výsledného materiálu. Ty nejsou určeny pouze přesáhnutím rychlosti kritické, ale až dosažením určité optimální. Ta je vyšší, avšak nikoliv nekonečně. Ukazuje se, že v_{cr} závisí na materiálových konstantách, teplotě při dopadu

a velikosti částic [12]. Díky numerickým simulacím bylo možné sestavit rovnici pro kritickou rychlost v závislosti na běžných materiálových konstantách:

$$v_{cr} = k_1 \sqrt{c_p(T_m - T_p) + 16 \frac{R_{mc}}{\rho_p} \left(\frac{T_m - T_p}{T_m - 293} \right)}, \quad (1)$$

kde k_1 je konstanta mezi 0,5 a 0,6 slabě závisící na velikosti částice, c_p měrná tepelná kapacita, T_m teplota tavení, T_p teplota částice při dopadu, R_{mc} pevnost částice v tlaku a ρ_p hustota částice [13]. Téměř všechny tyto údaje lze pro námi zkoumaný materiál nalézt v [14], tudíž je možné dosadit většinu hodnot. Ve studii [13] je dále uvedeno rozmezí kritické rychlosti 25 μm částice titanu 700 – 900 m/s. Pro údaje o kvalitě deponovaného materiálu a efektivitě depozice je nicméně důležitý poměr:

$$\eta = \frac{v_{pi}}{v_{cr}}, \quad (2)$$

kde v_{pi} je rychlost částice při nárazu na substrát. Ukazuje se, že se zvyšujícím se η dochází ke zvýšení koheze částic, a tím také ke zvýšení jak smluvní meze kluzu, tak meze pevnosti, a to lineárně. Rychlost nárazu v_{pi} lze obvykle zvyšovat jen do dvoj – až trojnásobku v_{cr} , protože poté již podklad nevydrží tak vysoký tlak a dochází k erozi [15].

Z předchozích úvah vyplývá význam dopadové rychlosti nárazu částice substrát. Její přímé měření je bohužel značně komplikované, naštěstí ale byly nalezeny závislosti na parametrech trysky, procesního plynu a dalších údajích. Model předpokládá platnost rovnic pro pohyb částic v plynu a isoentropické proudění plynu tryskou (bez tření) s lineárním (kónickým) profilem v pod i v nadzvukové části, dále také konzervativní omezení maximální rychlosti částic. Kompletní rovnice v_{pi} po proložení závislostí získaných numerickým řešením diferenciálních rovnic pak vypadá takto [13]:

$$v_{pi} = \left(\frac{c_2}{\sqrt{R_{mol}T_0}} + \sqrt{\frac{\rho_p d_p}{C_d L_d p_0}} \right)^{-1} \left(1 + \frac{\rho_0 \delta}{\rho_p d_p} \right)^{-1}, \quad (3)$$

kde c_2 je konstanta rovna 0,42 pro dusík a 0,45 pro helium, T_0 stagnační teplota hnacího plynu, ρ_p hustota částice, d_p průměr částice, C_d koeficient tření, L_d délka divergentní části trysky, p_0 konečný tlak hnacího plynu, ρ_0 konečná hustota plynu, δ charakteristická délka rázové vlny a R_{mol} molární plynová konstanta. Pro konečné teploty, tlaky, hustoty a koeficient tření existují dále vztahy závislé pouze na obvykle známých počátečních údajích, Machově čísle a tepelné kapacitě plynu [13]. Z důvodu velkého množství předpokladů těchto modelů však dnes již probíhá přímé laserové měření rychlosti nárazu ve specializovaných laboratořích.

1.1.3 Výhody a nevýhody cold spray

Kinetické nanášení má mnoho výhod využitelných ve výrobě. U většiny kovů, slitin a kompozitů bylo dosaženo vysoké efektivity depozice. Konkrétně u hliníku, mědi a jejich slitin bylo dosaženo hodnot nad 95 %, což znamená téměř nulový odpad [5]. Další výhodou je řádově vyšší rychlost depozice ve srovnání s jinými metodami 3D tisku [7], a to kolem 50 kg/h [16] bez zásadního vlivu na mechanické vlastnosti. Navíc lze trysku velice přesně zaměřit tak, aby sousední vrstvy dobře navazovaly. K jednoduchosti přispívá také to, že substrát není třeba před nanášením otryskávat – při depozici proběhne proces otryskávání přímo částicemi deponovaného prášku [5], a to za podmínek nižší teploty a tlaku plynu, aby se částice zprvu nedeponovaly [13].

Dále není nutné řešit oxidaci jak v naneseném materiálu, tak v substrátu, protože reaktivita není zvýšena žádným intenzivním ohřevem částic a procesní plyn bývá inertní (např. N₂, He). To je výhodné zejména při nanášení reaktivních kovů jako jsou hliník, titan nebo hořčík [5].

Výsledný materiál z CSAM má často velmi dobré mechanické vlastnosti, mezi které patří mimo jiné hustoty blízké teoretickým hustotám čistých materiálů. To je způsobeno tím, že se deponují pouze částice s nadkritickou dopadovou rychlostí. Míra plastické deformace musí být natolik velká, aby byl spotřebován dostatek kinetické energie a nedošlo vlivem energie elastické k odrazu, což také určuje minimální možnou sílu vazby. Vysoká míra deformace také často způsobuje lokální natavení, což umožní vyplnění zbylých mezer a trhlin [5], [7]. Slabě navázané částice navíc mohou být odtrženy nanášením další vrstvy.

Vazba sousedních částic spolu s vysokou hustotou dále přispívají k vysoké vodivosti a korozivzdornosti. Mechanismus usazování částic na povrchu také způsobuje vznik tlakového residuálního napětí, což má pozitivní vliv na únavové vlastnosti [7]. Zpevňování plastickou deformací dále zvyšuje tvrdost [5]. Jelikož při depozici obvykle nedochází k výraznému zvyšování teplot, bývá při tomto procesu rekrystalizace velmi omezená [5], [17].

Výhody kinetického nanášení je možné popsat také na rozhraní substrátu a nanesené vrstvy. Můžeme začít vysokou pevností tohoto spoje u většiny kovových materiálů, kdy je možné spojovat jinak těžko svařitelné kovy [18]. Dokonce lze spojovat zcela odlišné materiály, např. nanášet hliník na sklo. Tím, že dochází pouze k lokálnímu natavení materiálů [7] se navíc zvyšuje flexibilita výběru párů substrát – nanášený materiál. Tepelné metody 3D tisku například neumožňují tisk mědi na hliník, protože dochází ke vzniku křehké fáze Cu-Al. Kinetická depozice však díky absenci taveniny tento problém nemá [5].

Hlavní nevýhodou CSAM je téměř nulová tažnost výsledných materiálů. Tu lze následně zlepšit tepelnými (heat treatment, HT) či tepelně-mechanickými procesy (např. hot isostatic pressing, HIP) [19]. Technologie má také problémy s nanášením křehkých materiálů, jako např. keramik. Nanášení vysoce kvalitních vrstev ze superslitin, mj. Inconelu a Ti6Al4V, jejichž prášek má vysokou kritickou rychlost, je nutné použít jako procesní plyn drahé helium, anebo provádět např. tepelné zpracování před depozicí další vrstvy [3], [5].

1.1.4 Ostatní metody 3D tisku kovů

Aditivní výroba se začala masivně rozvíjet na začátku třetího tisíciletí, kdy začala být dostupná dostatečně vyspělá výpočetní technika pro návrh geometrie objektů i efektivní řízení depozice materiálů různými metodami. Hlavním typem aditivní výroby jsou u kovových materiálů spolu s CSAM metody využívající ke spojování částic tepelnou energii. Metody doručování energie i materiálu na správné místo pak mohou být různé [20].

První může být zmíněn tzv. powder bed fusion (PBF), kde je do speciální nádoby postupně nahrnován prášek, který je pak selektivně spékán buď laserovým nebo elektronovým paprskem [20]. Výhodami jsou hustota blízká se konvenční výrobě, možnost vytvářet velmi složité struktury a jednoduchost přípravy modelů, podobná, jako u tisku z polymerů. Nese si však s sebou i některé nevýhody tisku z polymerů. Za zmínku stojí možná deformace a vznik trhlin [21] a zejména omezení velikosti dílů do nádoby o objemu cca 0,03 m³ [20].

Další laserový nebo elektronový systém je nanášení soustředěnou energií (directed energy deposition, DED), který se velmi podobá klasickému filamentovému 3D tisku [21]. Skládá se obvykle z dopravníku prášku nebo drátu pod paprsek, který podávaný materiál spolu s malým

objemem základny nebo předchozí nataví. Výhodou je možnost výroby větších dílů než v případě powder bed systémů [20], výrazně vyšší rychlostí. Nevýhodami jsou pak nižší přesnost a menší možnosti výroby detailů na dílech než PBF [21].

Jelikož obě uvedené metody počítají s tavbou nebo intenzivním lokálním ohřevem kovů, následuje také rychlé tuhnutí. To vede ke vzniku metastabilních struktur, zároveň také dochází k preferenci jednoho směru při růstu zrn, což vede často ke vzniku výrazné textury. Tato mikrostruktura způsobuje anizotropii materiálových vlastností. Takto vyrobené díly dosahují podobné pevnosti, ale nižší tažnosti v porovnání s konvenční výrobou. Proces i vlastnosti jsou často srovnatelné s kalenými materiály. Velice dobrá zde může být i lomová houževnatost [20].

Tepelnými metodami 3D tisku kovů, PBF a DED, mohou být vyráběny velmi složité struktury, které jsou v konvenčních výroбах zcela nemyslitelné [22]. Ty je také obtížné vyrobit pomocí CSAM z důvodu nižší přesnosti, která způsobuje nutnost dalšího opracování [5].

Powder bed system má z uvedených metod nejlepší výsledky v geometrické přesnosti. U něj jsou limitace dané granulometrií použitého prášku a šířkou paprsku. Poté následuje DMD z důvodu přítomných dynamických efektů a natavení povrchu vyráběné součásti. CSAM má z uvedených metod nejnižší přesnost [6]. Stopa od CSAM nástřiku běžně dosahuje šířek kolem 10 mm [5].

Fundamentální nevýhodou tepelných metod depozice je tepelné ovlivnění základních materiálů. Z tohoto důvodu má CSAM zásadní výhody při opravách a spojování speciálních struktur, kdy na rozdíl od svařování a pájení, kde je základní materiál ovlivněn značně [2], nedochází k téměř žádnému ovlivnění substrátu, což může být tedy i metastabilní struktura [5].

1.1.5 Aplikace CSAM

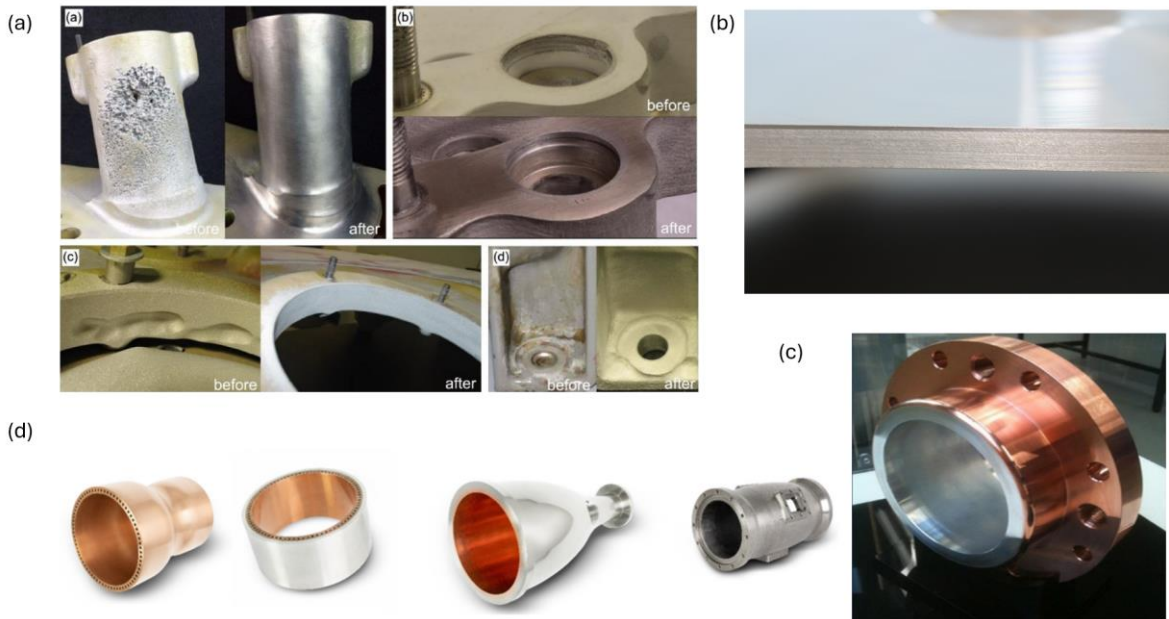
CSAM je uváděn jako jeden z nejlevnějších způsobů aditivní výroby [3]. To ho předurčuje pro aplikaci i ve velkoobjemových sériových výroбах. Na brzdové kotouče začíná být v reálných provozech kineticky nanášena antikorozi vrstva, aby byly přizpůsobeny provozu elektromobilů a také nové přísné normě Euro 7. Z velkoobjemové výroby je také zajímavé nanášení spodní vrstvy kuchyňských pánví pro indukční vaření (obr. 2 (b)). Díky rychlosti depozice na nanášení takové vrstvy stačí jednotky sekund [23].

Cold spray nachází velice dobré uplatnění také při opravách drahých dílů např. v leteckém průmyslu. Tam je nutné splnit přísné požadavky kladené národními úřady. To znamená zpravidla doložení dostatečné pevnosti a odolnosti vůči únavě a lomu, což se již mnohokrát podařilo [3]. Jak je ale v letectví pravidlem, inovace přicházejí od armád. Velice pokročilá v aplikaci CSAM je armáda USA, kde běžně probíhá oprava dílů helikoptér podle obr. 2 (a) [5] a také již téměř čtyři roky probíhají opravy bombardérů B-1, které zlepšují kvalitu a zlevňují proces oprav i o více než 95 % [24]. Velikost systému CS navíc umožňuje nasazení přímo na letadlových lodích [25].

Zároveň je možné CSAM ekonomicky využít i při výrobě různých nesériových dílů, které by jiným způsobem ani nebylo možné vyrobit [7]. Jedná se o vhodný způsob výroby při potřebě kombinovat více různých kovů v jedné součásti, což znázorňuje obr. 2 (c) [5]. Z malosériové přesné výroby je nutné uvést součásti motorů evropských raket Ariane s ilustrací na obr. 2 (d) [26], kde bylo nutné spojit konstrukční Inconel se slitinou mědi pro odvod tepla.

V Kanadě také kinetickým nanášením probíhá uzavírání nádob pro dlouhodobé skladování radioaktivního odpadu [17]. Vyvíjeny jsou i aplikace přímo pro jaderné elektrárny. Tam se výborně uplatní výborné antikorozi vlastnosti kineticky nanášených materiálů [23]. Je tedy zřejmé, že tato

technologie má obrovský potenciál, a proto je potřebný další výzkum pro rozšíření možných aplikací a zlepšení stávajících.



Obrázek 2: Aplikace cold spray. (a) opravy helikoptér v americké armádě [5], (b) kineticky nanosená vrstva na kuchyňské pánvi [23], (c) cca 5 cm vrstva mědi na přírubě [5], (d) různé díly pohonu rakety [26].

1.2 Zkoušení lomově-mechanických vlastností

V materiálové vědě je zavedeno mnoho různých typů zkoušek. Základní dělení je na zkoušky materiálové a technologické. Technologické zkoušky jsou zvláště užitečné při řešení problémů spojených se závislostí výsledků na velikosti a tvaru zkoušených součástí, např. u tenkých plechů. Dále jsou vhodné pro testování procesů, které je obtížné fyzikálně popsat, jako je zabíhavost a svařitelnost [2].

Materiálové zkoušky se naopak uplatní v základním výzkumu, kde je třeba zjistit mechanické a lomové vlastnosti nových materiálů bez vazby na přesné použití. Hodí se zejména takové, které jednoznačně určují fyzikální konstanty popisující testovaný materiál. Je tedy třeba minimalizovat závislost na geometrii vzorků nebo součástí. U jednoosých zkoušek tahem či tlakem je převod na materiálové konstanty snadný. Nezávislé na geometrii jsou i zkoušky tvrdosti a např. zkouška rázem v ohybu. Tyto experimenty jsou sice často jednodušší na provedení, ale mají obtížně interpretovatelnou vazbu k fyzikálním konstantám [2]. Výsledky zkoušení mohou záviset i na způsobu zatěžování a vlastnostech zkušebních strojů.

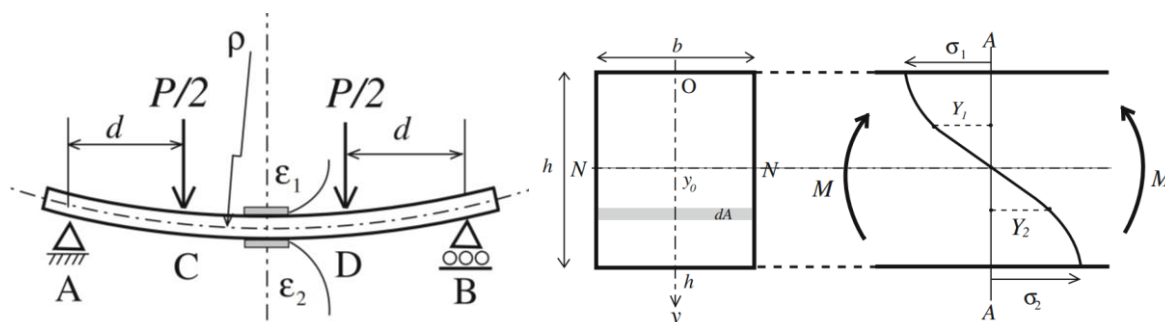
Způsob testování mechanických vlastností zvolený v této práci vychází z možností experimentální metodiky zkoušení malých těles, která je dlouhodobě vyvíjena na KMAT FJFI. Zahrnoval stanovení Youngova modulu, meze kluzu a pevnosti ze zkoušky čtyřbodovým ohybem, která nahrazovala tahovou zkoušku. Upnutí v tomto případě bylo výrazně jednodušší než u jednoosé zkoušky tahem [27]. Po zjištění mechanických vlastností následovalo stanovení závislosti rychlosti šíření únavových trhlin na hnací síle s pomocí zařízení vyvinutého na katedře materiálů, a dále test lomové houževnatosti třibodovým ohybem. Zároveň byla provedena metalografická a fraktografická analýza pro lepší pochopení procesů porušování.

1.2.1 Měření mechanických vlastností

Základním testem mechanických vlastností jsou jednoosé zkoušky. Při nich se používají tělesa s konstantním kruhovým nebo obdélníkovým průřezem různých délek. Na koncích vzorků bývá rozšíření pro upnutí ve zkušebních strojích. Velice jednoduše z nich můžeme určit Youngův modul pružnosti, inženýrskou mez kluzu i pevnosti, a tažnost. Tyto charakteristiky pak lze přepočítat na skutečné napětí a prodloužení, které více popisují materiál a méně samotnou zkoušku.

Výhodou jednoosých zkoušek je jednoduchost průběhu napětí ve vzorku, a proto pro měření stačí velmi základní experimentální vybavení [11]. Nevýhodou je nutnost pečlivého uchycení vzorku v případě tahu. Zároveň při jednom experimentu nelze zjistit charakteristiky materiálů v tlaku i v tahu. I při použití dalšího standardního vzorku pro tlakové namáhání může nastat problém se vzpěrnou stabilitou [28], tudíž je nutné pro tlakovou zkoušku volit jiné geometrie.

Pro výše popsané problémy může být vhodnější, zejména u materiálů s nízkou tažností, použití jiné zkoušky, která nebude vyžadovat pevné uchycení do čelistí, složitou geometrii vzorků, a ideálně umožní měření závislosti napětí na deformaci jak v tahu, tak v tlaku při jednom experimentu. Takovou zkouškou je čtyřbodový ohyb, kde je při použití dostatečně tenkých nosníků a malých deformacích ohybový moment $M = Pd/2$ konstantní v centrální části nosníku. Zde je P síla a d rameno podle obr. 3. Moment se ve vzorcích realizuje různým tahovým a tlakovým napětím v průřezu vzorku. Přesný průběh závisí na zatížení [29].



Obrázek 3: Obecné schéma zatěžování čtyřbodovým ohybem, průřez vzorku a průběh normálového napětí v jeho rovině při elasticko-plastickém chování [29].

V elastické části a při shodném chování v tahu a v tlaku je poměrně přímočaré zjistit průběh zatížení ve vzorku. Z teorie se předpokládá zachování roviny průřezu, a tudíž lineárního průběhu napětí i deformace v jeho rovině. Přesné hodnoty se pak odvozují z integrální podmínky na nulovou sílu a moment rovný vypočtené hodnotě M v průřezu [28]. Při nesplnění těchto předpokladů je nutné zvolit jiný postup, protože průběh napětí v průřezu může být podobný jako na obr. 3 [27], [29]. Ten je dán při různých deformacích v tahu a v tlaku (ϵ_1, ϵ_2) touto rovnicí [29]:

$$\sigma_{1,2} = \frac{d}{bh^2 \frac{d\epsilon_{1,2}}{dP}} \left(P \left(\frac{d\epsilon_1}{dP} + \frac{d\epsilon_2}{dP} \right) + \frac{\epsilon_1 + \epsilon_2}{2} \right). \quad (4)$$

Použité veličiny jsou popsány na obr. 3. Jak je z rovnice zřejmé, pro určení napětí je třeba měřit v průběhu zkoušky deformace a sílu. Před testováním je také nutné změřit počáteční rozměry vzorku a vzdálenost podpor podle obr. 3.

Vyhodnocení deformací je možné též z průhybu [27], ovšem pouze pro materiál s identickým chováním v tlaku a tahu. Další možností, která již odliší tah a tlak, je měření deformací přímo, což vyžaduje obvykle měření pomocí tenzometrů nebo extenzometrů. To je velmi přesné, nicméně

instrumentální náročnost tohoto postupu je poměrně značná. Jinou inovativní metodou je přímé měření deformací ve vertikální rovině na povrchu pomocí digitální korelace fotografií (DIC) zkoušeného vzorku, např. s využitím softwaru Ncorr [30]. Toto přímé měření deformace vede k výraznému snížení experimentální náročnosti a získání mnohem podrobnějších dat o napětí ve vzorku.

Tato přímá měření dobře odlišují tahová a tlaková namáhání. To zajišťuje zásadní výhodu zkoušky čtyřbóvým ohybem. Je totiž možné zjistit Youngův modul a pevnostní charakteristiky v tlaku i v tahu při jedné zkoušce [27]. V případě problémů s výpočtem lze však předpokládat i stejné chování v obou případech.

K nevýhodám čtyřbóvého ohybu patří snížená přesnost oproti tahové zkoušce, a to mimo jiné z důvodu tření v podporách, které může měnit výsledné napětí v materiálu, a tím způsobovat systematickou chybu měření. Přesný průběh ohybu ve vzorku je také platný pouze v teorii malých deformací a prostého ohybu [28], což v praxi vede k zásadnímu snížení přesnosti při deformacích větších než 5 % [27]. Pro křehké materiály toto ale není zásadní problém, protože takové deformace nedosahují.

Výstupem těchto měření je křivka závislosti napětí na deformaci, jejíž dalším přepočtem získáváme důležité materiálové vlastnosti, zejména Youngův modul E , mez kluzu (obvykle $R_p0,2$) a mez pevnosti R_m [2].

1.2.2 Zkoušení lomových vlastností při cyklickém zatížení

V technické praxi je až 90 % havárií způsobeno únavou materiálů [11]. Historie jejího výzkumu sahá do 70. let 19. století, kdy v té době vyvíjená železniční vozidla začala mít problém s praskáním náprav, ačkoliv byla podle statických zkoušek navržena správně. Proto tento jev začal zkoumat německý inženýr August Wöhler, podle kterého je pojmenována křivka závislosti působícího napětí na počtu cyklů do selhání součásti. Tento model lze jednoduše aplikovat v inženýrské praxi – prototyp součástky se podrobí zátěži, která co možná nejlépe reprezentuje reálné užívání, a z výsledků měření se určí průběh Wöhlerovy křivky [11]. Tento model ale neposkytuje informace o mechanismu porušování.

Další vývoj výzkumu únavy již vyžaduje různý přístup k šíření únavových trhlin. Podle aplikace a vyrobitelnosti se postupuje podle tří hlavních filozofií:

- safe-life – zajistíme, aby trhliny vůbec nevznikaly, např. u automobilů
- damage tolerance – trhliny vznikají, nesmí se nebezpečně rozšířit do příští kontroly nebo odstavení zařízení, např. velké tlakové nádoby
- fail-safe – trhliny vznikají, jsou nutné průběžné kontroly při provozu zařízení. Na základě výsledků kontrol se určuje doba provozu do odstavení, opravy nebo další kontroly, např. u letadel

Je tedy zřejmé, že je třeba problém únavy studovat jak původním přístupem safe-life, tak i modernějším, který se zabývá růstem trhlin, které jsou nakonec příčinou každého únavového lomu [31]. Výsledky studia rychlosti šíření únavových trhlin podle počtu cyklů da/dN na charakteristice zatížení jsou navíc často dobře přenositelné na reálné součásti s trhlinou. Základním údajem takové zkoušky je tzv. zátěžný cyklus, což je perioda průběhu sil, kterými vzorky cyklicky namáháme. Kromě funkce, která popisuje přesný průběh tohoto cyklu, je zkouška popisována faktory intenzity napětí na čele trhliny ΔK nebo K_{max} , které lze vzájemně převést díky parametru asymetrie $R = K_{min}/K_{max}$. Cílem této zkoušky je tedy stanovení závislosti [31]:

$$\frac{da}{dN} = v = v(\Delta K), \quad (5)$$

kde v je rychlost šíření trhliny, a její délka a N počet cyklů. Výsledkem takových zkoušek šíření únavových trhlin bývá obvykle křivka podobná tvaru na obr. 4, kde je na svislé ose rychlost šíření trhliny a na vodorovné ose ΔK , oboje v logaritmických souřadnicích. Jak je z obrázku také zřejmé, v oblasti nízkého zatížení se křivka asymptoticky blíží prahové hodnotě ΔK_{thr} a na druhé straně cyklické lomové houževnatosti [31].

V šedesátých letech minulého století byl navržen tzv. Parisův vztah, který popisuje únavové chování trhliny v oblasti II na obr. 4, kde je možné pozorovat linearitu vztahu v logaritmických souřadnicích obou os. Jedná se tedy o rovnici [32]:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m, \quad (6)$$

kde C a m jsou materiálové konstanty. Obr. 4 však napovídá, že tento popis není zcela uspokojivý, protože poskytuje jen málo informací o oblastech v blízkosti asymptot. Jednoduchou modifikací, která rozšiřuje platnost modelu k prahovým hodnotám, je vztah Klesnila a Lukáše:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K^m - \Delta K_{thc}^m), \quad (7)$$

kde ΔK_{thc} je prahová hodnota pro tento model a zbytek veličin zůstává z Parisova vztahu [31]. Problém s modely pro popis kinetiky šíření trhliny ve všech třech oblastech byl uspokojivě vyřešen ve druhé polovině 20. století, kdy byl v rámci výzkumu v NASA publikován model Formana a Metta [33]:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \frac{1 - (\Delta K_{thr}/\Delta K)^p}{1 - (K_{max}/A)^p}, \quad (8)$$

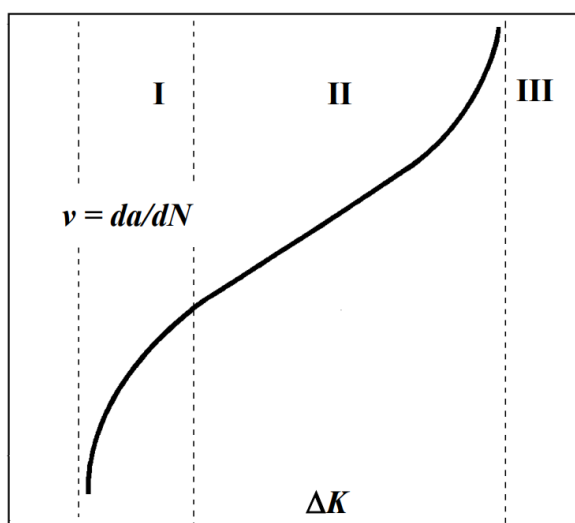
kde p , A a ΔK_{thr} jsou parametry proložení nad rámec Parisova vztahu [33]. V 70. letech minulého století vznikl jednodušší vztah, který využívá o jeden parametr méně. Hartman a Schijve upravili Parisův model náhradou ΔK složitějším výrazem [34], Schwalbeho hnací silou $\Delta \kappa$. Veličiny ΔK_{thr} a A zde přímo určují polohy asymptot [35]:

$$\Delta \kappa = \frac{\Delta K - \Delta K_{thr}}{\sqrt{1 - \frac{K_{max}}{A}}}, \quad (9)$$

kde ΔK_{thr} je asymptotická minimální hodnota ΔK a A cyklická lomová houževnatost, která tvoří asymptotickou maximální hodnotu ΔK . Tento model byl shledán jako nejvhodnější pro popis materiálů v této práci i na základě předchozích zkušeností [35].

Ukazuje se, že naměřené hodnoty nejsou pro daný materiál univerzální. Závisí mimo jiné na způsobu zatěžování, velikosti zkušebního vzorku a parametru asymetrie R [31]. Proto norma ASTM E647, která stanovuje standardy testování růstu trhliny, doporučuje zejména programy řízené buď konstantní amplitudou napětí, anebo zvyšujícím se zátěží ΔK [36].

Měření délky trhliny při experimentu pak může probíhat různými metodami. Nejjednodušší je optická, kdy je experiment pozastavován a probíhá měření pomocí mikroskopu se speciálním okulárem. Dále je možné využít metodu potenciálovou [31], anebo pomocí měření poddajnosti vzorku [33].



Obrázek 4: Obecná závislost rychlosti šíření trhliny na faktoru intenzity napětí [31].

Při měření z poddajnosti je vhodné vzorek testovat na frekvenci rovné jeho rezonanční frekvenci, která je na délce trhliny závislá a není tedy nutné přerušovat zkoušku. Problémem je referenční hodnota rezonanční frekvence neporušeného tělesa, protože v průběhu zkoušky se mění mechanické vlastnosti materiálu a uvolňuje se vetknutí. Zvýšení poddajnosti od počátečního referenčního stavu nelze na tyto dva komponenty snadno rozdělit. Řešením je měření rezonanční frekvence pro každou půlperiodu zvlášť, čímž je možné získat při uzavřené trhlince referenční hodnotu a při uzavřené hodnotu sníženou právě existencí trhliny. Výhodou této zkoušky je snížené časové, energetické i experimentální náročnosti. Na druhou stranu zde existuje výrazné omezení na jediný typ zátěžného cyklu i rychlost zkoušky [37]. To omezuje i velikost vzorků. Nízké frekvence by prodlužovaly zkoušku, příliš vysoké zase ovlivňují výsledky [31].

1.2.3 Zkoušení lomových vlastností při monotónním zatěžování

Základní a jednoduchou srovnávací zkouškou pro určení lomových vlastností je Charpyho kladivo. Jejím výstupem je energie potřebná k přelomení vzorku, přičemž testováním za různých teplot je pak možné hodnoty porovnat a určit tzv. přechodovou teplotu mezi křehkým a houževnatým chováním materiálu [11]. Při nutnosti malé spotřeby materiálu lze pro tyto účely také použít tzv. small punch test, který srovnávací informaci o křehkém nebo houževnatém chování poskytne také [38].

Pro detailní výzkum materiálu je však nutné se zaměřit přímo na průvodce lomů, a to na trhliny. Cílem měření lomové houževnatosti je tedy zjištění takového faktoru intenzity napětí, při kterém začíná docházet ke kvazistatickému růstu trhliny [33]. Výzkum tímto směrem přinesl své plody v 60. letech 20. století, kdy byly zavedeny veličiny jako faktor intenzity napětí a míra uvolnění elastické energie. Zároveň byly objevovány závislosti těchto veličin na šířce čela trhliny, délce trhliny a zbylém nosném průřezu [39].

Lomovou houževnatost, tj. kritickou hodnotu faktoru intenzity napětí, která je klíčová při dimenzování součástí, lze měřit více způsoby. Proto pro ni při rozevírání trhliny existuje více značení, nejčastěji K_{IC} , K_{JC} podle norem ASTM E1820 a E399 [33], [39], [40]. Rozdíl mezi těmito dvěma je ve výpočtu a měření. K_{IC} je definováno jako odpor materiálu proti šíření trhliny za platnosti lineárně-elastické lomové mechaniky a malé plastické zóny. Tyto předpoklady jsou však pro

houževnaté materiály omezující z hlediska velikosti, a tak bylo zavedeno měření pomocí J -integrálu, což tento problém řeší. Hodnoty K_{IC} a K_{JC} jsou za předpokladu velkého tělesa ekvivalentní [41].

Zkouška se obvykle skládá z vytvoření únavové trhliny a následného kvazi-statického zatěžování vzorku. Nejjednodušší postup zejména pro křehké materiály [41] je podle normy ASTM E399. Ten určuje hodnotu K_{IC} geometrickou konstrukcí v grafu síly a posuvu. Z počátku se vede polopřímka o směrnici 95 % lineární části zkoušky. Průsečíkem této směrnice se záznamem ze zkoušky je dána rozhodná síla P_{IC} . Tu je při znalosti délky trhliny v tomto okamžiku možné převést na lomovou houževnatost:

$$K_{IC} = \frac{P_{IC}S}{\sqrt{B B_N W^{3/2}}} f\left(\frac{a}{W}\right), \quad (10)$$

kde B , B_N , W , S , a jsou rozměry podle obr. 5 a $f\left(\frac{a}{W}\right)$ tzv. tvarová funkce. Pro měření zde lze použít všechny vzorky uvedené na obr. 5. Typické hodnoty směrodatné odchylky při měření lomové houževnatosti podle normy ASTM E399 byly stanoveny mezilaboratorním porovnáním. Při měření tímto způsobem byla stanovena u K_{IC} kolem $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ odchylka na $2,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [40].

Pokročilejší metodiku popisuje norma ASTM E1820, a to pomocí tzv. J -integrálu, který popisuje pole napětí a deformace kolem čela trhliny. Doporučené vzorky jsou SE(B) a oba druhy kompaktních vzorků. Při zkoušce je pak nutné měřit sílu, posuv a poddajnost vzorku, z čehož lze převodními vztahy určit aktuální délku trhliny. U měření posuvy je nutné vzorek odtěžovat pro zjištění poddajnosti vzorku v daném okamžiku, což lze převést na délku trhliny [39]. Dalším způsobem měření je stanovení K_{IC} metodou CTOD [41].

1.2.4 Vzorky pro studium mechanických a lomových vlastností

Pro zkoušky lomových vlastností materiálů je pro různé typy zkoušek normami ASTM stanoveno pět druhů vzorků, jejichž geometrii shrnuje obr. 5. Jedná se o kompaktní vzorek pro tah (C(T)) a jeho kruhovou variantu, vzorek vrubovaný na jedné straně (SE(B)), obloukový vzorek a panel pro tah a šíření trhliny z prostředka (MT) [33]. Všechny tyto vzorky mají důležité rozměry délky trhliny a , tloušťky B a šířky W .

Z důvodu možného zakřivení čela trhliny a interakce plastických zón s povrchem jsou v normách také limitace těchto rozměrů, aby ze zkoušek vycházely kvalitní a porovnatelné výsledky. Tyto podmínky ale také způsobují vytvoření jasné dolní meze rozměrů vzorků. Například u C(T) je nejmenší běžně užívaný W 25 mm, což není zanedbatelný rozměr, a další podmínky se vztahují k naměřeným hodnotám. Normy ASTM pro testování únavy (E647) a lomové houževnatosti (E399) dále stanovují podmínku [36], [40]:

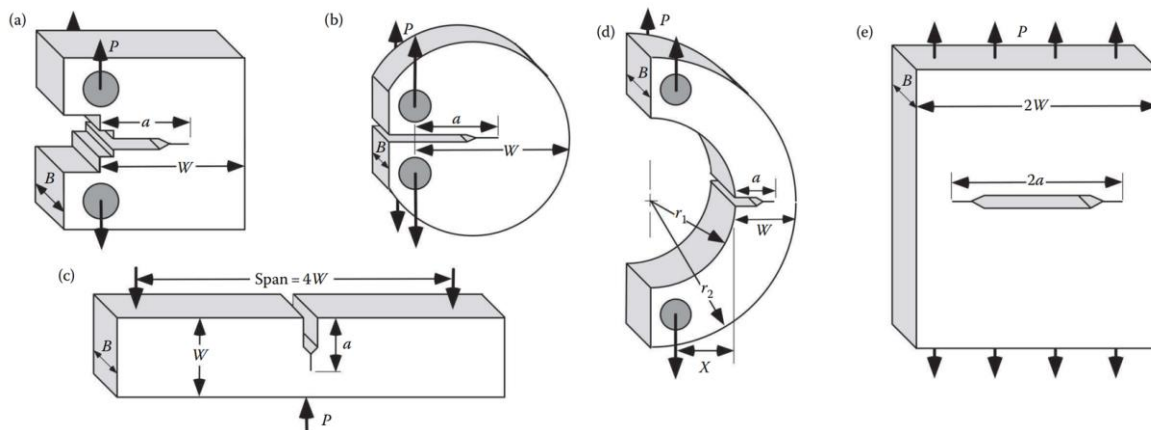
$$W - a \geq H \left(\frac{K}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (11)$$

Kde K je maximální faktor intenzity napětí na čele trhliny, σ_{ys} mez kluzu materiálu a C konstanta o hodnotě 2,5 v E399 a $4/\pi$ v E647. Je zřejmé, že tato podmínka úzce souvisí s velikostí plastické zóny ve vzorku, a tudíž bude vyžadovat různé rozměry zkušebních vzorků v závislosti na materiálu. U křehkých materiálů lze očekávat možnost použití menších vzorků, u houževnatých větších [33]. Kvůli vlastnostem významných konstrukčních kovů byla vyvinuta metodika pro houževnaté materiály v podobě normy ASTM E1820. V ní jsou méně omezující podmínky [33]:

$$B, W - a_0 \geq \frac{10J_{max}}{\sigma_{ys}} \quad (12)$$

$$\Delta a_{max} \leq 0,25(W - a_0)$$

Kde kromě proměnných z předchozí rovnice je J_{max} maximální J -integrál povolený při zkoušce, Δa_{max} maximální prodloužení trhliny při zkoušce, B šířka a a_0 počáteční délka trhliny. Definici rozměrů vzorků lépe ozřejmí obr. 5 [33].



Obrázek 5: Standartní vzorky dle ASTM. (a) C(T), (b) kruhový C(T), (c) SE(B), (d) obloukový, (e) MT [33].

Zmíněné standartní vzorky jsou vhodné k přesnému zjišťování materiálových konstant [39], bohužel mají také řadu experimentálních nevýhod. Na první pohled je zřejmé, že výroba většiny z nich je velmi náročná, a to jak z důvodu složité geometrie, tak i problémů velké a neefektivní spotřeby testovaného materiálu. Toho z různých důvodů nebývá dostatek, jako např. u ozářených součástí, materiálů vyrobených vyvíjenými technologiemi nanášení tenkých vrstev a biologických materiálů [37].

Řešením těchto problémů je samozřejmě užití menších vzorků s jednodušší geometrií. To bylo provedeno při řešení několika inženýrských problémů, jako např. měření vlastností zubních materiálů, kterých u většiny živočichů nemůže narůst dostatek pro zhotovení vzorků standartních velikostí [42].

Vzácnost a radioaktivita tvoří problém pro vzorky standartních velikostí při výzkumu radiačního křehnutí tlakových nádob jaderných reaktorů. V tomto odvětví probíhá proto intenzivní vývoj metod testování lomových vlastností s použitím co možná nejmenšího množství testovaných materiálů. Jedná se zejména o zkoušku small punch test a použití mini-C(T) vzorků 0,16násobné velikosti oproti standartu. Další užívanou metodou je použití střední části SE(B) vzorku se svařenými bočními částmi. Výhodou všech těchto zkoušek je možnost recyklace materiálu ze zkoušek s většími vzorky [43]. Pro minimální využití materiálu při maximalizaci délky trhliny se hodí také tzv. double cantilever beam test [44].

Small punch test byl v posledních letech dovyvinut až do mezinárodních norem. Výhody i nevýhody této zkoušky najdeme zejména v geometrii vzorků. Jedná se o válce průměru 3 nebo 8 mm s tloušťkou 0,25 nebo 0,5 mm, což umožňuje odřez vzorků ze součástí bez jejich významnějšího poškození. Problémem při provádění jsou ale přísné tolerance rozměrů tloušťky, kdy je povolené rozmezí u menšího vzorku 5 μm a 10 μm u většího [45]. Zároveň je nutné udržet stejnou tloušťku po celé ploše disku, což činí další problémy při přípravě, která v praxi sestává zejména z pomalého a velmi časově náročného leštění [43]. Výsledky z této zkoušky pak obvykle velmi dobře lineárně

korelují s tahovou zkouškou a Charpyho kladivem, nicméně ve vztazích pro tyto korelace se vyskytují koeficienty různé od jedné, jejichž význam vědecké komunitě zatím bohužel uniká [33], [43], [45]. I tak se ale small punch test běžně používá zejména jako srovnávací zkouška [45].

Zkoušky se zmenšenými vzorky C(T) (mini C(T), MC(T)) vnějších rozměrů $10 \times 9,6 \times 4$ mm mají na rozdíl od předchozí metody interpretaci jasnou. V případě těchto vzorků jsou ale momentálně nalézány vážné problémy s platností výsledků, kdy v některých případech dochází i k výraznému podhodnocení zejména lomové houževnatosti [43].

Běžně používanou metodou je užití zmenšených SE(B) vzorků. Metoda testování únavy pomocí těchto vzorků byla v nedávné době vyvinuta na KMAT FJFI a dosahuje velmi dobrých výsledků. Díky užití resonance navíc dochází k výraznému urychlování zkoušek šíření únavových trhliny až do řádu jednotek hodin [37]. Tento typ vzorků je s uspokojivými výsledky po únavových zkouškách obvykle ještě znovu využíván k měření lomové houževnatosti, například v jaderném průmyslu [43], či při testování materiálů z aditivní výroby [46]. Na obr. 5 lze sice zjistit, že v jeho neprospěch hovoří velikostní požadavky, a tudíž se tolik nehodí pro testování houževnatých materiálů, ale pokud je houževnatost materiálu malá, mluví v jeho prospěch jednoduchost výroby a následné manipulace.

1.3 Titan

Vysoká pevnost, nízká hustota a výborná odolnost korozi činí titan vhodným pro konstrukce mnoha mechanismů. Nejslavnějším letadlem, téměř výlučně vyrobeným z titanu, je nadzvukový letoun SR-71 Blackbird USAF [14]. Z armádních aplikací stojí dále za zmínku použití ve velkém množství ve třídě jaderných ponorek Lira v bývalém Sovětském Svazu [47]. Pro biokompatibilitu je vhodný také na kloubní náhrady. Je součástí slitin s tvarovou pamětí a sportovního vybavení [14]. Pasivace dále umožňuje jeho využití i v agresivním chemickém prostředí, např. ve strojích, kde probíhá bělení papíru [48].

Jeho vysoká cena ale stále omezuje využití v automobilovém průmyslu. Z těchto důvodů je také nutný detailní výzkum jeho slitin, které dále zlepšují mechanické i lomové vlastnosti, a ještě více odlišují titan od běžných konstrukčních ocelí. Většinu titanu nacházíme dnes právě ve slitinách, ze kterých je nejvýznamnější Ti6Al4V, která tvoří kolem poloviny veškeré produkce titanu [48].

Zemská kůra obsahuje asi 0,6 % titanu, což je z konstrukčních kovů čtvrtý nejvyšší obsah po hliníku, železu a hořčíku, nejčastěji ve sloučeninách ilmenitu (FeTiO_3) a rutilu (TiO_2). Objeven byl v roce 1795, pojmenován po Titánech z řecké mytologie. Pro velmi vysokou reaktivitu ale trvalo velmi dlouho, než byl vyvinut komerčně atraktivní způsob výroby tohoto čistého kovu. Hlavní problémy souvisely s vysokým obsahem kyslíku a dusíku, což zásadně snižuje tažnost. Od roku 1940 se titan vyrábí redukcí TiCl_4 sodíkem nebo hořčíkem v inertním plynu. Výsledkem tohoto procesu je porézní titanová houba určená k dalšímu zpracování [48].

Jako u většiny materiálů, tak i u titanu platí, že vlastnosti závisí silně na mikrostruktuře, a tedy na způsobu zpracování. Zatímco výsledky lití, žíhání a tváření jsou známé [14], nekonvenční aditivní výroba není dostatečně prozkoumána, tudíž je nutné zjistit vlastnosti takto vyrobených dílů pro jejich bezpečné a efektivní použití v reálných provozech [48]. Aditivní výroba přináší specifické problémy,

jako např. textura u metod, kde dochází k lokálnímu tavení [21], anebo rozhraní mezi částicemi u metody cold spray v závislosti na parametrech depozice [10], [13], [15].

1.3.1 Vlastnosti titanu

Titan je důležitý konstrukční materiál zejména z důvodu výborných mechanických vlastností a relativně nízké hustoty, která je oproti oceli zhruba poloviční, jak je vidět z údajů v tabulce 1 [14]. Je dobré si také povšimnout rozdílu v teplotě tavení oproti hliníku, hlavní alternativě v aplikacích, kde záleží na hmotnosti. Zatímco hliník se taví již při 660 °C [48], u titanu je tato hodnota vyšší než u železa (1536 °C) [11]. Titan má dále při pokojové teplotě hexagonální krystalovou strukturu (hcp), zatímco většina ostatních kovů krystalizuje do objemově centrované kubické mřížky (bcc) [48].

Tabulka 1: Fyzikální a mechanické vlastnosti titanu [14].

protonové číslo	22	pevnost v tahu (min)	240 MPa
molární hmotnost	47,9 g/mol	pevnost v tahu (max)	635 MPa
krystalová struktura – α	hcp	Youngův modul	120 GPa
krystalová struktura – β	bcc	Poissonovo číslo	0,361
hustota	4510 kg/m ³	koeficient tření (40 m/min)	0,8
teplota tání	1668 ± 10 °C	Rp02 (ASTM grade 1, min)	170 MPa

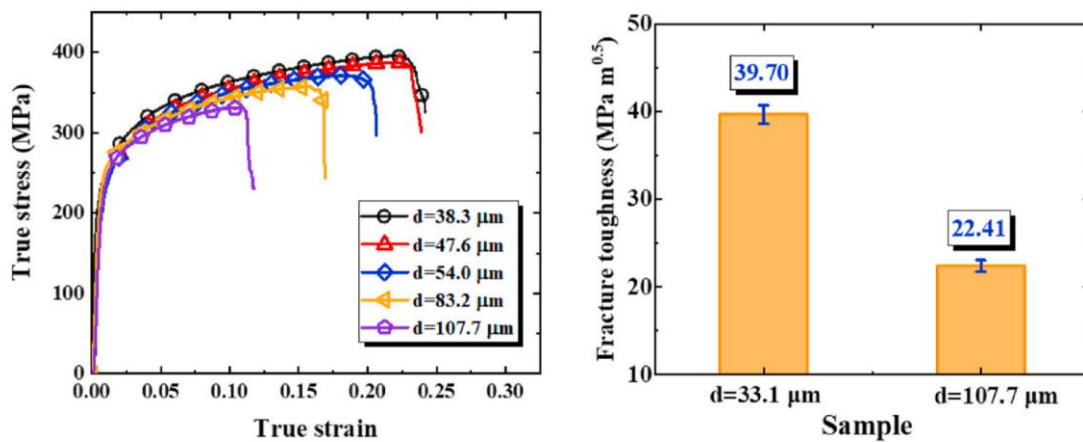
Fázová transformace z vysokoteplotní kubické fáze β do fáze α , běžné za pokojové teploty, probíhá při cca 882 °C, v závislosti na příměsích. Může probíhat difuzně i martenziticky. Martenzit se pak při žíhání slitin rozpadá spinodálně na rovnovážné fáze α a β v závislosti na konkrétní slitině. Zpevnění fáze α je způsobováno mimo jiné intersticiálním kyslíkem anebo precipitáty s vysokým obsahem hliníku a také spinodálním rozpadem při stárnutí martenzitu [48].

Zpracování výrazně ovlivňuje mikrostrukturu a tím i vlastnosti jakéhokoliv materiálu včetně titanu. Velmi dobře je prokázán vliv velikosti zrn na vlastnosti konvenčně vyrobeného žíhaného titanu. V závislosti na velikosti zrn od 30 μm do 110 μm se mění mechanické, ale ještě více lomové vlastnosti, jak znázorňuje obr. 6. Takto velké rozdíly jsou vysvětlovány nakupením dislokací na hranicích větších zrn. Inženýrsky to pak způsobuje přechod mezi křehkým a houževnatým lomem na velikosti zrna zhruba 50 μm za pokojové teploty [49].

Žíhání titanu je problematické z hlediska chemických dějů. Při žíhání na vzduchu dochází k difuzní absorpci kyslíku a dusíku do vrstev o tloušťce v desítkách mikrometrů, což stabilizuje fázi α . Při významném překročení teploty fázového přechodu dochází k malému snížení meze pevnosti. Zásadní je ale snížení tažnosti téměř k nule [50].

Vlastnosti titanu jsou ovlivněny orientací krystalové mříže, resp. texturou v polykrystalech. V titanu grade 2 byla objevena významná anizotropie lomové houževnatosti, kdy ve směru (1000) vychází J-integrál 60 kJ/m² a v rovině šestičetné symetrie (např. (11 $\bar{2}$ 0)) 288 kJ/m² [51], což odpovídá hodnotám K_{IC} 91 MPa $\sqrt{\text{m}}$ a 199 MPa $\sqrt{\text{m}}$ [39]. U běžných kovaných slitin titanu dosahuje K_{IC} obvykle hodnot kolem 50 MPa $\sqrt{\text{m}}$. V práškové metalurgii a lití pak slitina Ti6Al4V dosahuje běžně hodnot

kolem $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [14]. Rozpětí hodnot je tedy značné a zcela bez pochyby můžeme konstatovat, že silně závisí na mikrostruktuře.



Obrázek 6: Křivky skutečné napětí – skutečná deformace titanových plechů v závislosti na velikosti zrn (vlevo) a lomová houževnatost stejného materiálu (vpravo) [49].

Wöhlerova mez únavy komerčně čistého titanu je za pokojové teploty kolem 300 MPa, ale v závislosti na mikrostruktuře může klesat až k 120 MPa. Spolehlivé údaje o rychlostech šíření trhlin v čistém titanu jsou bohužel málo rozšířené v dostupných publikacích, naštěstí však bylo provedeno nedávné měření na titanovém plechu [52]. Z tohoto měření bylo možné získat data, která jsou zpracována do porovnání v sekci 3.3.

Prahový faktor intenzity napětí ΔK_{th} konvenčně zpracované slitiny Ti6Al4V se pohybuje mezi 8 a 20 $\text{MPa m}^{0.5}$ [14]. Únavové vlastnosti titanu bývají také výrazně ovlivněny plastickou deformací, lokálním natavováním a residuálním napětím v materiálu. Tlakové residuální napětí zásadně zlepšuje únavovou odolnost [53].

1.3.2 Titan a cold spray

Proces výroby CSAM začíná již u prášku určeného k nanášení. Titanový prášek může vznikat buď v atomizované produkci [9], rozemletím celistvého kovu, anebo tzv. Armstrongovým procesem [54]. Částice prášku z každé ze zmíněných produkcí mají jiný tvar, a proto v procesním plynu dosahují různých teplot a rychlostí. Efektivitu depozice může zlepšit i zpracování prášku plazmatem [55].

Kineticky nanesený titan má obvykle téměř nulovou tažnost. Vyniká ale naopak vysokou pevností v tahu R_m , která dosahuje až 450 MPa při depozici pomocí dusíku a 800 MPa při depozici za pomoci helia [19]. Vlastnosti nicméně silně závisí na přesných podmínkách nanášení, a to zejména na teplotě, rychlosti a velikosti částic [10]. Lomové vlastnosti jsou pak poměrně čerstvě prozkoumány na malém počtu vzorků, i tak ale z dat vyplývá nízká odlišnost prahové hodnoty rozkmitu faktoru intenzity napětí ΔK_{th} a velké snížení lomové houževnatosti oproti konvenčně vyrobenému plechu [46], [52].

Vlastnosti titanových dílů vyrobených kinetickým nanášením můžeme zlepšit zpracováním po nanášení. Mezi obvyklé postupy patří žihání, při kterém dochází k výraznému zmenšování pórů [56] z důvodu energetické výhodnosti – zmenšení povrchové energie. Dochází také k celkovému zmenšení objemu pórů a tím také ke zvýšení hustoty, zároveň se výrazně zlepšuje tažnost. Při dvouhodinovém žihání na 1100 °C se vzdušným ochlazováním dochází ke zvýšení tažnosti na 14 % při mezi kluzu 400 MPa. Jelikož toto spékací žihání probíhá nad teplotou fázového přechodu,

výsledné vlastnosti jsou dané také zpětnou fázovou přeměnou, kterou můžeme ovlivnit inokulačními činidly [57]. Žihání za nižší teploty 550 °C také vede k rekrystalizaci a spékání částic, způsobuje snížení meze pevnosti a zvyšuje tažnost na cca 8 % [19]. Zvláštní vlastnosti lze získat také laserovým natavováním [58].

2. Experiment

2.1 Příprava materiálů

V této práci je analyzován titan Grade 1, tj. nejvyšší komerční čistoty [14], který byl vyroben za čtyř různých podmínek metodou CSAM. Všechny vzorky materiálů byly zhotoveny za použití stejného substrátu AlMg3 s výslednou geometrií nástřiku $100 \times 100 \times 8$ mm. Nástřik byl ve všech případech proveden přístrojem Impact Spray System 5/11 od firmy Impact Inovations GmbH [6] na Helmut Schmidt Universität v Hamburku (HSU). Procesní plyn byl dusík.

U všech vzorků byla procesní část plynu stlačována na 50 bar s průtokem $80 \text{ m}^3/\text{h}$, unášecí část měla tlak 30 bar, teplotu $20 \text{ }^\circ\text{C}$ a průtok $4 \text{ m}^3/\text{h}$. Nástřik byl proveden ze vzdálenosti 40 mm a tryska se pohybovala rychlostí 500 mm/s. Vzorky se lišily granulometrií použitého titanového prášku, tj. dolním, horním objemovým kvantilem velikostí (d_{10} , d_{90}) a střední hodnotou (d_{50}) od $13 \text{ }\mu\text{m}$ do $66 \text{ }\mu\text{m}$. Prášek byl komerčně zakoupen, jednalo se o prosetou atomizovanou produkci. V jednom případě byla odlišná i teplota procesního plynu. Tyto rozdíly jsou shrnuty v tabulce 2. Zde je také zaznamenána teplota procesního plynu, teplota částice při dopadu, dopadová rychlost a poměr η blíže popsány v části 1.1.2. Údaje v této tabulce byly změřeny na HSU.

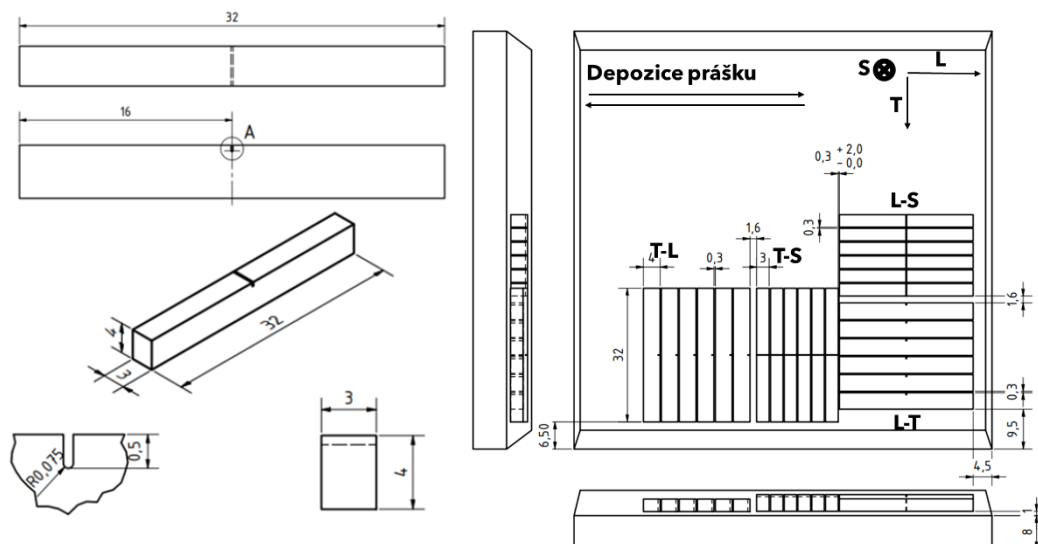
Tabulka 2: Parametry technologie kinetického nanášení u zkoumaných materiálů.

Označení materiálu	d_{10} [μm]	d_{50} [μm]	d_{90} [μm]	Teplota procesního plynu [$^\circ\text{C}$]	Teplota částice při dopadu [$^\circ\text{C}$]	Rychlost částic při dopadu [m/s]	η
fine	13	25	34	1100	641	786	1,020
mid	28	39	45	1100	772	740	1,110
coarse	41	56	66	1100	848	695	1,200
coarse2	41	56	66	990	757	675	1,108

2.2 Příprava a charakterizace vzorků

Metodou EDM bylo z každého materiálu vyrobeno 24 vzorků geometrie nosníku obdélníkového průřezu, jak je zobrazeno ve výkresu na obr. 7 vlevo, a to ve čtyřech různých orientacích podle schématu dle obr. 7 vpravo. Celkem tedy bylo k dispozici 96 vzorků. Na stejné ilustraci je také zobrazen zavedený souřadný systém pro lepší orientaci v textech výstupů i samotném experimentu.

Vzorky jsou v souladu s normou ASTM E399 [40] označeny vždy dvěma písmeny podle směru trhliny a zatěžování jejího čela – první písmeno určuje směr podél nejdelší strany našeho vzorku a druhé směr nejvyššího gradientu napětí nebo šíření trhliny. Z každé série šesti vzorků byly dva určeny na měření mechanických vlastností, tj. čtyřbodový ohyb. U ostatních čtyř byl vytvořen vrub pro zkoušky, které se zabývají šířením trhlin v materiálech, tj. zkouška šíření únavových trhlin a zkouška lomové houževnatosti. Obě tyto zkoušky byly provedeny alespoň dvakrát pro jednu kombinaci materiálu a orientace. Vzorky nad rámec této spotřeby byly určeny pro rezervu v případě nezdařených zkoušek.



Obrázek 7: Geometrie vzorků pro testování mechanických i únavových vlastností [59] a řezný plán zkoumaného materiálu.

Z důvodu technologických nepřesností nařezaných vzorků bylo nutné před dalším zpracováním upravit geometrii některých z nich broušením pomocí hrubých SiC papírů P240 a P400 tak, aby rozměry popsané na obr. 7 splnily výrobní toleranci do $+0,05$ mm vzhledem ke geometrii vrubovacího přípravku.

Následovalo vytvoření vrubů na vzorcích určených na zkoušky lomových vlastností pro vytvoření koncentrace napětí zhruba v polovině užší strany vzorků. Vrubování proběhlo na nízkorychlostní pile Isomet Low Speed Saw 11-1180 výrobce Buehler s použitím diamantového kotouče šířky 150 μm s průměrem 10 cm. Cílová hloubka vrubu byla 0,5 mm.

Po dokončení těchto geometrických úprav následovalo broušení, leštění a leptání jedné stěny každého ze vzorků, aby bylo možné pořizovat při experimentech snímky sloužící ve většině případů jako podklad k analýze deformací digitální korelací obrazu (DIC) i pro zkoumání vlivu mikrostruktury na růst trhlin. Broušení proběhlo na SiC papírech hrubostí postupně P400, P600, P800, P1000, P2500 a P4000. Časy broušení byly určeny tak, aby mizely rýhy z předchozího kroku. Leštění proběhlo na tvrdém nylonovém plátně s diamantovými suspenzemi postupně 3 μm a 1 μm na ethanolové bázi. Cílem leptání pak bylo na povrchu vytvořit vzor pro dobré fungování DIC.

Na konci přípravy vzorků k testování mechanických a lomových vlastností byly digitálním mikrometrem změřeny přesné rozměry vzorků s přesností jednotek mikrometrů. Hloubka vrubu pak byla zjištěna metalografickým mikroskopem měřením z boku z obou stran s přesností na desítky mikrometrů.

Materiály byly charakterizovány také standartní metalografickou analýzou. Pro ni byl u každého z materiálů využit jeden z již použitých vzorků pro test únavy a lomové houževnatosti, neboť v těchto případech je plastickou deformací ovlivňováno pouze okolí trhliny. Řezání probíhalo pomocí přesné rozbrušovací pily Buehler IsoMet[®] 5000 kotoučem typu 4217 od stejného výrobce za chlazení řeznou emulzí na bázi vody. Bezprostředně po uříznutí byly získané vzorky omyty vodou a ultrazvukově čištěny cca 5 min v ethanolu. Pro každý materiál byly uříznuty tři kusy pro charakterizaci ve třech navzájem kolmých rovinách. Takto připravené vzorky byly po šesti zalisované do termoplastického vodivého materiálu polyfast (Buehler, Lake Bluff, IL, USA). Lisování probíhalo 10 min za teploty 180 °C při síle 20 kN, následné vodní chlazení dalších 10 min.

Broušení proběhlo na SiC kotoučích s různou velikostí částic metodou ověřenou v [60]. Leštění proběhlo v prvním kroku pomocí plátina Struers MD Moll se suspenzí 3 μm diamantů na ethanolové bázi s přitlakem 20 N celkem 4 min. Po tomto hrubém leštění bylo provedeno jemné vibračně chemické leštění na zařízení VibroMet výrobce Buehler (na Ústavu fyziky plazmatu AV ČR) s koloidní suspenzí SiO_2 s velikostí částic pod 0,05 μm .

Snímky pro stanovení porozity CS Ti depozitů byly pořízeny pomocí laserové konfokální mikroskopie (OLYMPUS OLS5000). Po pořízení těchto snímků následovalo leptání ověřeným způsobem pomocí Krollova leptadla, nicméně oproti minulé zkušenosti [60] nebylo nutné používat žádný další roztok. Dále byly naleptané vzorky ve všech orientacích snímány skenovacím elektronovým mikroskopem Jeol JSM-5510LV se snímáním sekundárních elektronů.

2.3 Mechanické a lomové vlastnosti

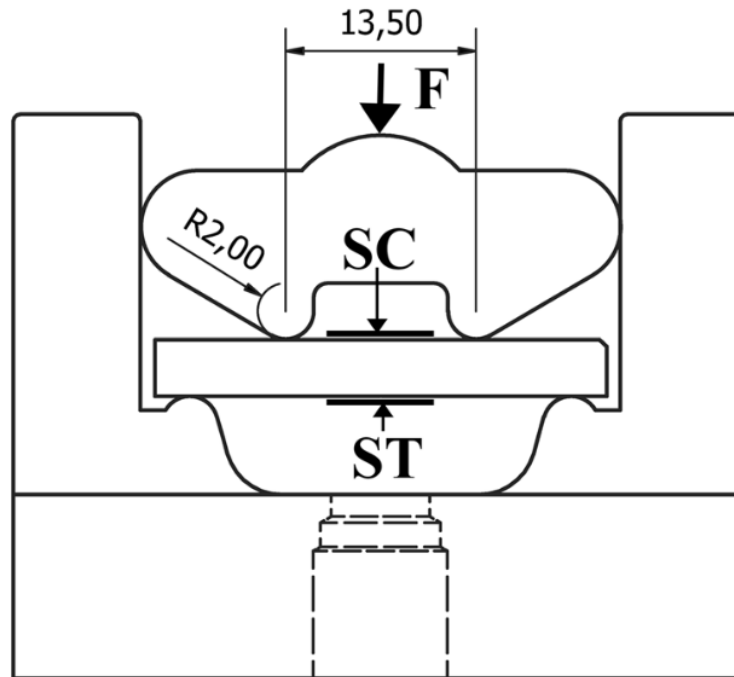
Pro zjištění mechanických a lomových vlastností byly vzorky podrobeny několika typům zkoušek. Nejprve byla provedena zkouška čtyřbodovým ohybem pro zjištění základních vlastností všech druhů materiálu, zejména Youngova modulu E a meze kluzu ($R_p0,2$). Tím byl umožněn převod poddajnosti vzorků na délku trhliny. Poté bylo možné přejít ke zkoušení lomových vlastností. Nejprve byla testována kinetika šíření trhlin na zařízení vyvinutém přímo na KMAT FJFI [37], přičemž byly vytvořeny trhliny od vrubu zhruba do poloviny průřezu vzorku. Tyto vzorky bylo následně možné zkoušet ještě třibodovým ohybem pro stanovení statické lomové houževnatosti. Po této zkoušce byly vybrané vzorky dolomeny a lomové plochy byly snímány elektronovým mikroskopem.

2.3.1 Křivka napětí – deformace

Nevrubované vzorky stejných rozměrů jako na obr. 7 byly namáhány podle schématu zobrazeného na obr. 8. Rozpětí mezi působími sil shora bylo 13,5 mm a mezi podporami 27 mm. Z těchto údajů lze jednoduchým analytickým výpočtem stanovit převodní vztah z působící síly P na moment M , který je v centrální části nosníku konstantní. Při použití vzorce z 1.2.1 je moment v tomto případě určen vztahem $M = P \cdot 0,003375$ [N·m]. Pro určení průběhu napětí vs. deformace, a tedy materiálových konstant již ale běžné analytické metody nestačí, tudíž je nutné použít některou z metod popsanych v 1.2.1. V tomto případě byla využit postup dle práce Kato et al. [29].

Zatěžování probíhalo na stroji Hegewald & Peschke Inspect 100 se siloměrem rozsahu do 20 kN. Pomocí ovládacího softwaru LabMaster byl vytvořen speciální program pro testování těchto vzorků. Jedná se o předtížení na 200 N pohybem příčnicku rychlostí 0,01 mm/s pro usazení vzorku s následným odtížením na 5 N. Poté následovaly posuvy příčnicků rychlostí 0,003 mm/s, přičemž při každém posuvu o 3 μm byl pořízen snímek vzorku monochromatickou 5 Mpx kamerou s telecentrickým objektivem, HikVision MV-CA050-11UM. Tento proces probíhal až do lomu, nebo do dosažení nominální deformace 5 %, kde metoda ztrácí platnost.

Data naměřená při této zkoušce byla zpracována v softwaru MATLAB pomocí standartní metody vytvořené na KMAT FJFI. Nejprve byly pořízené snímky zpracovány digitální korelací obrazu (DIC) s pomocí software Ncorr [30], čímž bylo získáno pole posuvů. Tato data pak byla proložena modelovou závislostí [28], na základě čehož byly určeny modelové deformace tlakovém a tahovém povrchu vzorku. Ty byly společně s momentem a rozměry vzorku použity v postupu popsáném v části 1.2.1.



Obrázek 8: Schéma testování čtyřbodovým ohybem [46].

2.3.2 Charakterizace kinetiky šíření únavových trhlin

Studium šíření únavových trhlin probíhalo na speciálním zařízení vyvinutém na KMAT FJFI [37]. Jedná se o soustavu zobrazenou na obr. 9. Průchodem elektrického proudu cívkami vzniká proměnné magnetické pole, které přitahuje či odpuzuje silné magnety připevněné k ocelovým kotvám. Tímto způsobem je buzena rezonanční frekvence ohybové módu soustavy vzorek – kotvy znázorněného na obr. 9. Vzorek je vetknut do titanových vložek pro umožnění dostatečných deformací a snížení koncentrace napětí na rozměrových defektech. Vysoká mez kluzu titanu navíc zvyšuje odolnost této části stroje.

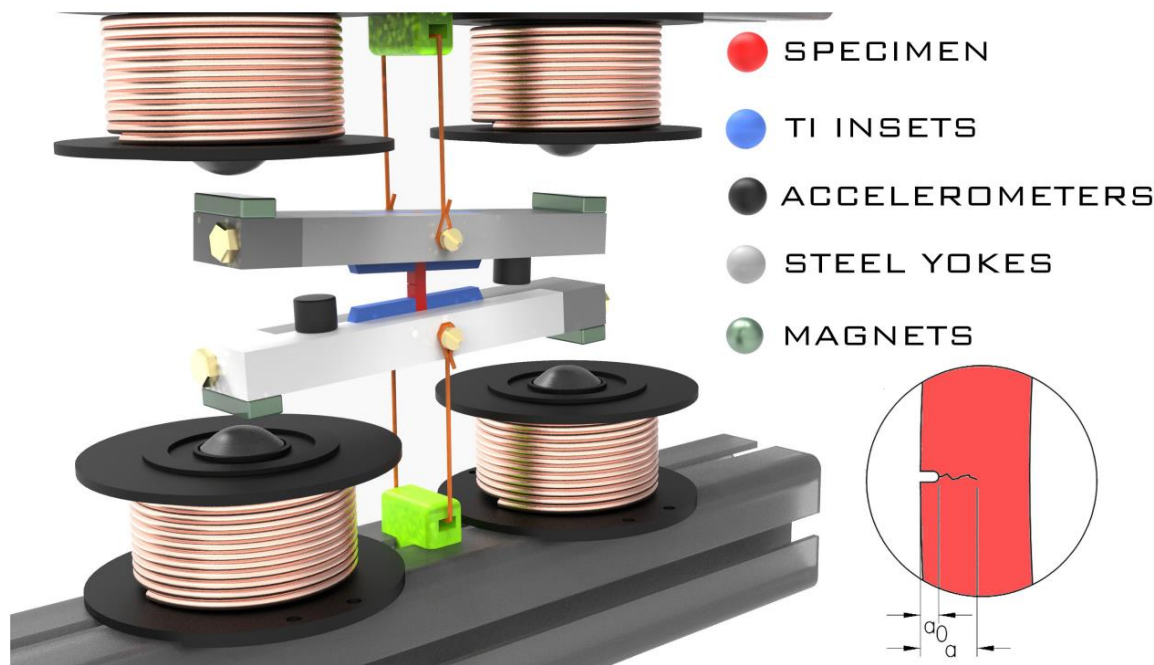
Veličinami měřenými pomocí akcelerometrů připevněných na kotvách jsou zrychlení a frekvence, z čehož je možné určit moment, kterým je vzorek namáhán. Z něj je možné určit nominální napětí, kterým by byl namáhán vzorek bez vrubu. Toto napětí pak lze díky numericky určeným tvarovým funkcím převést na faktor intenzity napětí v prvním ohybovém módu na čele trhliny. Obecný vzorec tedy vypadá takto:

$$K_I = \sqrt{a\pi} f\left(\frac{a}{W}\right), \quad (13)$$

kde K_I je faktor intenzity napětí v prvním módu, $f\left(\frac{a}{W}\right)$ tzv. tvarová funkce, a délka trhliny a W šířka vzorku bez trhliny. Rozměry vzorků znázorňuje také obr. 5.

Program zkoušek byl pro zajištění konzistence experimentu ve všech případech stejný. Zpočátku dochází ke kalibraci poddajnosti uchycení. První fáze zkoušky je zatěžování konstantním napětím, které odpovídalo předpokládané mezi únavy vrubovaného tělesa. Pokud po 10^7 cyklech nedošlo k iniciaci trhliny, bylo napětí postupně zvyšováno až do iniciace. Následoval růst trhliny rychlostí postupně klesající z 10^{-10} m/cyklus až na 10^{-11} m/cyklus do délky $a = 0,95$ mm. Potom byl růst trhliny udržován na konstantní rychlosti 10^{-11} m/cyklus až do délky 1 mm. Poté byla rychlosti šíření

exponenciálně zvyšována na 10^{-6} m/cyklus s prodloužením trhliny na 1,9 mm. Při takových rychlostech šíření trhlin dochází u použitého zařízení k problémům s regulací rezonanční frekvence, kdy program nedokáže reagovat na její rychlé změny, čímž je experiment ukončen. Při prvotní analýze dat tak bylo pro další analýzu nutné vyjmout data ze začátku a úplného konce zkoušky. Takto otestované vzorky pokračovaly na test lomové houževnatosti.



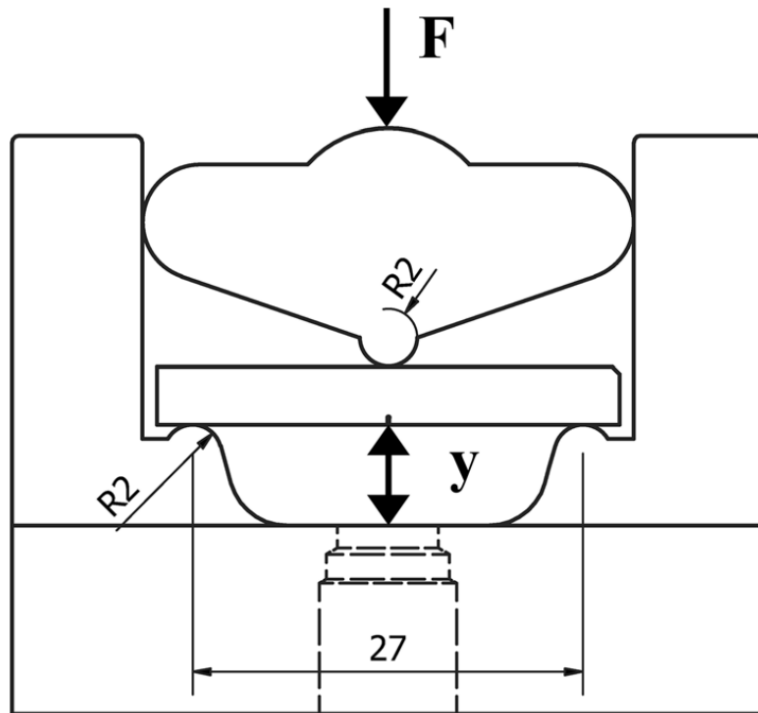
Obrázek 9: Schéma zařízení ke zkoušení únavy ohybem při rezonanci [35].

2.3.3 Měření lomové houževnatosti

Vzorky s trhlínami o délce cca 1,9 mm vytvořené testováním šíření únavových trhlin byly dále analyzovány zkouškou tříbodovým ohybem, jejíž schéma je znázorněno na obr. 10. Při tomto testu se trhlina pomocí kvazistatického zatěžování s řízenou polohou prodloužila až na cca 3 mm.

Experiment probíhal na testovacím zařízení Hegewald & Peschke Inspekt 100 s programem vytvořeným v ovládacím softwaru LabMaster. Jedná se o zatížení na 100 N, dále tři cykly odtížení o 70 N rychlostí příčnicků 0,005 mm/s a opětovného zatížení na 100 N rychlostí 0,01 mm/s pro získání dat o poddajnosti vzorku s již vytvořenou trhlínou. Potom již začal cyklus vlastní zkoušky, kdy posun příčnicku probíhal rychlostí 0,03 mm/s o 2,5 μ m, poté byl pořízen snímek, pak proběhlo odtížení o 70 N rychlostí 0,02 mm/s opět s pořízením snímku na konci před opětovným zatížením. Snímkování probíhalo stejně jako v případě čtyřbodového ohybu (sekce 2.3.1) monochromatickou 5 Mpx kamerou HikVision MV-CA050-11UM pomocí softwaru MVS. Hodnoty odtěžování musely být po úvodních experimentech značně navýšeny právě na 70 N z důvodu vysoké míry hystereze vzorků pro zvýšení přesnosti měření, což zároveň umožňovala dostatečná pevnost materiálu.

Během vypracování této práce byly na katedře materiálů vyvíjeny nové metody trasování trhlin pomocí DIC, tudíž toto měření bylo provedeno hned několika způsoby. Ukázalo se vhodné problém rozdělit na zjišťování počáteční délky trhliny a následných přírůstků. Počáteční délka trhliny byla určována standardní metodou poddajnosti třemi odtíženími na začátku zkoušky, pomocí DIC a z dat konce zkoušky šíření únavových trhlin. To se opírá o předpoklad, že délka trhliny na konci únavové zkoušky a na začátku zkoušky lomové houževnatosti je vzhledem ke zvolenému postupu stejná.



Obrázek 10: Schéma testování lomové houževnatosti tříbodovým ohybem na KMAT FJFI [46].

Měření počáteční délky pomocí odtěžování se ukázalo jako problematické kvůli velké hysterzi sil při odtěžování. Toto měření udávalo počáteční délku trhlin systematicky o cca 0,45 mm větší než u obou ostatních metod. Měření touto metodou bez korekcí nevede ke správným výsledkům. Průměrný rozdíl u DIC a konce cyklického namáhání byl pouze 0,077 mm a celková průměrná hodnota z těchto dvou metod byla téměř totožná.

Počáteční délku trhliny jsme tedy uvažovali pouze z konce zkoušky šíření únavových trhlin a DIC. DIC může získávat data pouze z jednoho bodu čela trhliny, tudíž může být ovlivněno zakřivením jejího čela [31]. Proto vykazuje problém s velkou odchylkou mezi jednotlivými přírůstky trhliny. Na konci únavové zkoušky zase dochází k problémům s regulací frekvence, tudíž tato metoda také není dokonale přesná.

Vzhledem k limitacím všech použitých metod bylo rozhodnuto, že dojde k porovnání výsledků měření délek trhlin získaných pomocí dvou (téměř) nezávislých metod:

- 1) vyhodnocení pouze pomocí DIC
- 2) korekce počáteční délky trhliny a následné měření z odtěžování

Spolu s měřením délky trhliny je nutné vyřešit také výpočet J -integrálu (viz 1.2.3). Pro jeho výpočet je potřeba buď posuv, anebo COD [39]. Posuv byl měřen zkušebním strojem, COD pomocí DIC. Abychom tedy zajistili nezávislost způsobů měření, byla metoda COD kombinována s DIC a posuvy s odtěžováním. U odtěžování byly navíc vyhodnoceny oba způsoby korekce počáteční délky trhliny. Celkové výsledky jsou tedy průměrem z těchto způsobů měření:

- a) počáteční délka trhliny z DIC, délka trhliny při zkoušce z DIC, J metodou COD pomocí DIC
- b) počáteční délka trhliny z DIC, délka trhliny při zkoušce z odtěžování, J z posuvu
- c) počáteční délka trhliny z únavové zkoušky, délka trhliny při zkoušce z odtěžování, J z posuvu

3. Výsledky a diskuse

V této části jsou odprezentovány hlavní výsledky experimentální části této práce. Nejprve jsou popsány výsledky metalografie, a poté jsou představeny výsledky mechanických, únavových a lomových vlastností. Diskuse a porovnání s jinými experimenty je provedeno přímo v příslušných sekcích.

3.1 Mikrostruktura

Na snímcích v obr. 11 a 12 ze SEM je znázorněna mikrostruktura vzorků ve všech navzájem kolmých rovinách význačných pro technologii nástřiku. Podle očekávání je struktura velice podobná v rovinách řezu depozitu LS a TS, kde je patrné zploštění částic ve směru S vlivem jejich deformace při dopadu. Při pozorování ze směru S se tedy částice jeví výrazně větší. Zároveň je ze snímků vidět, že rozměr částic v rovině TL odpovídá směřům L a T v rovinách LS a TS, což vylučuje nesprávnost pozorování. Tento jev může způsobovat anizotropii lomových vlastností, o čemž je pojednáno v následujících sekcích. Při předpokladu sférického tvaru původních částic je totiž podle očekávání plastická deformace zaměřena do jednoho směru.

Z obrázků je dále patrná různá velikost částic, korespondující s různými použitými frakcemi prášku Ti. Pozorované velikosti jsou konzistentní s rozměry částic uvedenými v Tabulce 2. Na snímcích je rovněž možné si povšimnout minimální porozity, což je pro CSAM typické a je to jedna z velkých výhod této metody [5]. Ta byla přesně stanovena na HSU v Hamburku metodou analýzy obrazu. Výsledky jsou zapsány v tabulce 3. Zatímco materiály ze dvou jemnějších prášků mají porozitu velmi podobnou, u hrubého prášku mírně stoupá. U materiálu coarse2 s nižší teplotou procesního plynu je hodnota zhruba trojnásobná oproti depozitu ze stejného prášku při vyšší teplotě.

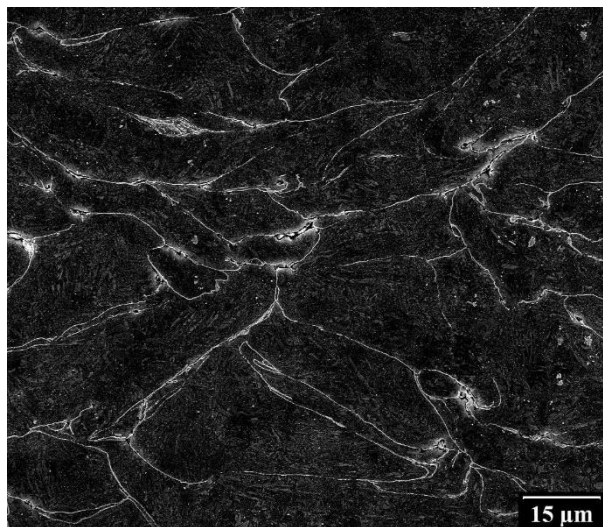
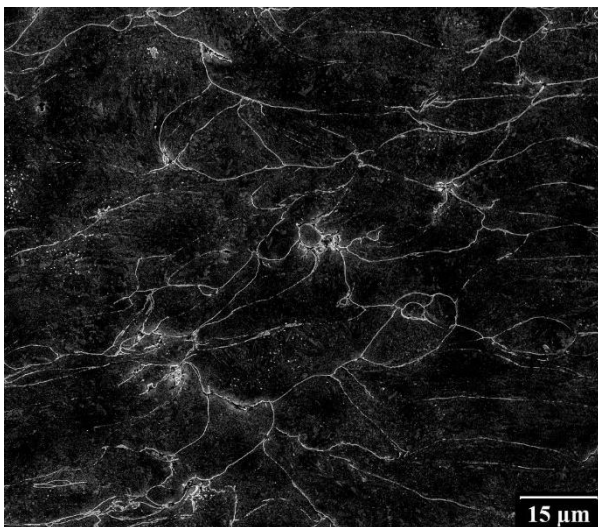
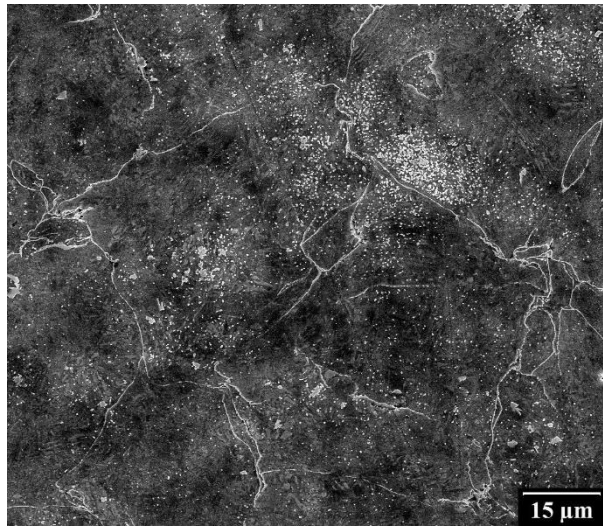
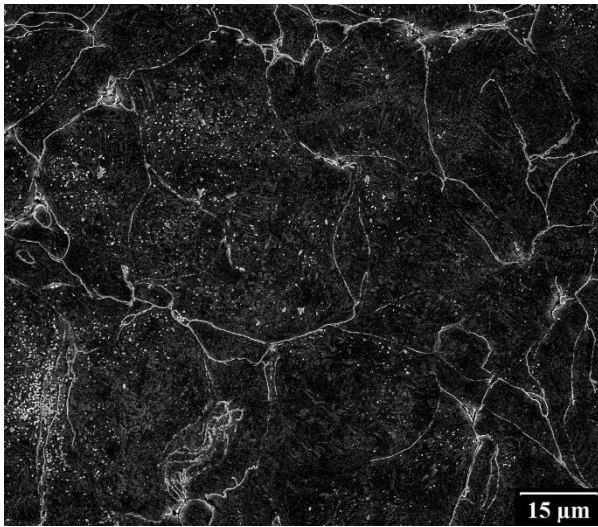
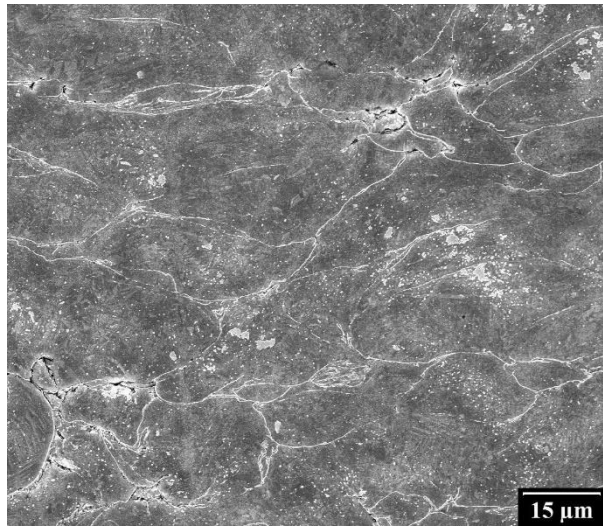
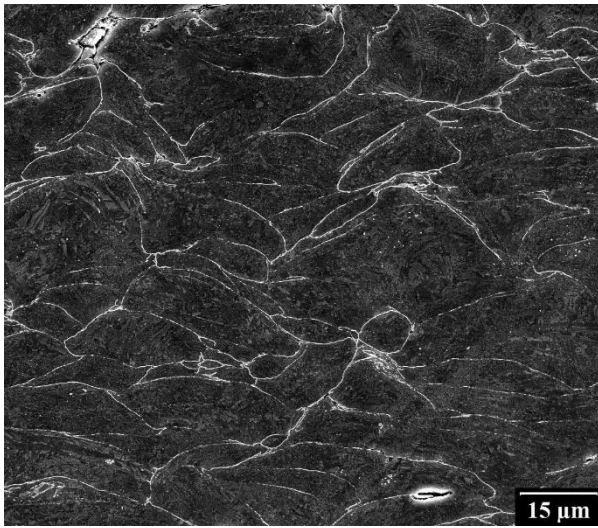
Jak je možné zjistit pohledem do tabulky 2, příčina tohoto jevu není zcela jistě u parametru η , který byl nejnižší u materiálu fine. Naopak je jasně zřejmý vliv dopadové rychlosti. To by ale podle dat v tabulce 3 ještě nedokázalo vysvětlit rozdíl mezi materiály coarse a coarse2. Závislost na teplotě dopadu je tedy nezbytná. Zároveň je vliv rychlosti výraznější než vliv teploty. Není možné také opomenout fakt, že u větších částic musí materiál urazit zpravidla větší vzdálenosti, aby mohl póry vyplnit.

Tabulka 3: Porozita zkoumaných materiálů

materiál	fine	mid	coarse	coarse2
porozita [%]	0,49	0,47	0,81	2,16
Rychlost při dopadu [m/s]	786	740	695	675
Teplota při dopadu [°C]	641	772	848	757

fine

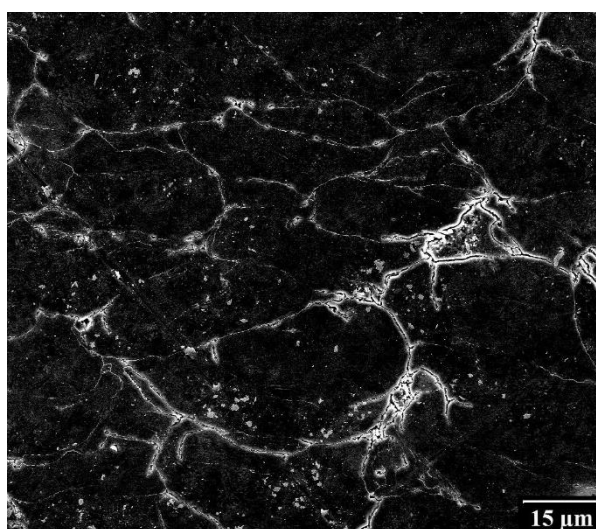
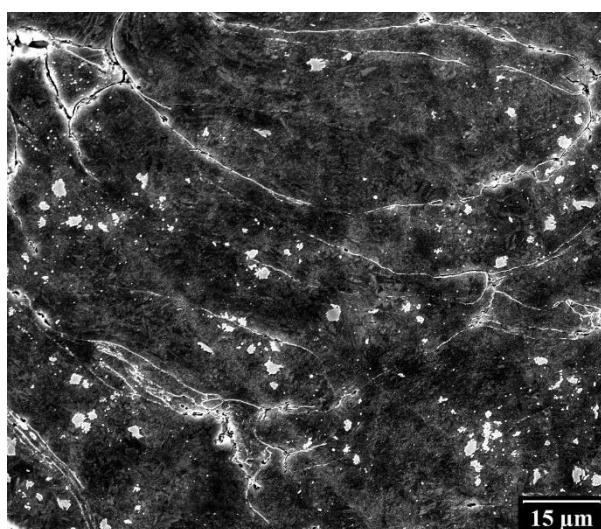
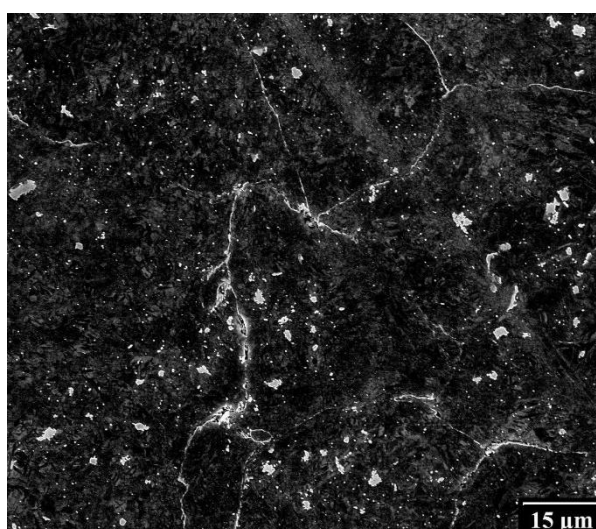
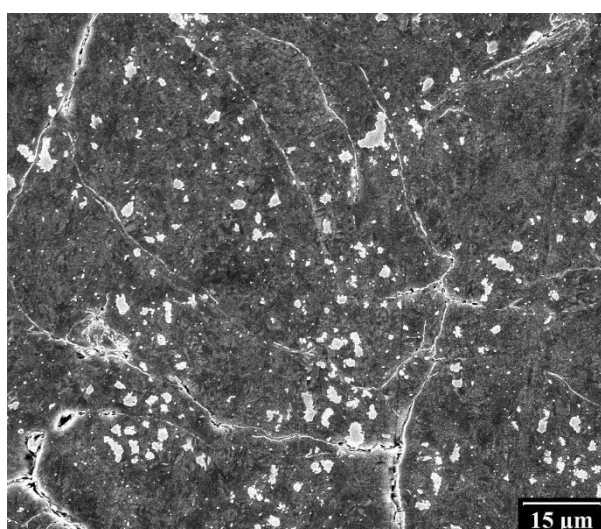
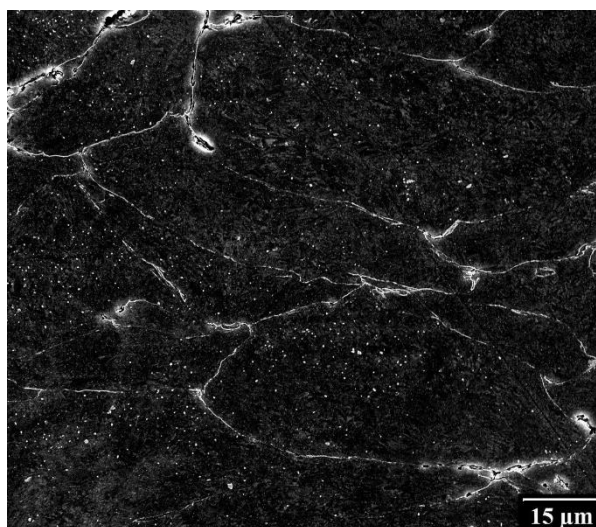
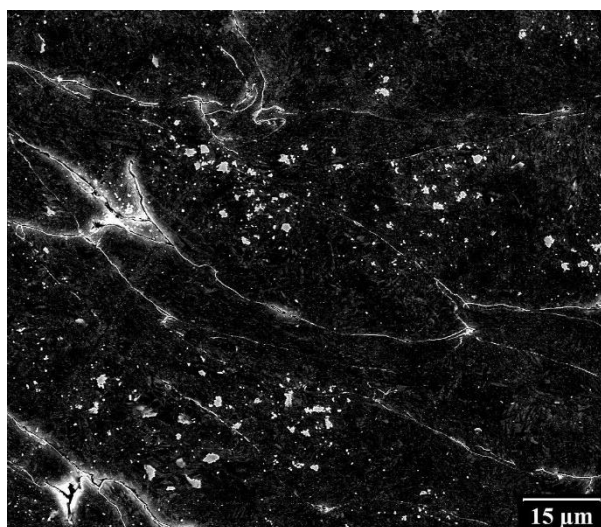
mid



Obrázek 11: Mikrostruktura CS Ti depozitů fine a mid zachycená pomocí SEM. Shora roviny LS, TL a TS.

coarse

coarse2

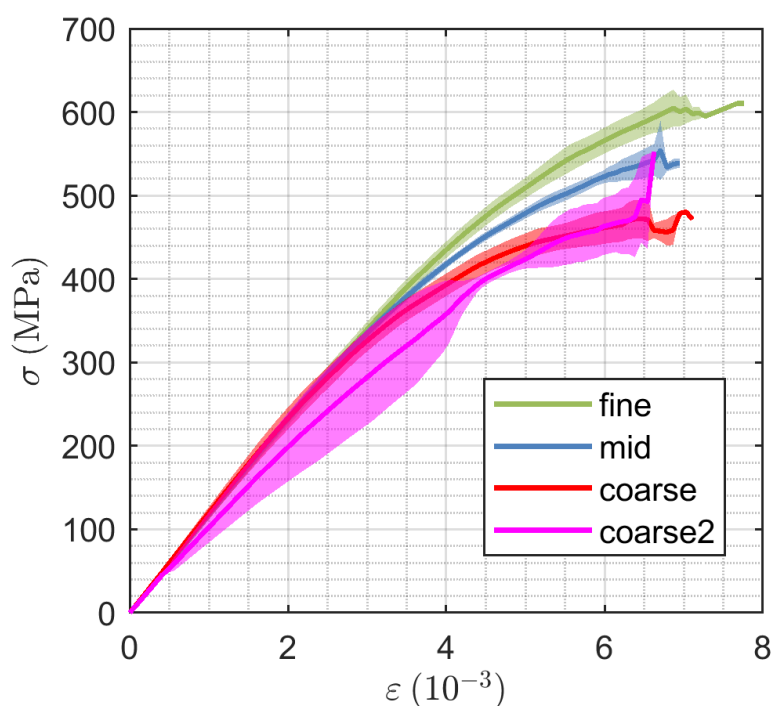


Obrázek 12: Mikrostruktura CS Ti materiálů coarse a coarse2 zachycená pomocí SEM. Shora roviny LS, TL a TS.

3.2 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti všech materiálů testované čtyřbodovým ohybem byly zpracovány výpočetní metodou podle metody uvedené v článku Kato et. al. [29]. Při zpracování bylo uvažováno stejné chování materiálů v tlaku a v tahu, a to z důvodu lepší přesnosti takto získaných výsledků. Jelikož byla zjištěna téměř nulová porozita (minulá sekce 3.2), tak je tento předpoklad opodstatněný. Při bližším pohledu na používanou metodu (sekce (1.2.1)) je zřejmé, že díky symetrii průběhu napětí ve vzorku je metoda výpočtu mnohem robustnější.

Hodnoty Youngova modulu, meze kluzu, meze pevnosti a prodloužení do lomu, popisující mechanické vlastnosti zkoumaných materiálů, jsou shrnuty v tabulce 4. Popis vzorků odpovídá systematicce popsané v sekci 2.2, kde je vysvětleno značení orientace a typu materiálu. Shrnutí nejdůležitějších výsledků pak poskytuje obr. 13, kde je zřejmé splnění podmínky malé deformace pro platnost zkoušky [27].



Obrázek 13: Křivky napětí – deformace vzorků CSAM Ti získané pomocí testování čtyřbodovým ohybem.

V tabulce 4 není uvedena mez kluzu $R_p0,2$ u některých specifických kombinací prášku a orientace. Při pohledu na prázdná místa o ní lze těžko mluvit, plasticita vzorků není dostatečná. Pokud však u těch materiálů, kde jsou dostupná data, porovnáme $R_p0,2$ a mez pevnosti R_m , příliš se neliší. Tyto dvě charakteristiky spolu tedy splývají, a není tedy na závadu, pokud budeme popisovat pouze R_m .

Modul E se zásadně neliší napříč všemi orientacemi a prášky. Jedinou výjimkou je materiál coarse2, kde je mírně nižší. To může být způsobeno mírně vyšší porozitou tohoto materiálu, jak je popsáno v tabulce 3.

V závislosti na použitém prášku jsou velké odlišnosti v pevnosti. Mez pevnosti R_m u jemného prášku je o zhruba 50 % větší než u hrubého. Jediná podobnost u mezí pevnosti vyplyne při srovnání dvou typů nástřiku z hrubého prášku, coarse a coarse2. To znamená, že se pevnost v našem případě neřídí závislostí

na parametru η v podobě popsané ve [13]. Naměřené hodnoty odpovídají spíše Hall-Petchově vztahu, kde je modelově pevnost úměrná $1/\sqrt{d_p}$, kde d_p je velikost částice. Nejvyšší dosahovaná mez pevnosti u konvenčně vyrobeného titanu je 635 MPa [14], čemuž se blíží materiál fine. Jako u mnoha jiných materiálů, i zde tato hodnota záleží u konvenční výroby na velikosti zrn [49].

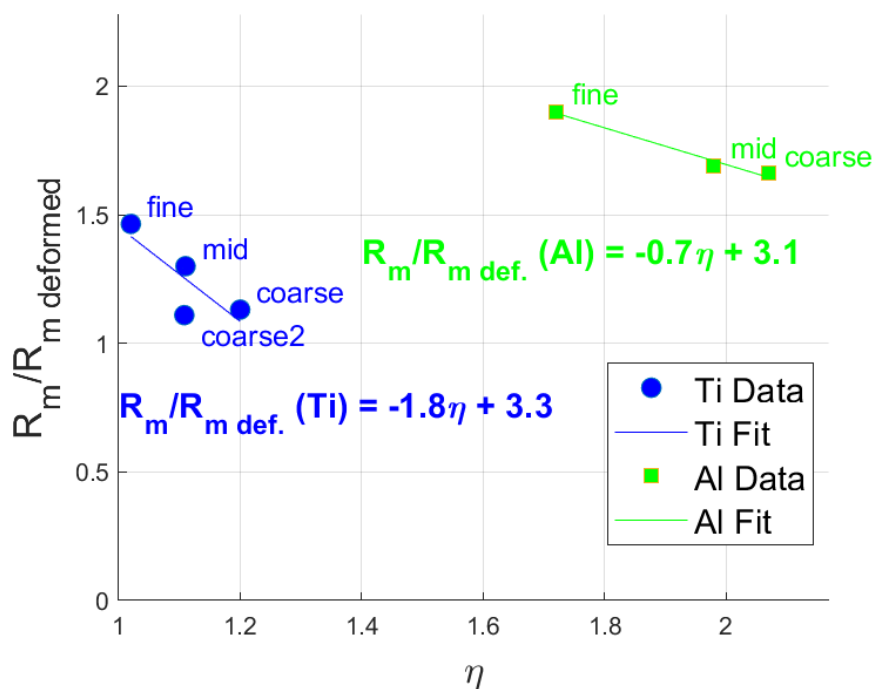
Tabulka 4: Mechanické vlastnosti zkoumaných materiálů včetně závislosti na orientaci.

materiál	orientace	E [GPa]	$R_p 0,2$ [MPa]	R_m [MPa]	A_t [10-3]
fine	LS	115	-	619	7
	LT	113	608	622	7
	TS	117	-	596	7
	TL	114	-	610	7
mid	LS	117	553	539	6
	LT	112	-	576	6
	TS	116	529	540	7
	TL	117	521	527	6
coarse	LS	112	479	483	7
	LT	125	468	473	6
	TS	112	441	457	7
	TL	111	461	481	7
coarse2	LS	79	-	498	6
	LT	109	455	457	6
	TS	107	438	448	6
	TL	103	449	458	6

V závislosti na orientaci nelze z naměřených dat určit žádný významný trend R_m . To je zajímavé vzhledem k rozdílům v mikrostruktuře. Výsledky ale odpovídají podobným výzkumům u hliníku [61], [62].

Mechanické vlastnosti jsou oproti lomovým v případě kineticky nanášeného titanu testované výrazně častěji. Do roku 2015 byly meze pevnosti kineticky nanášeného čistého titanu do 800 MPa s Heliem jako procesním plynem a do 450 MPa s dusíkem [19]. Prášek při nástřiku pomocí dusíku měl střední velikost částic 33,5 μm . Plyn měl tlak 4 MPa a teplotu 1000 $^\circ\text{C}$ [10]. Velikost částic tedy byla zhruba mezi našimi materiály fine a mid, teplota a tlak však byly menší, tudíž tam pravděpodobně byla slabší vazba mezi částicemi. V novější studii [46] bylo dosaženo meze pevnosti 536 MPa za stejné teploty a tlaku plynu jako v případě materiálu mid a fine. Přesná velikost částic z této studie není známá, ale odpovídá těmto dvěma práškům. Zmíněný experiment se ale opíral o velmi málo vzorků. Po porovnání s tabulkami 2 a 4 vyjde najevo, že se všechny experimenty se vzájemně doplňují. Zvýšení tlaku a zmenšení částic vede k vyšší pevnosti.

Rozdíly v mezi pevnosti mezi nástřiky z titanu jsou výraznější než u hliníku [61]. Závislost na granulometrii prášku je ale velice podobná. Výsledky obou těchto experimentů ale popírají teorii o závislosti meze pevnosti na poměru dopadové a kritické rychlosti v původní podobě [13], podle které má pevnost lineárně růst s parametrem η . Při použití nedávno naměřených dat ukáže obr. 14 opačnou závislost. Pevnost nástřiků ve studii [13] byla vzhledem ke konvenční výrobě ve všech případech mnohem menší. Při tak vysokých pevnostech, kterých je u CS v posledních letech dosahováno, začíná být vliv velikosti částic podobný jako u konvenční výroby – odpovídá přibližně Hall-Petchově vztahu.



Obrázek 14: Mez pevnosti CS materiálů normovaná k mezi pevnosti konvenčně vyrobených vysokopevnostních materiálů (Ti 420 MPa [13], Al 100 MPa [61]) v závislosti na poměru dopadové a kritické rychlosti s využitím dat z [61] a této práce.

Deformace při lomu byla u všech vzorků velmi nízká. U všech vzorků se pohybovala mezi 0,6 % a 0,7 %. Zpevnění materiálu je s nejvyšší pravděpodobností příliš velké. Na titan byly hodnoty procesních parametrů velmi nízké (viz tabulka 2). Zvýšení tlaku procesního plynu by mohlo tažnost zásadně zlepšit [63].

3.3 Charakteristika materiálu při cyklickém zatěžování

Cyklické zatěžování bylo měřeno na 39 vzorcích, u dvou se zkouška nezdařila. To znamená, že pro každou kombinaci prášku a orientace jsou k dispozici data od dvou až tří vzorků. Výsledky ve formě grafu rychlosti šíření trhlin v v závislosti na K_{max} jsou na obr. 15. Pro každý vzorek bylo provedeno proložení křivkou metodou Hartmanna a Schijveho popsané v [35] a v sekci 1.2.2, tj. s koeficienty C, m shodnými pro jeden materiál a koeficienty $\Delta K_{thr}, A$ určenými nezávisle pro každý vzorek. K proložení jsou tedy využita data jak z únavové zkoušky, tak hodnoty lomové houževnatosti K_{IC} , kterými byla omezena hodnota A z použitého modelu.

Toto znamená, že aproximujeme dynamickou lomovou houževnatost statickou lomovou houževnatostí, což sice nemusí být zcela přesné, jelikož jsou ale k dispozici data pouze z poměrně pomalého šíření trhlin do rychlosti $da/dn = 10^{-6}$ m/cyklus, je vhodné provést alespoň odhad vyšších rychlostí šíření. Výsledky měření lomové houževnatosti jsou dále zpracovány v samostatné sekci.

Výsledky analýzy touto metodou jsou graficky shrnuty v obr. 15, kde každý ze čtyř materiálů odpovídá jednomu poli. Barvy značí ve všech polích stejnou orientaci. Parametry regrese jsou přehledně zapsány v tabulce 5. Jedná se o průměry z jednotlivých vzorků pro orientace a prášky. Jsou zde uvedeny prahové faktory intenzity napětí, nejprve podle normy ASTM E647 [36], a poté jako asymptoty regrese křivky. Zároveň zde jsou uvedeny i další parametry regrese C, m , které by neměly být závislé na orientaci,

protože se u nich předpokládá závislost na mechanických vlastnostech [31]. Spojené výsledky pro orientace jsou uvedeny ve zvláštní tabulce 6. Vyhodnocení proběhlo také na datech podobné studie pro titan [52].

Tabulka 5: Parametry proložení křivkami Hartmann-Schijve a prahová hodnota šíření trhlin z jiné definice ΔK_{th} podle materiálu a orientace včetně srovnání s předchozím experimentem. ΔK_{th} odpovídá rychlosti šíření 10^{-10} m/cyklus, ΔK_{thr} asymptotě v použitém modelu.

materiál	orientace	ΔK_{th} [MPa \sqrt{m}]		odchylka [MPa \sqrt{m}]	ΔK_{thr} [MPa \sqrt{m}]		odchylka [MPa \sqrt{m}]	A [MPa \sqrt{m}]	C	m
fine	LS	3,7	3,5	0,2	3,0	2,8	0,2	16,7	1,3E-10	2,9
	LT	2,7			2,0			12,8		
	TS	4,0			3,3			18,0		
	TL	4,0			3,3			15,5		
mid	LS	3,6	3,5	0,2	2,9	2,9	0,2	18,0	1,8E-10	2,8
	LT	3,3			2,6			17,2		
	TS	4,0			3,3			20,6		
	TL	3,2			2,5			17,5		
coarse	LS	2,7	3,4	0,2	2,0	2,7	0,2	20,3	2,1E-10	3,0
	LT	3,5			2,8			19,3		
	TS	3,9			3,1			18,7		
	TL	3,4			2,7			18,3		
coarse2	LS	3,7	3,4	0,2	3,1	2,8	0,2	17,2	2,6E-10	2,8
	LT	3,1			2,5			16,6		
	TS	4,0			3,4			20,4		
	TL	2,9			2,2			16,6		
Srovnání [52]	LS	4,0	3,4	0,3	3,1	2,5	0,3	18,9	9,7E-11	2,956
	LT	3,0			2,1			15,6		
	plech LS	3,8			0,1			0,9		

Z výše uvedených hodnot jasně vyplývá zjištění pro prahové faktory intenzity napětí napříč zkoušenými materiály. Tabulka 5 ukazuje velice malé odlišnosti těchto hodnot v závislosti na použitém prášku a teplotě procesního plynu. Je možné je považovat za stejné pro všechny čtyři typy materiálů. Konstanty C a m také vycházejí ve všech případech velmi podobně. To podporuje i předchozí experiment [52].

Z obr. 15 a tabulky 5 lze vyčíst anizotropii prahu šíření trhlin ΔK_{th} , ovšem nikoliv na první pohled. Při spočtení průměrů pro orientace z různých prášků nám pak tabulka 6 ukáže poměrně silnou a těžko zpochybnitelnou závislost výsledků na rovině a směru šíření trhliny v nástřiku. Kromě materiálu coarse jsou rozdíly jednoznačné. Ve směru S, ve kterém se částice deformují, jsou prahové hodnoty až o třetinu vyšší. Jak je popsáno ve fraktografii (sekce 3.5), při prahových hodnotách ΔK se trhliny šíří transpartikulárně, tj. přímo skrz částice. Plastická deformace by neměla být přímo závislá na velikosti částic [7]. Ve směru plastické deformace jsou tedy prahové hodnoty šíření trhlin nejvyšší, a navíc v tomto případě nezávisí na soudržnosti částic mezi sebou.

Oproti experimentu s kineticky nanosenou slitinou hliníku [62], kde byla anizotropie prahových hodnot na úrovni statistické chyby, jsou různé prahové hodnoty v závislosti na orientaci u CSAM Ti poměrně

výrazné. To může být způsobeno mechanismem šíření trhlin, kdy se v případě uvedeného experimentu šíří trhlina po hranicích částic už na prahových hodnotách ΔK .

Je také zajímavé, že prahové hodnoty šíření trhlin kinetického nástřiku titanu převyšují v některých orientacích kvality válcovaných plechů. Trhlina při tomto režimu probíhá jak v plechu, tak v nástřiku trans-partikulárně, resp. trans-krystalicky [52]. To vysvětluje podobnost hodnot. Výraznější anizotropie v případě nástřiku je pak pravděpodobně daná mírou a jednoznačností směru plastické deformace.

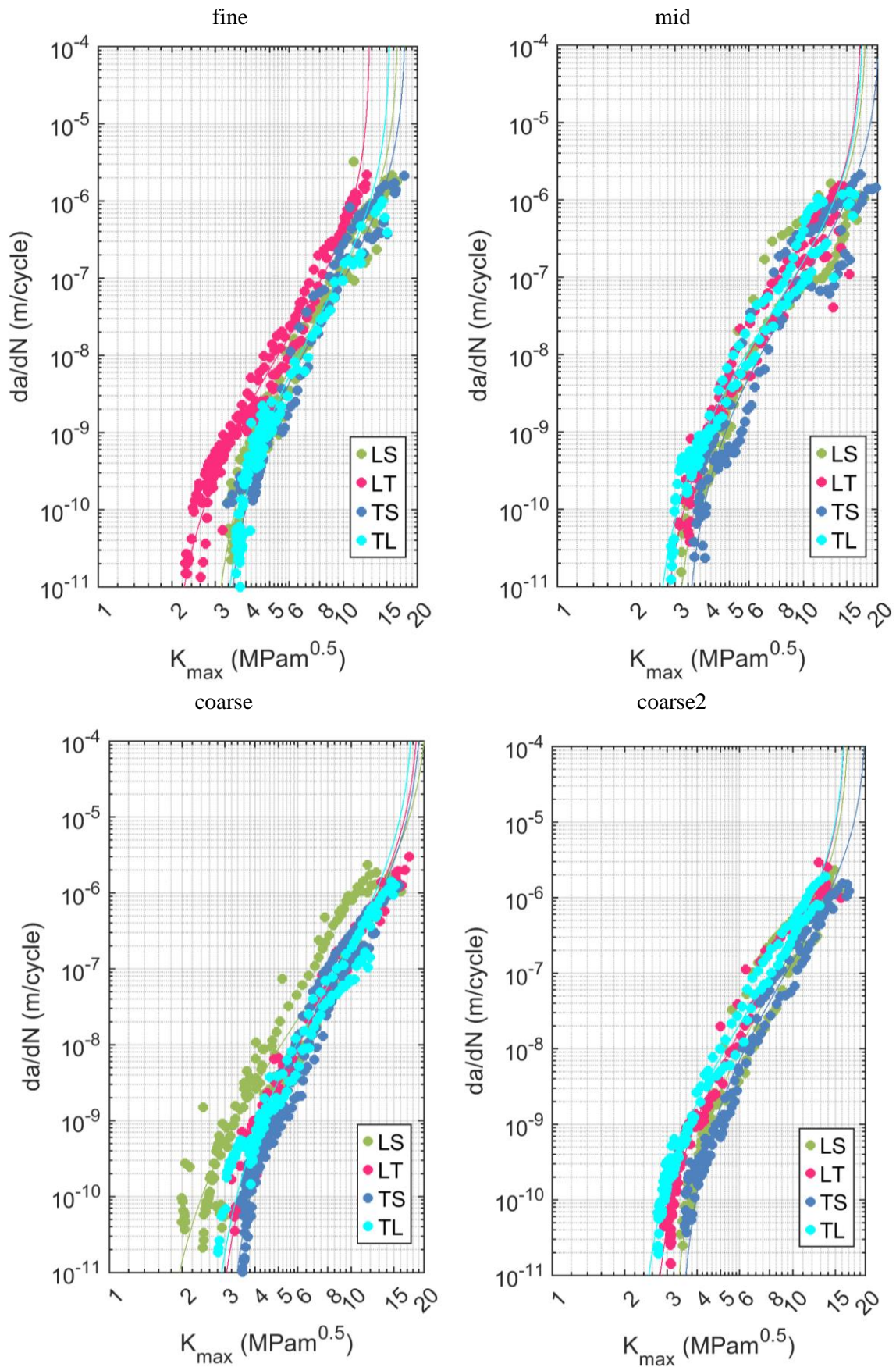
Za pozornost stojí i neobvykle nízká prahová hodnota u orientace LS materiálu coarse. Technologie nástřiku oproti coarse2 se lišila pouze teplotou hnacího plynu. Dopadová teplota částic u materiálu coarse byla změřena na 848 °C, nejvíce ze všech vzorků. Je tedy možné, že i po dopadu byla v materiálu taková teplota, aby mohlo dojít k odpevnění. Tuto hypotézu by podporovala i studie zabývající se mechanickými vlastnostmi. Při zvýšení teploty a tlaku procesního plynu dochází ke zvýšení tažnosti na úroveň konvenční výroby, což bylo vysvětlováno právě odpevněním [63].

Podle fraktografie při vyšších rychlostech probíhá trhlina po hranicích částic, kde by dle informací o mechanických vlastnostech a dopadové rychlosti (viz tabulky 2 a 4) při nástřiku měly být rozdíly v soudržnosti. To vysvětluje rozdíly zejména v konstantě A napříč materiály i orientacemi.

Tabulka 6: Výsledky prahových hodnot šíření trhlin v závislosti na orientaci včetně srovnání s předchozím experimentem. ΔK_{th} odpovídá rychlosti šíření 10^{-10} m/cyklus, ΔK_{thr} asymptotě v použitém modelu.

orientace	ΔK_{th} [MPa \sqrt{m}]	odchylka [MPa \sqrt{m}]	ΔK_{thr} [MPa \sqrt{m}]	odchylka [MPa \sqrt{m}]	
LS	3,4	0,2	2,7	0,2	
LT	3,1	0,1	2,4	0,1	
TS	3,9	0,1	3,3	0,1	
TL	3,4	0,2	2,7	0,2	
Srovnání [52]	CS LS	4,04	0,01	3,14	0,02
	CS LT	3,05	0,02	2,14	0,03
	plech LS	3,77	0,13	0,90	0,16

Z výsledků také vyplývá, že zde není závislost žádných parametrů používaného modelu na mezi kluzu nebo pevnosti materiálů. Výsledky pro únavové šíření jsou pro všechny testované materiály velmi podobné, což se u mechanických vlastností nestalo. Rozdíly jsou v závislosti na orientaci trhlin. Anizotropie mechanických vlastností naopak pozorována nebyla.



Obrázek 15: Křivky rychlosti šíření trhlin v závislosti na maximálním faktoru intenzity napětí s barvami dle orientace. Jeden materiál odpovídá jednomu grafu.

3.4 Lomová houževnatost

Testování malých vzorků na lomovou houževnatost je obtížné, protože zde přestává platit lineární teorie lomové mechaniky. Při dosažení parametrů použité metodiky do podmínek popsaných v sekci 1.2.4 ale vyjde najevo, že v našem experimentu jsou splněny. Tato zkouška doplňuje stanovení rychlosti šíření únavových trhlin, protože lomová houževnatost může omezit parametr proložení A použitý v předchozí části 3.3, jelikož při cyklickém namáhání máme data pouze do rychlosti 10^{-6} m/cyklus.

Z důvodu problémů s měřením jsou hodnoty kritického faktoru intenzity napětí pravděpodobně zatíženy systematickou chybou v řádu nižších jednotek $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Výsledné hodnoty jsou zapsané v tabulce 7, kde jsou popsány zvláště výsledky pro tři použité metody popsané v části 2.3.3, a nakonec také jejich průměr s celkovou odchylkou. Souhrnný výsledek pro kombinaci prášku a orientace je tedy průměrem obvykle šesti různých hodnot ze dvou vzorků. U některých hodnot byly otestované tři vzorky, zároveň se ne vždy zdařil výpočet DIC.

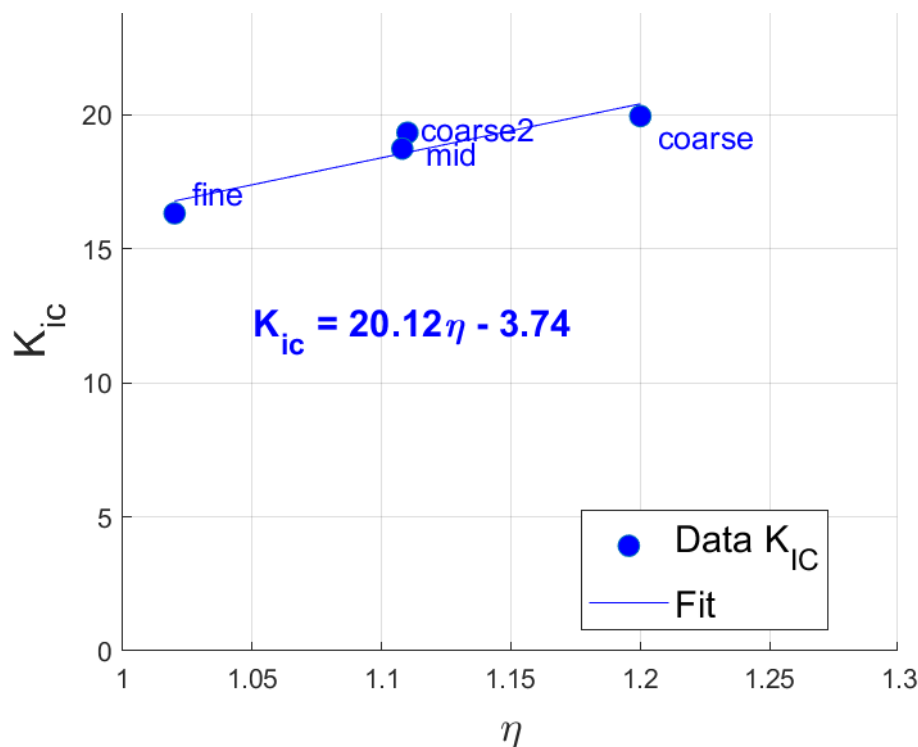
Jak je v tabulce vidět, tento postup značně snížil odchylku pod úroveň, na které by bývala byla při hodnotách určených jednou metodou. Jelikož ale metoda měření má často větší odchylky než vzorky navzájem při stejném způsobu měření, tak byl zvolen tento postup, který umožňuje snížení systematické chyby.

Tabulka 7: Výsledky lomové houževnatosti pro prášky, orientace a různé způsoby měření, které jsou blíže popsány v sekci 2.3.3.

materiál	orientace	K_{IC} (a) [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]		K_{IC} (b) [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]		K_{IC} (c) [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]		K_{IC} průměr [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	Odchylka [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	K_{IC} [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	odchylka [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
fine	LS	16,6	15,2	18,1	16,7	18,0	16,5	17,6	0,7	16,3	0,5
	LT	10,8		13,6		13,7		14,1	0,2		
	TS	18,1		19,6		19,3		19,0	0,9		
	TL	15,4		15,5		14,9		15,3	0,2		
mid	LS	18,3	17,8	19,7	20,8	19,6	19,8	19,2	0,4	19,3	0,6
	LT	17,4		18,2		16,8		17,4	0,6		
	TS	18,4		26,8		24,7		23,3	1,5		
	TL	17,2		18,7		18,2		18,0	0,3		
coarse	LS	21,7	18,1	22,7	20,5	22,9	20,5	22,5	0,7	19,9	0,5
	LT	17,9		19,9		19,7		19,2	0,5		
	TS	16,3		20,6		20,6		19,2	0,9		
	TL	16,5		18,8		18,8		18,0	0,6		
coarse2	LS	16,6	16,6	18,8	19,2	19,6	19,7	18,4	0,6	18,7	0,3
	LT	17,1		19,9		19,2		19,8	0,3		
	TS	16,6		19,9		20,7		19,1	0,8		
	TL	16,1		18,2		19,2		17,8	0,5		

Z tabulky 7 jsou zřejmé rozdíly v závislosti na velikosti částic prášku, kdy materiál fine má K_{IC} menší. U zbylých materiálů jsou jen malé rozdíly. Zároveň je zde dobře vidět rozdíl naměřených hodnot při různých metodách měření. Způsob korekce délky trhliny nemá na měření z odtěžování vzorku zásadní vliv, DIC má však hodnoty systematicky nižší. To může být způsobeno nerovnoměrným šířením trhlin, na povrchu se mohou jevit kratší [31].

Trhlina se při kvazistatickém zatěžování šíří inter-partikulárně, mechanismem je tedy dekoheze. Jak bylo dokázáno v minulé studii [13], koheze částic by měla být úměrná parametru η (viz sekce 1.1.2). Tuto závislost zcela přesně nalézáme na obr. 16. Příčina rozdílů v lomové houževnatosti K_{IC} mezi testovanými materiály je nyní zřejmá. Tato závislost zároveň přináší potvrzení hypotézy, že v případě testovaných materiálů je důvod odlišností mechanických vlastností (sekce 3.4) složitější než pouze dekoheze rozhraní.



Obrázek 16: Závislost K_{IC} na parametru kinetické depozice η .

U materiálů fine a mid je možné pozorovat také anizotropii, a to podobnou jako v případě prahových hodnot u křivky únavového šíření trhlín. To znamená, že lomová houževnatost pro trhlinu šířící se ve směru S, který odpovídá směru dopadu částic, je větší než v kolmých směrech L a T. Tyto výsledky podporuje i studie [64] pro CSAM 6061. Materiály z hrubšího prášku (coarse, coarse2) však toto nevykazují. Typ anizotropie u materiálů fine a mid je každopádně velice podobný, jako u kineticky nanášeného hliníku [62]. Podobnost sahá i ke granulometrii, kdy u hrubších prášků je anizotropie méně významná [61]. Anizotropie lomových vlastností se tedy zvyšuje se zmenšováním částic.

Pro kineticky nanesený titan jsou výsledky u vzorku fine shodné se studií [46], kde není uvedena orientace, ale podmínky nanášení byly podobné jako u vzorků fine a mid. Konvenčně vyrobený titan po válcování má však lomovou houževnatost mnohem větší, a to 136,9 MPa \sqrt{m} [46]. S velikostí z_m a menším zpevněním však může lomová houževnatost konvenční výroby klesat až k 22 MPa \sqrt{m} . Od této hodnoty nejsou daleko údaje změřené pro všechny materiály kromě fine.

3.5 Fraktografie

Na následujících stránkách jsou fotografie lomů vzorků všech čtyř testovaných materiálů (obr. 17, 18, 19 a 20) pořízené SEM při snímání sekundárních elektronů. Pro každý materiál jsou uvedeny snímky oblastí z prahových hodnot ΔK , rychlejšího šíření únavové trhliny, a také z kvazistatického zatěžování při zkoušce lomové houževnatosti.

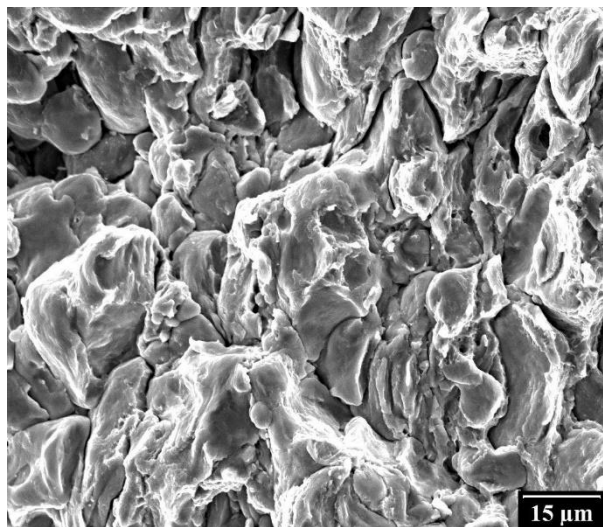
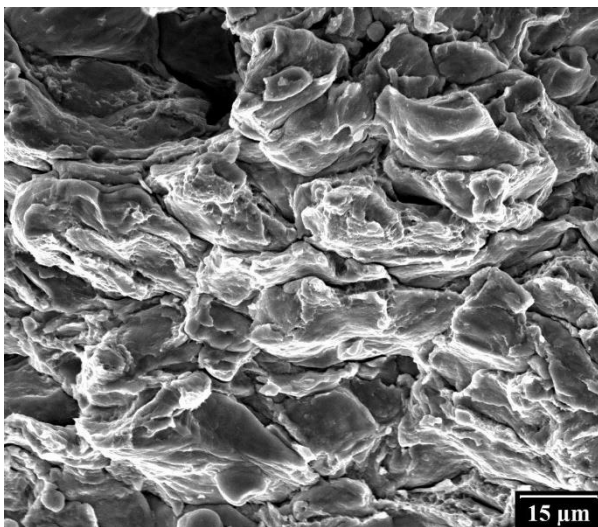
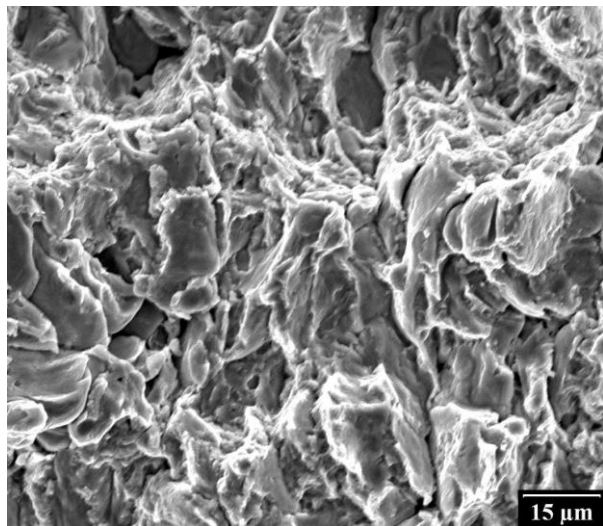
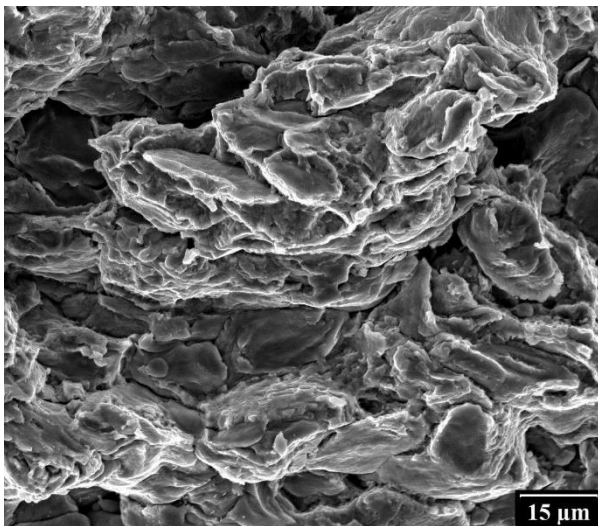
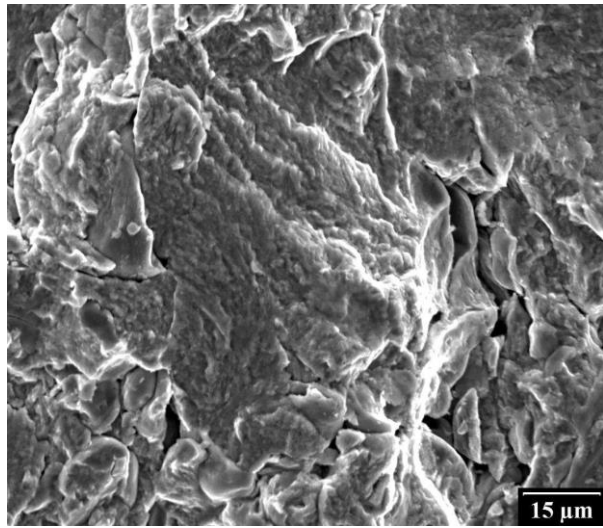
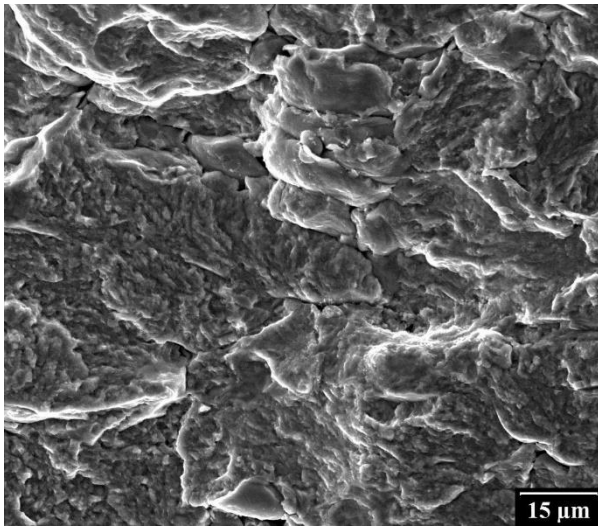
Pro přehlednost byly vybrány dvě fundamentálně odlišné roviny šíření trhliny, a to ve směru dopadu částic (TS, LS) a kolmo na tento směr (LT, TL). Vzhledem k běžně pozorované transverzální symetrii by zmíněné roviny měly být z hlediska šíření trhlin velmi podobné, v práci je tudíž uvedena pouze jedna z dvojice.

Nejlépe viditelným jevem na snímcích je změna mechanismu šíření trhlin v závislosti na zatěžování či rychlosti šíření. Zatímco při nízkém zatížení blízko prahových hodnot ΔK dochází k trans-partikulárnímu šíření, při zvyšování zatížení dochází k postupné změně na šíření inter-partikulární dekohezi. Zároveň je zajímavé, že k velmi výrazné změně dochází prakticky ihned při odpoutání od prahových hodnot faktoru intenzity napětí, takže již při malém zvýšení zatížení od prahových hodnot dochází k šíření převážně po hranicích částic. To platí pro všechny kombinace materiálů a orientací.

Rozdíl mezi cyklickým a kvazistatickým zatěžováním při měření K_{IC} je natolik neznatelný, že nebylo mezi těmito dvěma lomy možné stanovit zřetelnou hranici. Při měření délky únavové trhliny si tedy musíme vystačit bez fraktografických metod.

TS

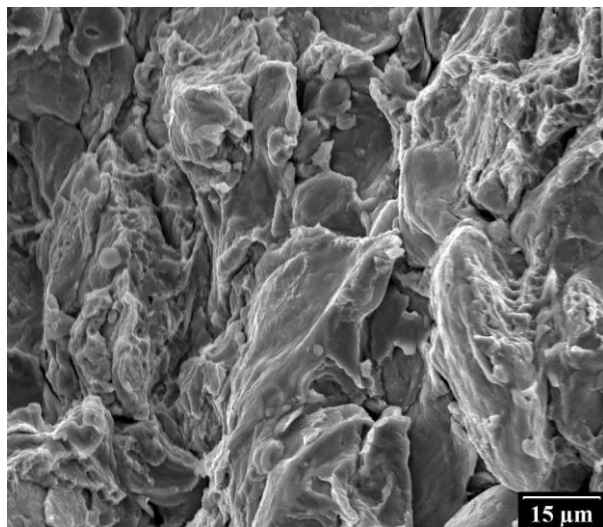
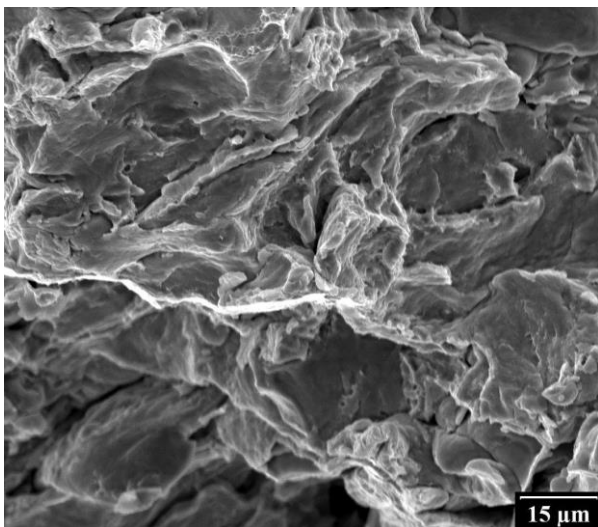
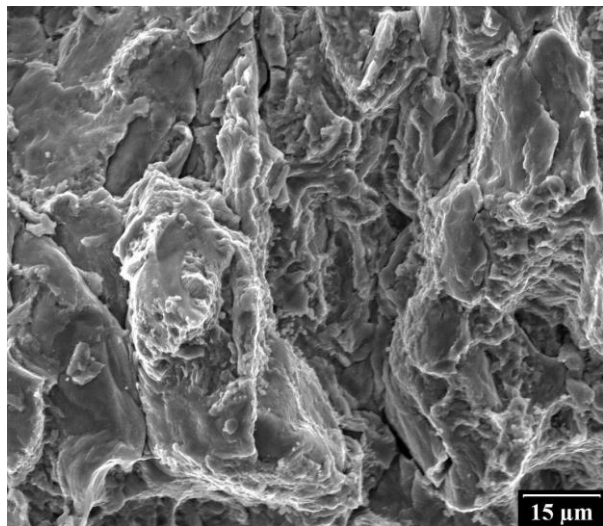
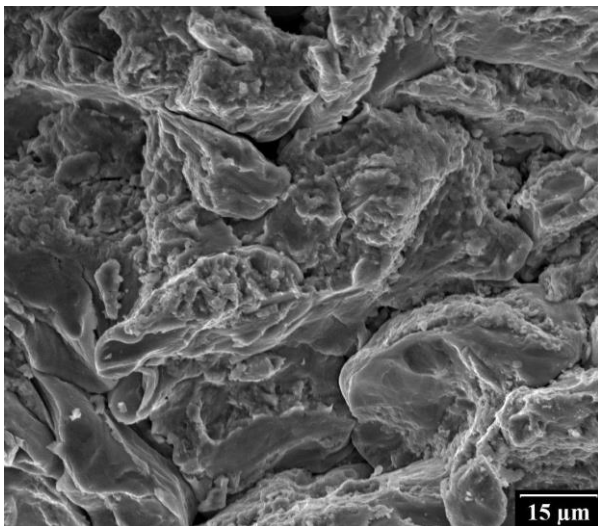
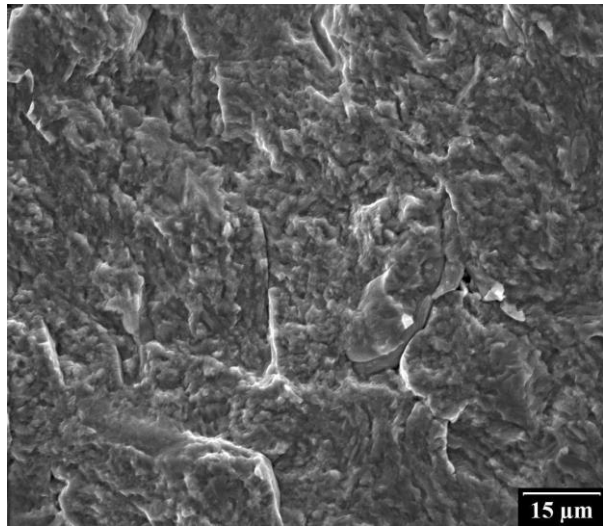
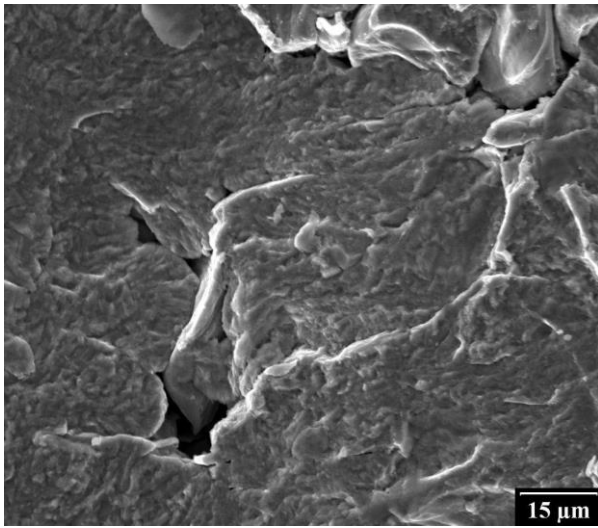
LT



Obrázek 17: Fraktografie pro lomy materiálu typu fine. Nahoře oblast prahových hodnot ΔK , uprostřed oblast rychlejšího únavového šíření, dole oblast monotónního zatěžování.

TS

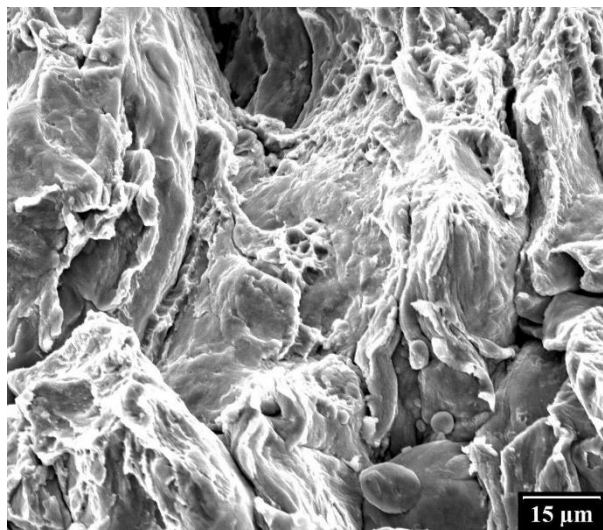
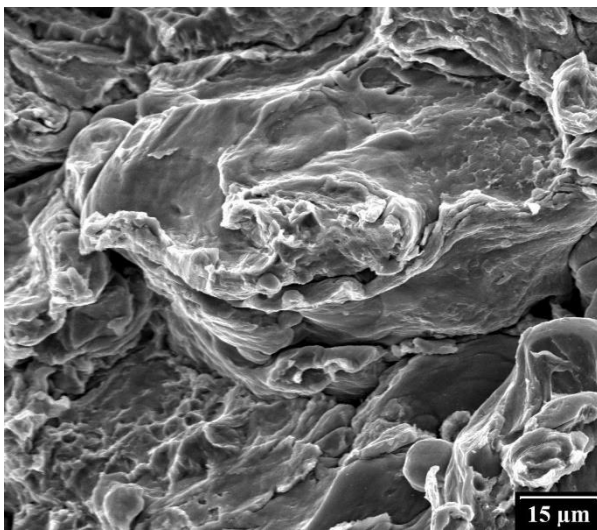
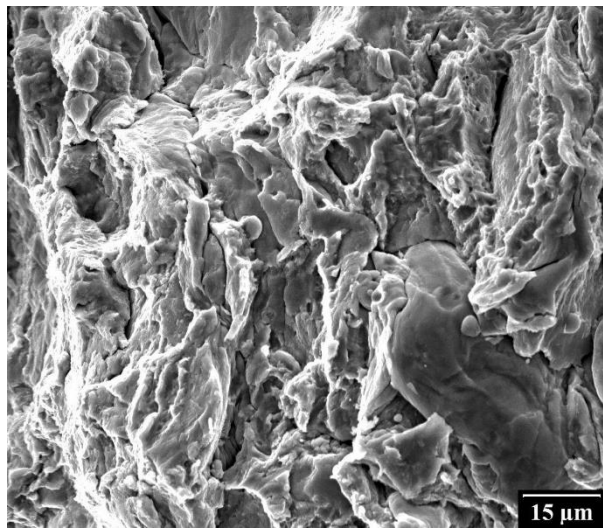
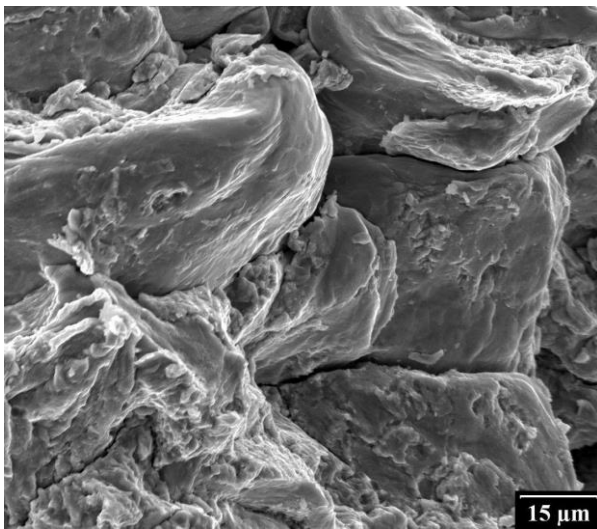
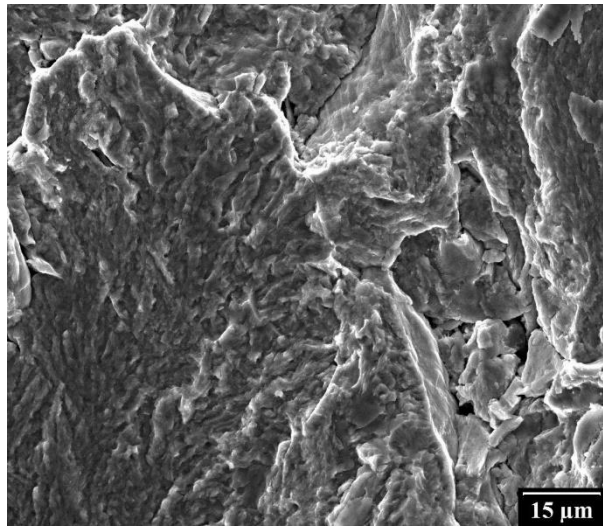
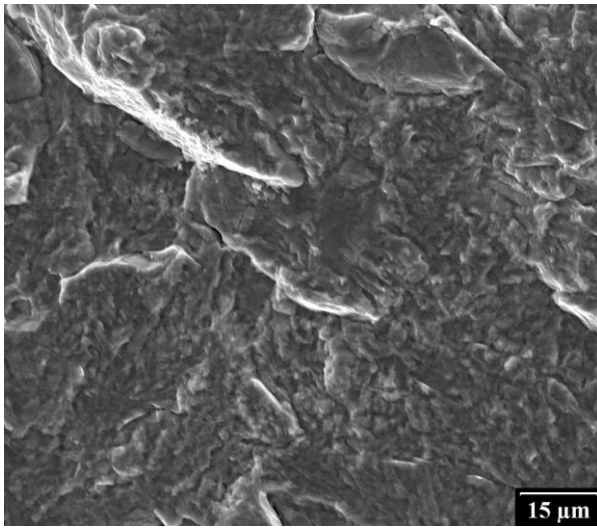
LT



Obrázek 18: Fraktografie pro lomy materiálu typu mid. Nahoře oblast prahových hodnot ΔK , uprostřed oblast rychlejšího únavového šíření, dole oblast monotónního zatěžování.

TS

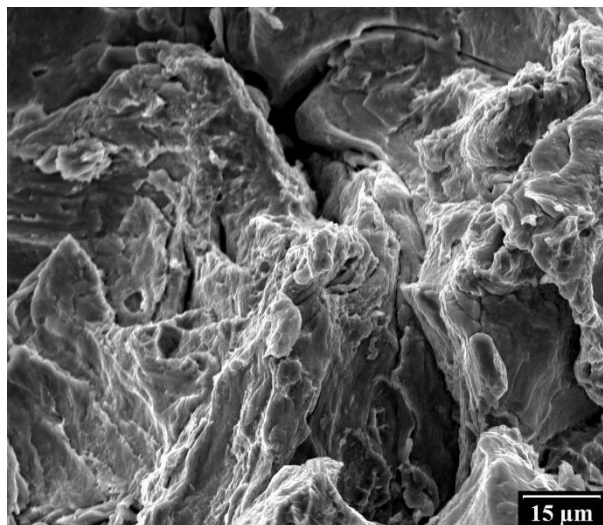
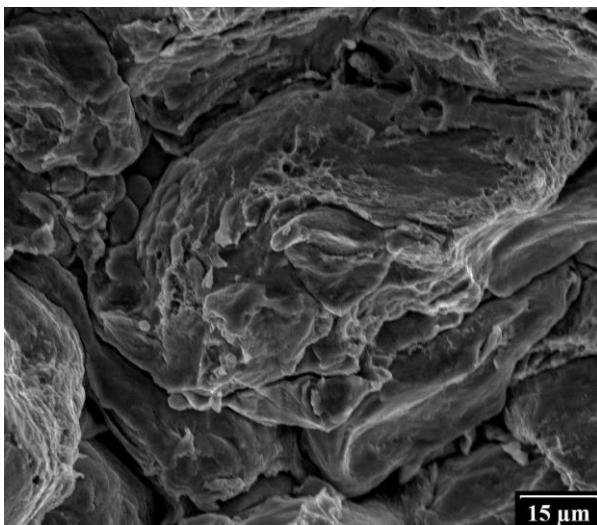
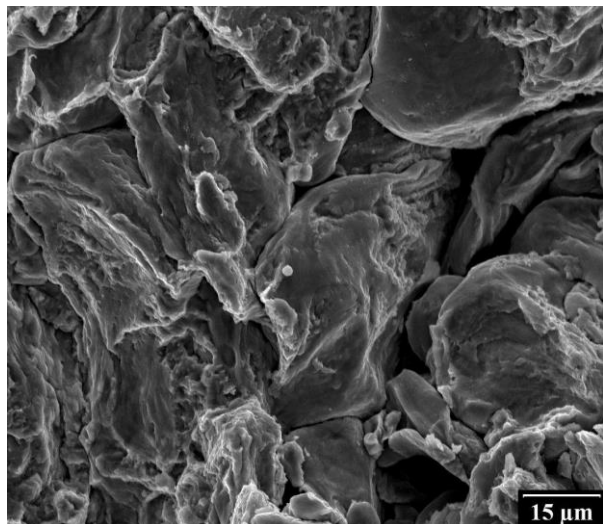
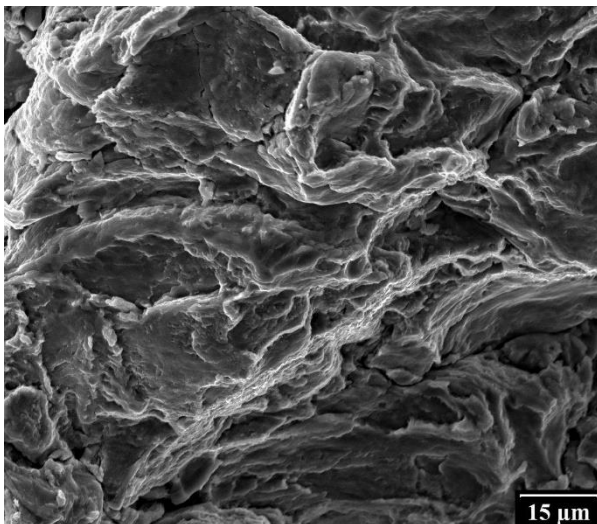
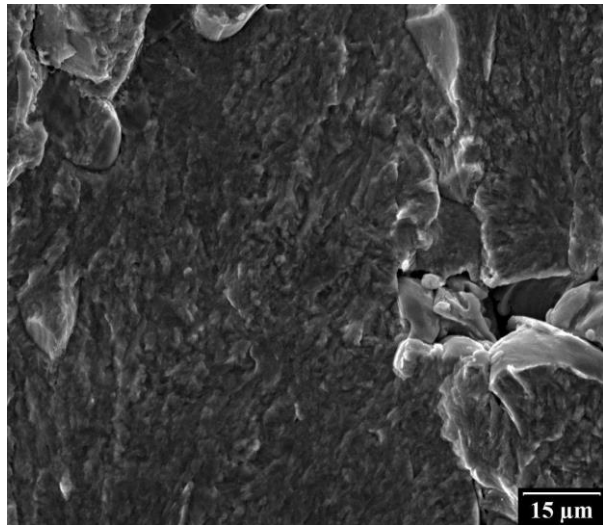
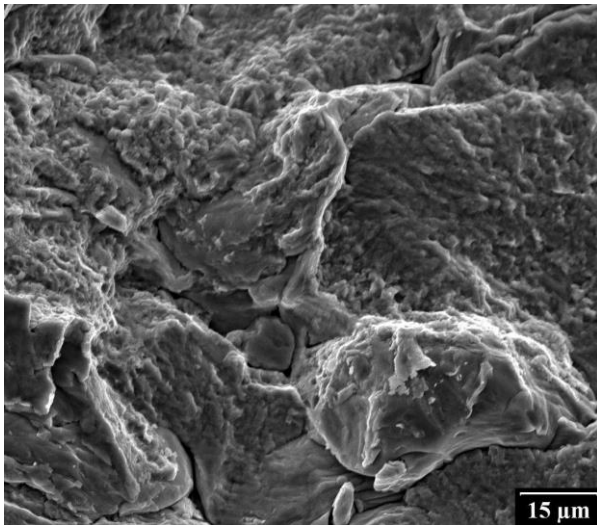
LT



Obrázek 19: Fraktografie pro lomy materiálu typu coarse. Nahoře oblast prahových hodnot ΔK , uprostřed oblast rychlejšího únavového šíření, dole oblast monotónního zatěžování.

TS

TL



Obrázek 20: Fraktografie pro lomy materiálu typu coarse2. Nahoře oblast prahových hodnot ΔK , uprostřed oblast rychlejšího únavového šíření, dole oblast monotónního zatěžování.

Závěr

V této práci byl studován vliv velikosti částic na mechanické a lomové vlastnosti komerčně čistého kineticky nanášeného titanu. Byl změřen Youngův modul E , mez kluzu $R_{p0,2}$, mez pevnosti R_m a tažnost A , a dále kinetika šíření únavových trhlin $v(\Delta K)$ a lomová houževnatost K_{IC} . Zkoumány byly závislosti jak na druhu prášku, tak na orientaci vůči směru nástřiku. Z experimentu vyplývá:

- Youngův modul závisí s nejvyšší pravděpodobností na porozitě, a z toho důvodu je u všech zkoumaných materiálů podobný.
- Mez pevnosti silně závisí na použitém prášku, čím je jemnější, tím je mez pevnosti větší. Tento údaj se vyrovná nejlepším výsledkům konvenční výroby.
- Prodloužení při lomu je u všech druhů zkoumaných materiálů stejné, a to 0,7 % s téměř nulovou plasticitou.
- Prahová hodnota šíření trhlin nezávisí na granulometrii, ale na orientaci, což vysvětlila fraktografie – trhlina se šíří skrz částice. Při nepatrně vyšších rychlostech šíření se trhlina začne šířit po hranicích částic.
- Koeficienty C a m z modelu únavového šíření trhlin Hartmana a Schijveho jsou velmi podobné pro všechny granulometrie.
- Lomová houževnatost závisí na granulometrii, orientaci a parametru η . Je podobná jako u jiných experimentů s kineticky nanášeným titanem, ale nedosahuje kvalit konvenční výroby.
- Výsledky se kvalitativně i kvantitativně shodují s většinou dostupné literatury.

Seznam použitých veličin

A	cyklická lomová houževnatost
A_t	prodloužení při lomu
a	délka trhliny
a_0	počáteční délka trhliny
B	tloušťka vzorku pro měření lomových vlastností
B_N	tloušťka vzorku pro měření lomových vlastností u vrubu
b	šířka vzorku
C	materiálová konstanta v Parisově vztahu
C_d	koeficient tření částic v plynu
c_p	měrná tepelná kapacita částic
d	rameno pro silovou dvojici při zkoušce čtyřbodovým ohybem
d_p	průměr částice
d_{10}	dolní desetinný, objemový kvantil velikosti částic prášku
d_{50}	objemová střední hodnota velikosti částic prášku
d_{90}	horní desetinný, objemový kvantil velikosti částic prášku
E	Youngův modul pružnosti
H	konstanta v podmínce na rozměry vzorku vzhledem k mechanickým a lomovým vlastnostem
h	šířka vzorku
J	J -integrál
J_{max}	maximální J -integrál
K	faktor intenzity napětí
K_I	faktor intenzity napětí v prvním módu zatěžování
K_{IC}	lomová houževnatost
K_{JC}	lomová houževnatost měřená pomocí J -integrálu
K_{max}	maximální faktor intenzity napětí
K_{min}	minimální faktor intenzity napětí

k	měrná tepelná kapacita procesního plynu
L_d	délka divergentní (nadzvukové) části trysky
M	moment
m	exponent v Parisově vztahu parametr pro modely šíření únavových trhlin
N	počet cyklů
P	síla, kterou je zatěžován vzorek
P_{IC}	rozhodná síla podle normy ASTM E399
p	parametr modelu Formana a Metta
p_0	stagnační tlak procesního plynu
R	parametr asymetrie cyklu
R_m	mez pevnosti
R_{mc}	pevnost částice v tlaku
R_{mol}	molární plynová konstanta
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu
S	délka vzorku SE(B)
T_m	teplota tavení
T_0	stagnační teplota procesního plynu
T_p	teplota částice
v	rychlost šíření únavové trhliny
v_{cr}	kritická rychlost pro vazbu částic
v_{pi}	rychlost nárazu částice
W	šířka vzorku pro zkoušení lomových vlastností bez vrubu a trhliny
Δa_{max}	maximální prodloužení trhliny při zkoušce
ΔK	rozsah faktoru intenzity napětí
ΔK_{th}	inženýrská prahová hodnota ΔK
ΔK_{thc}	modelová prahová hodnota ΔK ve vztahu Klesnila a Lukáše
ΔK_{thr}	modelová prahová hodnota ΔK
$\Delta \kappa$	Schwalbeho hnací síla šíření trhlin

δ	charakteristická délka rázové vlny
$\epsilon_{1,2}$	deformace, 1) v tlaku, 2) v tahu
η	kvocient rychlosti nárazu částice
ρ_0	stagnační hustota plynu
ρ_p	hustota částice
σ_{ys}	mez kluzu
$\sigma_{1,2}$	napětí, 1) v tlaku, 2) v tahu

Použitá literatura

- [1] ASTM International and ISO copyright office, “ISO/ASTM 52900:2021,” West Conshohocken, PA, 2021.
- [2] J. Sodomka, *Zkoušení a zpracování kovů a slitin*, 1. Praha: Ediční středisko ČVUT, 1981.
- [3] R. F. Vaz, A. Garfias, V. Albaladejo, J. Sanchez, and I. G. Cano, “A Review of Advances in Cold Spray Additive Manufacturing,” *Coatings*, vol. 13, no. 2, 2023, doi: 10.3390/coatings13020267.
- [4] K. Petráčková, J. Kondás, and M. Guagliano, “Fixing a hole (with cold spray),” *Int J Fatigue*, vol. 110, pp. 144–152, May 2018, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2018.01.014.
- [5] M. Ashokkumar, D. Thirumalaikumarasamy, T. Sonar, S. Deepak, P. Vignesh, and M. Anbarasu, “An overview of cold spray coating in additive manufacturing, component repairing and other engineering applications,” *J Mech Behav Mater*, vol. 31, no. 1, pp. 514–534, Jul. 2022, doi: 10.1515/jmbm-2022-0056.
- [6] S. Yin *et al.*, “Cold spray additive manufacturing and repair: Fundamentals and applications,” *Addit Manuf*, vol. 21, pp. 628–650, May 2018, doi: 10.1016/J.ADDMA.2018.04.017.
- [7] H. Assadi, H. Kreye, F. Gärtner, and T. Klassen, “Cold spraying – A materials perspective,” *Acta Mater*, vol. 116, pp. 382–407, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.06.034.
- [8] L. I. Perez-Andrade, V. S. Bhattiprolu, W. M. Schuette, and L. N. Brewer, “Influence of powder properties and processing gas on the microstructural evolution of Armstrong CP-titanium and Ti6Al4V powders processed by cold spray,” *Surf Coat Technol*, vol. 431, p. 128011, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.128011.
- [9] P. C. King, C. Busch, T. Kittel-Sherri, M. Jahedi, and S. Gulizia, “Interface melding in cold spray titanium particle impact,” *Surf Coat Technol*, vol. 239, pp. 191–199, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2013.11.039.
- [10] K. Binder, J. Gottschalk, M. Kollenda, F. Gärtner, and T. Klassen, “Influence of Impact Angle and Gas Temperature on Mechanical Properties of Titanium Cold Spray Deposits,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 20, no. 1–2, pp. 234–242, Jan. 2011, doi: 10.1007/s11666-010-9557-1.
- [11] V. Machek and J. Sodomka, *Nauka o materiálu*, 1. Praha: Ediční středisko ČVUT, 2001.
- [12] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, and H. Kreye, “Development of a generalized parameter window for cold spray deposition,” *Acta Mater*, vol. 54, no. 3, pp. 729–742, Feb. 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.10.005.
- [13] H. Assadi *et al.*, “On Parameter Selection in Cold Spraying,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 20, no. 6, pp. 1161–1176, Dec. 2011, doi: 10.1007/s11666-011-9662-9.
- [14] M. J. Donachie, “Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition | Introduction to Selection of Titanium Alloys,” *ASM International.*, vol. 180, pp. 5–11, 2000, Accessed: Feb. 04, 2024. [Online]. Available: https://www.asminternational.org/books-and-handbooks/results/-/journal_content/56/10192/06112G/PUBLICATION/

- [15] T. Schmidt *et al.*, “From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 18, no. 5–6, p. 794, Dec. 2009, doi: 10.1007/s11666-009-9357-7.
- [16] Y. Zou, “Cold Spray Additive Manufacturing: Microstructure Evolution and Bonding Features,” *Acc Mater Res*, vol. 2, no. 11, pp. 1071–1081, Nov. 2021, doi: 10.1021/accountsmr.1c00138.
- [17] D. Guo *et al.*, “Cold Spray: Over 30 Years of Development Toward a Hot Future,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 31, no. 4, pp. 866–907, Apr. 2022, doi: 10.1007/s11666-022-01366-4.
- [18] R. F. Vaz, A. Garfias, V. Albaladejo, J. Sanchez, and I. G. Cano, “A Review of Advances in Cold Spray Additive Manufacturing,” *Coatings*, vol. 13, no. 2, 2023, doi: 10.3390/coatings13020267.
- [19] P. Vo *et al.*, “Cold-spray processing of titanium and titanium alloys,” in *Titanium Powder Metallurgy*, Elsevier, 2015, pp. 405–423. doi: 10.1016/B978-0-12-800054-0.00022-8.
- [20] W. E. Frazier, “Metal Additive Manufacturing: A Review,” *J Mater Eng Perform*, vol. 23, no. 6, pp. 1917–1928, Jun. 2014, doi: 10.1007/s11665-014-0958-z.
- [21] J. O. Milewski, *Additive Manufacturing of Metals*, vol. 258. Cham: Springer International Publishing, 2017. doi: 10.1007/978-3-319-58205-4.
- [22] A. du Plessis *et al.*, “Properties and applications of additively manufactured metallic cellular materials: A review,” *Prog Mater Sci*, vol. 125, p. 100918, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.pmatsci.2021.100918.
- [23] Impact Innovations GmbH, “Applications with the Impact Cold Spray Systems.” Accessed: Aug. 04, 2024. [Online]. Available: <https://impact-innovations.com/en/applications/>
- [24] Q. Marx, “Ellsworth cold spray team completes first AF organic repair,” Oct. 04, 2020. Accessed: Jun. 30, 2024. [Online]. Available: <https://www.dvidshub.net/news/367157/ellsworth-cold-spray-team-completes-first-af-organic-repair>
- [25] C. A. Widener *et al.*, “Application of High-Pressure Cold Spray for an Internal Bore Repair of a Navy Valve Actuator,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 1–2, pp. 193–201, Jan. 2016, doi: 10.1007/s11666-015-0366-4.
- [26] J. Kondas, R. Singh, M. Meinicke, L. Holzgaßner, and I. Waugh, “Cold Spray Additive Manufacturing (CSAM) of Launcher Propulsion System Components,” 2021, *Impact Innovations GmbH, Rattenkirchen*. Accessed: Jun. 30, 2024. [Online]. Available: <https://www.coldsprayteam.com/csam-launcher-propulsion-system-components>
- [27] R. A. Mayville and I. Finnie, “Uniaxial stress-strain curves from a bending test,” *Exp Mech*, vol. 22, no. 6, pp. 197–201, Jun. 1982, doi: 10.1007/BF02326357.
- [28] V. Oliva, *Aplikovaná mechanika kontinua I - Elastomechanika*. Praha: Ediční středisko ČVUT, 1982.

- [29] H. Kato, Y. Tottori, and K. Sasaki, “Four-Point Bending Test of Determining Stress-Strain Curves Asymmetric between Tension and Compression,” *Exp Mech*, vol. 54, no. 3, pp. 489–492, Mar. 2014, doi: 10.1007/s11340-013-9791-9.
- [30] J. Blaber, B. Adair, and A. Antoniou, “Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software,” *Exp Mech*, vol. 55, no. 6, pp. 1105–1122, Jul. 2015, doi: 10.1007/s11340-015-0009-1.
- [31] J. Kunz, *Aplikovaná lomová mechanika*, 3. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2005.
- [32] L. Zhang *et al.*, “Methods for fatigue-life estimation: A review of the current status and future trends,” *Nanotechnology and Precision Engineering*, vol. 6, no. 2, p. 025001, Jun. 2023, doi: 10.1063/10.0017255.
- [33] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics*. CRC Press, 2017. doi: 10.1201/9781315370293.
- [34] A. Hartman and J. Schijve, “The effects of environment and load frequency on the crack propagation law for macro fatigue crack growth in aluminium alloys,” *Eng Fract Mech*, vol. 1, no. 4, pp. 615–631, Apr. 1970, doi: 10.1016/0013-7944(70)90003-2.
- [35] O. Kovarik, J. Cizek, and J. Klecka, “Fatigue Crack Growth Rate Description of RF-Plasma-Sprayed Refractory Metals and Alloys,” *Materials*, vol. 16, no. 4, p. 1713, Feb. 2023, doi: 10.3390/ma16041713.
- [36] ASTM International, “ASTM E647: Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates,” 2016, *ASTM International, West Conshohocken, PA*.
- [37] O. Kovarik, A. Janca, and J. Siegl, “Fatigue crack growth rate in miniature specimens using resonance,” *Int J Fatigue*, vol. 102, pp. 252–260, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.02.015.
- [38] E. Altstadt, F. Bergner, and M. Houska, “Use of the small punch test for the estimation of ductile-to-brittle transition temperature shift of irradiated steels,” *Nuclear Materials and Energy*, vol. 26, p. 100918, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.nme.2021.100918.
- [39] ASTM INTERNATIONAL, “E1820-23: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness,” 2023.
- [40] ASTM International, “ASTM E399,” West Conshohocken, PA, USA, 2023.
- [41] X.-K. Zhu and J. A. Joyce, “Review of fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) testing and standardization,” *Eng Fract Mech*, vol. 85, pp. 1–46, May 2012, doi: 10.1016/j.engfracmech.2012.02.001.
- [42] D. Arola, J. A. Rouland, and D. Zhang, “Fatigue and fracture of bovine dentin,” *Exp Mech*, vol. 42, no. 4, pp. 380–388, Dec. 2002, doi: 10.1007/BF02412142.
- [43] M. Kolluri, “STRUMAT-LTO Summer School,” May 30, 2024, Řež.
- [44] A. K. Mishra, S. Abbas, D. Srinivasan, S. Sampath, and B. N. Jaya, “Novel, high throughput interface fracture testing method for thermal spray coatings: The modified cantilever bend

- technique,” *J Eur Ceram Soc*, vol. 44, no. 12, pp. 7285–7295, Sep. 2024, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2024.04.074.
- [45] “EN 10371: Metallic materials - Small punch test method,” 2021.
- [46] O. Kovarik, J. Siegl, J. Cizek, T. Chraska, and J. Kondas, “Fracture Toughness of Cold Sprayed Pure Metals,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 29, no. 1–2, pp. 147–157, Jan. 2020, doi: 10.1007/s11666-019-00956-z.
- [47] N. Polmar and K. J. Moore, *Cold War Submarines: The Design and Construction of U.S. and Soviet Submarines, 1945–2001*. Lincoln, NE, USA: Potomac Books, 2005.
- [48] G. Lütjering and J. Williams, *Titanium*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007. doi: 10.1007/978-3-540-73036-1.
- [49] L. Sun, Z. Xu, L. Peng, and X. Lai, “Effect of grain size on the ductile-brittle fracture behavior of commercially pure titanium sheet metals,” 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141630.
- [50] R. Dobeson, N. Petrazoller, M. Dargusch, and S. McDonald, “Effect of thermal exposure on the room temperature tensile properties of Grade 2 titanium,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 10–11, pp. 3925–3929, Apr. 2011, doi: 10.1016/J.MSEA.2011.01.086.
- [51] V. K. Sahu, M. Yadava, and N. P. Gurao, “Elucidating the extreme anisotropy in the J-integral value of commercially pure titanium,” 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.145434.
- [52] J. Cizek *et al.*, “Measurement of mechanical and fatigue properties using unified, simple-geometry specimens: Cold spray additively manufactured pure metals,” *Surf Coat Technol*, vol. 412, p. 126929, Apr. 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.126929.
- [53] S. Hosseini, M. Farajollahi, and M. Ebrahimi, “Residual stress, fatigue behavior, and mechanical properties of equal-channel angular pressed commercial pure titanium,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 28, pp. 3297–3305, Jan. 2024, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.12.265.
- [54] D. MacDonald, R. Fernández, F. Delloro, and B. Jodoin, “Cold Spraying of Armstrong Process Titanium Powder for Additive Manufacturing,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 26, no. 4, pp. 598–609, Apr. 2017, doi: 10.1007/s11666-016-0489-2.
- [55] P. Breuninger *et al.*, “Microstructuring of titanium surfaces with plasma-modified titanium particles by cold spraying,” *Particuology*, vol. 44, pp. 90–104, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.partic.2018.08.002.
- [56] Y. Q. Ren *et al.*, “Characterization of heat treatment-induced pore structure changes in cold-sprayed titanium,” *Mater Charact*, vol. 132, pp. 69–75, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.08.006.
- [57] F. N. Lomo, A. Vargas-Uscategui, P. C. King, M. J. Patel, and I. S. Cole, “Microstructure and mechanical properties of heat-treated cold spray additively manufactured titanium metal matrix composites,” *J Manuf Process*, vol. 99, pp. 12–26, Aug. 2023, doi: 10.1016/j.jmapro.2023.04.077.

- [58] A. Astarita, S. Genna, C. Leone, F. M. C. Minutolo, F. Rubino, and A. Squillace, “Study of the Laser Remelting of a Cold Sprayed Titanium Layer,” *Procedia CIRP*, vol. 33, pp. 452–457, 2015, doi: 10.1016/j.procir.2015.06.101.
- [59] Jakub Kortus, “Únavové a lomově-mechanické vlastnosti slitiny AlMg1SiCu připravené aditivní výrobou technologií nadzvukové kinetizace,” ČVUT, Praha, 2023.
- [60] K. Tesař, “Struktura a mechanické vlastnosti titanu,” Bakalářská práce, FJFI ČVUT, Praha, 2014.
- [61] F. Wick, “Influence of powder granulometry on mechanical and fatigue properties of cold spray additive manufactured aluminium,” Diplomová práce, FS ČVUT, Praha, 2024.
- [62] J. Kortus, “Únavové a lomově-mechanické vlastnosti slitiny AlMg1SiCu připravené aditivní výrobou technologií nadzvukové kinetizace,” ČVUT, Praha, 2023.
- [63] R. Singh *et al.*, “Bulk-like ductility of cold spray additively manufactured copper in the as-sprayed state,” *Additive Manufacturing Letters*, vol. 3, p. 100052, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.addlet.2022.100052.
- [64] S. E. Julien, A. Nourian-Avval, W. Liang, T. Schwartz, O. C. Ozdemir, and S. Müftü, “Bulk fracture anisotropy in Cold-Sprayed Al 6061 deposits,” *Eng Fract Mech*, vol. 263, p. 108301, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.engfracmech.2022.108301.