

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2031 Strojní inženýrství

Studijní obor: 3911V016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DISERTAČNÍ PRÁCE

Odolnost proti degradaci laserem navařených austenitických vrstev

Autor: **Ing. Pavla Klufová**

Školitel: **prof. Dr. Ing. Antonín Kříž**

Akademický rok 2017/2018

PROHLÁŠENÍ O AUTORSTVÍ

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě písemnou práci ke státní doktorské zkoušce, zpracovanou na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem předloženou práci na téma:

Odolnost proti degradaci laserem navařených austenitických vrstev

vypracovala samostatně, pod odborným dohledem školitele a s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této práce.

V Plzni dne 16. 07. 2018

.....

Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Osobně děkuji svému příteli, Lukášovi, bez jehož naléhání na můj kariérní a osobní růst by tato disertace nebyla nikdy sepsána. Dále děkuji svým rodičům, prarodičům a své sestře za trpělivost, toleranci a podporu, kterou mi poskytovali během doktorského studia. Poděkování také patří mým nejbližším přátelům a Edisonovi.

Z pracoviště Katedry materiálu a strojírenské metalurgie bych ráda poděkovala především svému školiteli, prof. Dr. Ing. Antonínu Křížovi, za cenné rady a podporu v osobní i kariérní oblasti mého života. Dále děkuji Ing. Ondřeji Chocholatému, Ph.D., Ing. Petru Benešovi, Ph.D., Ing. Milanu Vnoučkovi, Ph.D., Ing. Jiřímu Šimečkovi, Ph.D., Ing. Vojtěchu Průchovi, Ing. Davidu Bricínovi a Miroslavu Klímovi, kteří mi byli při realizaci experimentálního programu disertační práce nápomocni.

Dále mé velké díky patří kolegům Ing. Marku Vostřákovi a Ing. Šárce Houdkové Šimůnkové, Ph.D. z NTC ZČU v Plzni, za přípravu vzorků laserových návarů pro experimentální program mé disertační práce.

ANOTACE

AUTOR	Ing. Klufová	Pavla
STUDIJNÍ OBOR	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie	
VEDOUcí PRÁCE	prof. Dr. Ing. Kříž	Antonín
PRACOVIŠTĚ VEDOUcíHO	Katedra materiálu a strojírenské metalurgie	
DRUH PRÁCE	disertační	
NÁZEV PRÁCE	Odolnost proti degradaci laserem navařených austenitických vrstev	

Předložená disertační práce je zaměřena na analýzu degradačních korozivních procesů laserového návaru Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu.

Úvodní teoretická část předložené disertační práce je věnována technologii laserového navařování s přídavným materiálem ve formě prášku. V rešerši jsou popsány základní principy technologie, charakteristiky laserového návaru a proces solidifikace laserových návarů se zaměřením na Marangoniho proudění. V teoretické rešeršní části jsou dále uvedeny 4 odlišné matematické vztahy, pomocí nichž lze kvantifikovat promíšení laserového návaru a substrátu. Rešeršní část reflektuje současný stav poznání technologie laserového navařování v oblasti vědy i průmyslu. Závěrečná část teoretické rešerše je zaměřena na degradaci slitin na bázi niklu korozí. Jsou zde popsány korozní procesy niklových slitin ve vazbě na chemické složení dané slitiny a charakter expozičního korozního prostředí.

Experimentální program předložené disertační práce je rozdělen do dvou částí. První část experimentálního programu je zaměřena na sledování a kvantifikaci promíšení jednostopých laserových návarů Inconel 625 se substrátem z oceli S355J2 ve vazbě na zvolené procesní podmínky technologie laserového navařování. Druhá část experimentálního programu je věnována analýze chemické heterogenity laserových návarů Inconel 625 a dále pak hodnocení korozivzdorných vlastností laserového návaru Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu pomocí Korozní zkoušky v solné mlze, Cyklické korozní zkoušky a Potenciodynamické korozní zkoušky.

Experimentální program dává do souvislosti technologickou a materiálovou podstatu příčin degradace laserových návarů korozí.

Klíčová slova

technologie laserového navařování; niklové slitiny; Inconel 625; korozní odolnost; molybden

SUMMARY

AUTHOR	Ing. Klufová	Pavla
FIELD OF STUDY	Materials Engineering and Engineering Metallurgy	
SUPERVISOR	prof. Dr. Ing. Kříž	Antonín
INSTITUTION	Department of Material Science and Technology	
TYPE OF WORK	dissertation	
TITLE OF THE WORK	Resistance to degradation of austenitic laser clads deposit	

The dissertation is focused on analysis of degradation corrosion processes of Inconel 625 laser clads with increased molybdenum content.

The introductory of the theoretical part is devoted to laser cladding technology process with additive powder material. The research describes basic principles of the technology, characteristics of laser clads and laser weld solidification process with focus on Marangoni flow. The theoretical research section also includes 4 different mathematical equations that can be used to quantify dilution of laser clads and substrate. The research part reflects the current state of knowledge of the laser cladding technology in science and industry. The final part of the theoretical research is focused on the corrosion resistance of nickel based alloys cladded by laser. Corrosion processes of nickel alloys are described in connection with the chemical composition of the alloy and the nature of the exposure corrosive environment.

The experimental programme of the dissertation is divided into two parts. The first part of the experimental programme is focused on the observation and quantification of the dilution between single laser Inconel 625 clads and S355J2 steel substrate in relation to laser cladding process parametres. The second part of the experimental programme is dedicated to the analysis of the chemical heterogeneity of Inconel 625 laser clads and also the assessment of the corrosion resistance of laser clads of Inconel 625 with increased content of molybdenum by means of a Salt spray corrosion test, Cyclic corrosion test and Potentiodynamic corrosion testing.

The experimental programme connects the technological and material nature of the causes of corrosion degradation of laser clads.

Keywords

laser cladding; nickel alloys; Inconel 625; corrosion resistance; molybdenum

KURZFASSUNG

AUTOR	Ing. Klufová	Pavla
STUDIENFACH	Materials Engineering and Engineering Metallurgy	
BETREUER	prof. Dr. Ing. Kříž	Antonín
INSTITUTION	Institut von Material Wissenschaft und Metalurgie	
ART DER ARBEIT	dissertation	
TITEL	Beständigkeit gegen die Degradation der laserauftragsgeschweißten austenitischen Schichten	

Die vorgelegte Dissertationsarbeit fokussiert auf die Analyse der korrosiven Degradationsprozesse der Laserauftragung Inconel 625 mit erhöhtem Molybdängehalt.

Der einführende theoretische Teil der vorgelegten Dissertationsarbeit widmet sich der Technologie des Laserauftragsschweißens mit zusätzlichem Material in Form eines Pulvers. In der Recherche werden grundlegende Prinzipien der Technologie, Charakteristiken des Laserauftragsschweißens, der Prozess der Solidifikation der Laserauftragungen mit dem Fokus auf die Marangoni-Strömung beschrieben. Im theoretischen Rechercheteil werden ferner 4 abweichende mathematische Beziehungen angeführt, mit deren Hilfe man die Durchmischung der Laserauftragung und des Substrats quantifizieren kann. Der Rechercheteil reflektiert den aktuellen Stand der Kenntnis der Technologie der Laserauftragung und des Substrats. Der abschließende Teil der theoretischen Recherche fokussiert auf die Degradation der Legierungen auf der Nickelbasis durch Korrosion. Es werden hier die Korrosionsprozesse der Nickellegierungen in der Verbindung mit der chemischen Zusammensetzung der gegebenen Legierung und dem Charakter des korrosiven Expositionsumfeldes beschrieben.

Das experimentelle Programm der vorgelegten Dissertationsarbeit wird in zwei Teile aufgeteilt. Der erste Teil des experimentellen Programms fokussiert auf die Beobachtung und die Quantifizierung der Durchmischung von einspurigen Laserauftragungen Inconel 625 mit einem Substrat aus dem Stahl S355J2 in der Verbindung mit ausgewählten Prozessbedingungen der Technologie des Laserauftragsschweißens. Der zweite Teil des experimentellen Programms widmet sich der chemischen Analyse der Heterogenität der Laserauftragungen Inconel 625 und weiterhin dann der Beurteilung der korrosionsbeständigen Eigenschaften der Laserauftragung Inconel 625 mit erhöhtem Molybdängehalt mit Hilfe einer Korrosionsprüfung im Salznebel, der Zyklischen Korrosionsprüfung und der Potenziodynamischen Korrosionsprüfung.

Das experimentelle Programm bringt das technologische und materielle Prinzip der Ursachen der Degradation von Laserauftragungen durch Korrosion in Zusammenhang.

Schlüsselwörter

Technologie des Laserauftragsschweißens; Nickellegierungen; Inconel 625; Korrosionsbeständigkeit; Molybdän

Obsah

ÚVOD.....	16
1 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE.....	18
2 TECHNOLOGIE LASEROVÉHO NAVAŘOVÁNÍ.....	19
2.1 Popis technologie.....	19
2.1.1 Přídavné prášky pro technologii laserového navařování.....	21
2.1.2 Aplikace laserových návarů.....	22
2.2 Základní charakteristiky laserového návaru.....	24
2.2.1 Promíšení laserového návaru a substrátu.....	24
2.3 Vstupní, procesní a výstupní charakteristiky laserového návaru.....	27
2.3.1 Vliv nastavení procesních parametrů na geometrické charakteristiky návaru.....	28
2.4 Proces solidifikace návaru.....	33
2.5 Teplotní gradient tavné lázně G a Rychlost růstu tuhé fáze Vn.....	34
2.6 Struktura laserového návaru.....	34
3 KOROZE KOVŮ.....	38
3.1 Elektrochemická koroze kovů.....	38
3.2 Korozní odolnost slitin na bázi niklu.....	43
3.2.1 Mechanismus koroze Ni-Cr-Mo slitin.....	45
4 EXPERIMENTÁLNÍ PROGRAM.....	46
4.1 Popis experimentálního programu.....	46
4.2 Cíle experimentálního programu.....	47
4.3 Použité stroje, přístroje, zařízení.....	49
4.3.1 Specifikace zařízení laserového navařování.....	50
4.4 Značení vzorků pro účely disertační práce.....	51
4.4.1 Značení vzorků v rámci experimentálního programu 1.....	51
4.4.2 Značení vzorků v rámci experimentálního programu 2.....	51
4.5 Charakteristika základního a přídavného materiálu.....	52
4.5.1 Ocel S355J2.....	52
4.5.2 Inconel 625.....	53
4.5.3 Molybden.....	54
5 EXPERIMENTÁLNÍ PROGRAM 1.....	55
5.1 Definování procesních podmínek laserového navařování.....	55
5.2 Příprava základního a přídavného materiálu pro laserové navařování.....	56
5.3 Realizace laserového navařování.....	57
5.4 Metalografická analýza.....	57
5.5 Analýza geometrických charakteristik laserových návarů.....	59
5.6 Výpočet promíšení.....	62
5.6.1 Kompoziční definice promíšení (METODA A).....	62
5.6.2 Geometrická definice promíšení (METODA B).....	66
5.6.3 Geometrická definice promíšení (METODA C).....	70

5.6.4 Geometrická definice promíšení (METODA D).....	72
5.7 Shrnutí výstupů – experimentální program 1.....	76
5.7.1 Shrnutí analýzy geometrických charakteristik laserových návarů.....	77
5.7.2 Shrnutí výpočtu promíšení laserového návaru a substrátu	77
6 EXPERIMENTÁLNÍ PROGRAM 2.....	79
6.1 Definování procesních podmínek laserového navařování.....	80
6.2 Příprava základního a přídavného materiálu pro laserové navařování.....	80
6.3 Realizace laserového navařování.....	81
6.4 Termografie.....	82
6.5 Metalografická analýza.....	85
6.5.1 Makroskopické hodnocení laserových návarů.....	85
6.5.2 Mikroskopické hodnocení struktury laserových návarů.....	87
6.6 Analýza heterogenity laserového návaru.....	91
6.7 Korozní zkoušky.....	97
6.7.1 Korozní zkouška solnou mlhou.....	98
6.7.2 Cyklická korozní zkouška.....	103
6.7.3 Potenciodynamická korozní zkouška.....	108
6.8 Shrnutí výstupů – experimentální program 2.....	115
6.8.1 Shrnutí výstupů – termografie.....	116
6.8.2 Shrnutí výstupů – metalografie.....	116
6.8.3 Shrnutí výstupů – analýza heterogenity laserového návaru.....	117
6.8.4 Shrnutí výstupů – korozní zkoušky.....	118
7 DISKUSE VÝLEDKŮ.....	119
7.1 Experimentální program 1.....	119
7.2 Experimentální program 2.....	123
7.3 Náměty pro další výzkum.....	126
8 ZÁVĚR.....	128
9 LITERATURA.....	129
10 PŘÍLOHY.....	133

Seznam grafů

Graf 1: Porovnání výsledných hodnot promíšení stanovených pomocí různých výpočtových metod [19].....	26
Graf 2: Výška laserového návaru H jako funkce $f(F, S)$ [25].....	30
Graf 3: Šířka laserového návaru W jako funkce $f(P, S)$ [25].....	30
Graf 4: Samovolný korozní potenciál kovu [37].....	41
Graf 5: Experimentální polarizační křivka železa s vyznačením Tafelových oblastí [41].....	41
Graf 6: Příklad určování Tafelových směrnic [43].....	42
Graf 7: Závislost výšky návaru h na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S.....	60
Graf 8: Logaritmická závislost výšky návaru h na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S...	60
Graf 9: Exponenciální průběh závislosti podílu výšky návaru a hloubky závaru h/b na výkonu laseru P.....	61
Graf 10: Lineární průběh závislosti úhlu smáčivosti θ na poměru rychlosti laserového navařování a množství přídavného prášku na m délky návaru.....	61
Graf 11: Exponenciální průběh závislosti úhlu smáčivosti θ na $P/(F/S)$	61
Graf 12: Lineární průběh hodnoty závaru b v závislosti na použitém výkonu laseru P.....	61
Graf 13: E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; průběh průměrné teploty v závislosti na čase.....	84
Graf 14: E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; průběh maximální teploty v závislosti na čase.....	84
Graf 15: E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; průběh průměrné teploty v závislosti na čase.....	85
Graf 16: E2_2750/120/0; E2_2750/120/8; průběh průměrné teploty v závislosti na čase.....	85
Graf 17: E2_2000/120/8; potenciodynamické křivky závislosti Ewe na $\log I$	112
Graf 18: Grafické znázornění korozní rychlosti v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$] stanovené metodou lineární polarizace.....	115

Seznam obrázků

Obr. 1: Umístění trysky pro podávání přidavného prášku při laserovém navařování [3].....	20
Obr. 2: Válcovací stolice; laserový návar Stellite 42 [14].....	23
Obr. 3: Čep; laserový návar AISI 316L [14].....	23
Obr. 4: Oprava hřídele [15].....	23
Obr. 5: Ozubená kola vyrobená technologií Rapid prototyping [17].....	24
Obr. 6: Příčný řez jednostopým laserovým návarem [2].....	24
Obr. 7: METODA A – oblast měření chemického složení laserového návaru pomocí EDX analýzy [19].....	25
Obr. 8: Geometrická definice promíšení jednostopého laserového návaru se substrátem [1].....	25
Obr. 9: Vstupní, procesní a výstupní charakteristiky laserového navařování [2].....	28
Obr. 10: "Inter-run-porosity" na hranici ztavení; laserový návar Inconel 625; OM.....	32
Obr. 11: "Inter-run-porosity" na hranici ztavení; laserový návar Inconel 625; SEM.....	32
Obr. 12: Geometrické znázornění výpočtového modelu laserového návaru dle Ocelíka, V. a kol. [26].....	32
Obr. 13: Grafické znázornění výsledného tvaru návaru pro různé hodnoty překryvů [26].....	33
Obr. 14: Podélný řez tavnou lázní laserového návaru během procesu solidifikace [1].....	34
Obr. 15: Rozhraní mezi laserovým návarem a substrátem [1].....	35
Obr. 16: Struktura návaru s epitaxním růstem dendritů [1].....	35
Obr. 17: Detail epitaxního růstu dendritů na rozhraní housenek při vícevrstevném laserovém navařování [1].....	35
Obr. 18: Povrch návaru – přechod kolumnárních a epitaxních dendritů [1].....	35
Obr. 19: Marangoniho efekt [35].....	36
Obr. 20: Laserový návar Stellite 21 na substrátu z oceli S355.....	37
Obr. 21: Marangoniho efekt; laserový návar Stellite 21; SEM.....	37
Obr. 22: Cr - EDX mapa; SEM.....	37
Obr. 23: Fe – EDX mapa; SEM.....	37
Obr. 24: Příčný řez ocelí S355J2; feriticko-perlitická struktura.....	52
Obr. 25: Podélný řez ocelí S355J2; feriticko-perlitická struktura.....	52
Obr. 26: Přídavný prášek pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04; SEM.....	54
Obr. 27: Přídavný prášek pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04; detail kulovité částice; SEM.....	54
Obr. 28: Schematické znázornění rozmístění jednostopých laserových návarů na povrchu substrátu.....	57
Obr. 29: Schéma rozřezu experimentálních vzorků.....	58
Obr. 30: E1_2750/40; měření geometrických charakteristik pomocí SM.....	59
Obr. 31: EDX analýza chemického složení návaru E1_2000/40.....	63
Obr. 32: E1_2000/40; definování „Plochy 1“ pro výpočet promíšení.....	66
Obr. 33: E1_2000/40; definování „Plochy 2“ pro výpočet promíšení.....	66
Obr. 34: E1_2000/60; D=44 %.....	69
Obr. 35: E1_2500/60; D=44 %.....	69
Obr. 36: E1_2500/80; D=44 %.....	69
Obr. 37: E1_3250/100; D=44 %.....	69

Obr. 38: E1_2250/40; D=48 %.....	75
Obr. 39: E1_2250/60; D=48 %.....	75
Obr. 40: E1_3500/60; D=48 %.....	75
Obr. 41: E1_3250/80; D=48 %.....	75
Obr. 42: E1_3500/80; D=48 %.....	75
Obr. 43: E1_3250/120; D=48 %.....	75
Obr. 44: E1_4500/200; D=48 %.....	75
Obr. 45: Schematické znázornění a rozměry laserového návaru a substrátu - experimentální program 2.....	81
Obr. 46: Schematické znázornění rovin řezu; rozmístění a rozměr vzorků pro korozní zkoušky.....	81
Obr. 47: Schematické znázornění směru kladení housenek při laserovém navařování.....	82
Obr. 48: E2_2000/120/0; POZICE 1; teplotní pole na čelní ploše substrátu během laserového navařování.....	84
Obr. 49: E2_2000/120/0; POZICE 4; teplotní pole na čelní ploše substrátu během laserového navařování.....	84
Obr. 50: E2_2000/120/0; POZICE 1; 2; 3; 4; makroskopický snímek laserového návaru.....	86
Obr. 51: E2_2000/120/8; POZICE 1; 2; 3; 4; makroskopický snímek laserového návaru.....	86
Obr. 52: E2_2000/120/0; POZICE 1; celuární (buněčná) struktura laserového návaru Inconel 625.....	88
Obr. 53: E2_2000/120/0; POZICE 1; celuární (buněčná) struktura povrchu laserového návaru Inconel 625.....	88
Obr. 54: E2_2000/120/0; POZICE 2; povrch laserového návaru Inconel 625.....	89
Obr. 55: E2_2000/120/0; POZICE 2; přechod mezi buněčnou a dendritickou strukturou.....	89
Obr. 56: E2_2000/120/0; POZICE 3; povrch laserového návaru Inconel 625.....	89
Obr. 57: E2_2000/120/0; POZICE 3; formování dendritů s primární a sekundárními osami.....	89
Obr. 58: E2_2000/120/0; POZICE 4; povrch laserového návaru Inconel 625.....	90
Obr. 59: E2_2000/120/0; POZICE 4; formování dendritů s primární a sekundárními osami.....	90
Obr. 60: E2_2750/120/2; POZICE 2; makrosegregační pásma.....	91
Obr. 61: E2_2000/120/0; POZICE 1; makroskopické zachycení housenky laserového návaru.....	92
Obr. 62: E2_2000/120/0; POZICE 4; makroskopické zachycení housenky laserového návaru.....	92
Obr. 63: Spektrum EDX analýzy chemického složení vzorku E2_2000/120/0; POZICE 1; VTISK 1.....	93
Obr. 64: E2_2500/80/8; úprava vzorku pomocí pásky z PVC.....	98
Obr. 65: Umístění vzorků v korozní komoře Q-FOG – CCT 600 před začátkem testování.....	98
Obr. 66: Makrosnímky laserových návarů Inconel 625 po korozní zkoušce v solné mlze	100
Obr. 67: E2_2000/120/4; korozní důlek.....	101
Obr. 68: E2_2000/120/4; příčný řez korozním důlkem; plastická deformace povrchu laserového návaru.....	101
Obr. 69: E2_2000/120/8; korozní prasklina.....	102
Obr. 70: E2_2000/120/8; příčný řez korozní prasklinou; deformace povrchu laserového návaru.....	102
Obr. 71: E2_2500/80/8; příčný řez korozní prasklinou na povrchu laserového návaru.....	102
Obr. 72: E2_2500/80/8; postup korozní praskliny do podpovrchových oblastí.....	102
Obr. 73: Umístění vzorků v cyklické korozní komoře VLM ClimaCORR 1000-TL FR před začátkem testu.....	103
Obr. 74: Makrosnímky laserových návarů Inconel 625 po cyklické korozní zkoušce.....	105
Obr. 75: E2_2000/120/0; kolumnární dendrity na povrchu laserového návaru.....	106

Obr. 76: E2_2750/120/2; příčný řez korozními důlky; deformace povrchu laserového návaru.....	106
Obr. 77: E2_2750/120/2; korozní prasklina; plasticky deformovaný povrch laserového návaru.....	107
Obr. 78: E2_2750/120/2; rozvoj korozní praskliny v podpovrchových vrstvách laserového návaru.....	107
Obr. 79: E2_2750/120/2; energetické spektrum EDX analýzy chemického složení částice molybdenu.....	107
Obr. 80: Schéma zapojení potenciodynamické korozní zkoušky [68].....	109

Seznam tabulek

Tab. 1: Chemické složení návaru 19E Sulzer - Metco v hm. % [25]	29
Tab. 2: Korelace geometrických charakteristik návaru s procesními parametry f (F, S, P)[25].....	31
Tab. 3: Fyzikální vlastnosti niklu [46].....	43
Tab. 4: Stroje, přístroje a zařízení.....	49
Tab. 5: Procesní parametry laserového navařování	50
Tab. 6: Chemické složení, uhlíkový ekvivalent a základní mechanické hodnoty oceli S355J2 [52].....	52
Tab. 7: Chemické složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) [53].....	53
Tab. 8: Mechanické hodnoty slitiny Inconel 625 za normálních a zvýšených teplot [54; 55].....	53
Tab. 9: Chemické složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 měřeného pomocí EDX analýzy.....	54
Tab. 10: Chemické složení přídatného molybdenu; průměr částic přídatného prášku [56].....	54
Tab. 11: Označování vzorků v rámci experimentálního programu 1.....	56
Tab. 12: Chemické složení roztoku Adler [57].....	58
Tab. 13: Chemické složení laserového návaru vzorku E1_2000/40.....	62
Tab. 14: Chemické složení substrátu z oceli S355J2 měřené pomocí GDO-ES analýzy.....	62
Tab. 15: Promíšení laserového návaru Inconel 625 u vzorku E1_2000/40 stanovené dle METODY A [20].....	64
Tab. 16: Atomová hmotnost Mo; Nb; Si [59].....	64
Tab. 17: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; výpočet dle METODY B; rozsah dat pro výkon laseru P = 2000 - 5000 W a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru F/S = 40 - 160 g/m.....	67
Tab. 18: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; výpočet dle METODY B; rozsah dat pro výkon laseru P = 2000 - 5000 W a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru F/S = 180 - 300 g/m.....	68
Tab. 20: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; výpočet dle METODY D; rozsah dat pro výkon laseru P = 2000 - 5000 W a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru F/S = 40 - 160 g/m.....	73
Tab. 21: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; výpočet dle METODY D; rozsah dat pro výkon laseru P = 2000 - 5000 W a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru F/S = 180 - 300 g/m.....	74
Tab. 22: Označování vzorků v experimentálního programu 2.....	80
Tab. 23: Označení vzorků vybraných k termografickému měření.....	82
Tab. 24: Termovizní kamera FLIR A615 – technická specifikace [60].....	83
Tab. 25: E2_2000/120/0; POZICE 1; mikrotvrdość HV 0,1; lokální chemické složení měřené pomocí EDX chemické analýzy – obsah prvků v hmotnostních procentech; mezidendritická vzdálenost primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření.....	94
Tab. 26: E2_2000/120/0; POZICE 4; mikrotvrdość HV 0,1; lokální chemické složení měřené pomocí EDX chemické analýzy – obsah prvků v hmotnostních procentech; mezidendritická vzdálenost primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření.....	96
Tab. 27: Korozní zkouška solnou mlhou dle ČSN EN ISO 9227; parametry zkoušky.....	99
Tab. 28: Vyhodnocení korozní zkoušky solnou mlhou dle ČSN EN ISO 10289	99
Tab. 29: Cyklická korozní zkouška; parametry zkoušky.....	104

Tab. 30: Vyhodnocení cyklické korozní zkoušky dle ČSN EN ISO 10289.....	104
Tab. 31: Potenciodynamická korozní zkouška; podmínky měření.....	109
Tab. 32: E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6; E2_2000/120/8; naměřené a vypočtené hodnoty smíšeného korozního potenciálu E_{corr} polarizačního odporu R_p , polarizačního odporu vztaženého na plochu měření $R_p.S$ a korozní rychlosti v_{corr}	111
Tab. 33: Korozní rychlost vzorků E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6 a E2_2000/120/8 včetně směrodatné odchylky měření.....	111
Tab. 34: E2_2500/80/0; E2_2500/80/2; E2_2500/80/4; E2_2500/80/6; E2_2500/80/8; naměřené a vypočtené hodnoty smíšeného korozního potenciálu E_{corr} , polarizačního odporu R_p , polarizačního odporu vztaženého na plochu měření $R_p.S$ a korozní rychlosti v_{corr}	113
Tab. 35: E2_2750/120/0; E2_2750/120/2; E2_2750/120/4; E2_2750/120/6; E2_2750/120/8; naměřené a vypočtené hodnoty smíšeného korozního potenciálu E_{corr} , polarizačního odporu R_p , polarizačního odporu vztaženého na plochu měření $R_p.S$ a korozní rychlosti v_{corr}	114

Seznam vybraných zkratk

CE	Counter Electrode
CEV	Carbon Equivalent Value
CRA	Corrosion Resistant Alloys
ČSN	Česká soustava norem
D	Dilution
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
E_{corr}	Samovolný korozní potenciál
EDX	Energy Dispersive Spectroscopy
E_{we}	Ustálený korozní potenciál
FCC	Face Centered Cubic
HRA	Heat Resistant Alloys
HVOF	High Velocity Oxygen Fuel
i_{corr}	Korozní proud
j_{corr}	Korozní proudová hustota
kgf	kilogramme-force
NDT	Non - Destructive Testing
OIM	Orientation Imaging Microscopy
OR	Overlapping ratio
px	Pixel
RE	Reference Electrode
R_p	Polarization resistance
SEM	Scanning Electron Microscopy
TEM	Transmission Electron Microscopy
TOO	Teplem ovlivněná oblast
v_{corr}	Korozní rychlost
VŠCHT	Vysoká škola chemicko-technologická v Praze
WE	Working Electrode

Úvod

V roce 2010 byla zahájena úzká spolupráce Katedry materiálu a strojírenské metalurgie Západočeské univerzity v Plzni s průmyslovou společností MATEX PM, s.r.o. Během uplynulých osmi let byla vytvořena řada cenných výstupů, které v oblasti laserového navařování a laserového povrchového kalení našly uplatnění v konkrétních technologických postupech. Společnost MATEX PM, s.r.o. se dlouhodobě zabývá aplikací laserových návarů na opotřebené strojní díly v nejrůznějších odvětvích. Nejčastěji se jedná o navařování korozně a abrazivně odolných povrchů na repasovanou součást. Od roku 2012 bylo v rámci spolupráce zahájeno testování korozní odolnosti laserových návarů na bázi austenitu.

Podstatou technologie laserového navařování je vytvoření pevných metalurgických vazeb mezi laserovým návarem a substrátem. Díky vznikajícímu nestacionárnímu proudění v tavné lázni a Marangoniho efektu dochází ke kontaminaci korozně odolného laserového návaru méně ušlechtilými prvky substrátu. Nejčastěji se jedná o prvky, jako je železo, mangan a křemík. Důsledkem promíšení laserového návaru se substrátem je snižování korozní odolnosti povrchu laserového návaru.

Předložená disertační práce poskytuje ucelený pohled na problematiku promíšení laserového návaru a substrátu ve vazbě na korozní odolnost povrchů laserových návarů na bázi niklu. V disertační práci jsou dány do souvislosti technologické aspekty laserového navařování s materiálovou podstatou pozorovaných korozních dějů a fyzikálními a chemickými vlastnostmi substrátu a přídatného materiálu. Jelikož zadané téma disertační práce „Odolnost proti degradaci laserem navařených austenitických vrstev“ bylo možné vědecky pojmout několika různými způsoby, je předložená disertační práce zacílena na degradaci austenitického laserového návaru Inconel 625 korozí. Důvody výběru testování korozní odolnosti laserového návaru na bázi niklu jsou následující:

- a) Disertační práce svým výzkumem navazuje na předchozí spolupráci Katedry materiálu a strojírenské metalurgie Fakulty strojní v Plzni se společností MATEX PM, s.r.o., která byla zaměřena na testování korozní odolnosti laserových návarů na bázi austenitu.
- b) Vysoký aplikační potenciál niklové slitiny Inconel 625. Energetický a letecký průmysl jsou stěžejními zájemci o výstupy výzkumu a vývoje laserového navařování slitiny Inconel 625.

V současné době probíhají na evropských vědecko-výzkumných pracovištích experimenty založené na zvyšování užitečných vlastností povrchů laserových návarů. Myšlenka spočívá v dolegování komerčně distribuovaného přídatného prášku pro laserové navařování prvkem zvyšujícím, popř. upravujícím, výsledné užitečné vlastnosti. Nejčastěji se jedná o snahu zvýšit odolnost návaru proti vzniku mikrotrhlin nebo zvýšit oteřuvzdornost. Předním pracovištěm je např. University of Groningen v Holandsku. Zde byly v rámci experimentálních programů disertačních prací provedeny výzkumy legování prášků na bázi NiCrBSiC vanadem, niobem a zirkoniem.

Nejucelenější publikací, která byla na téma laserového navařování vydána, je kniha Laser cladding od kolektivu autorů Toyserkani, Khajepour a Corbin (2005). Tato publikace popisuje základní principy laserového navařování, možnosti modelování procesu laserového navařování pomocí fyzikálních a matematických definic, stanovení kontroly procesu laserového navařování a v neposlední řadě jsou zde vysvětleny metalurgické pochody

spojené se solidifikací svarové lázně a růstem dendritických struktur v návarech. Nicméně od vydání výše uvedené publikace uplynulo již bezmála 13 let a tudíž je nezbytné hledět na určité, vybrané, v knize popsané informace s odstupem (např. použití přídavného materiálu pro laserové navařování ve formě pasty je z hlediska současné potenciální aplikace dávnou minulostí). Dále došlo za uplynulou dobu k výraznému rozvoji vědy na poli fyziky laserů. Vlákňové a diskové lasery se protlačily v ohromné konkurenci výrobců laserů na přední místa a v aplikaci laserového navařování za sebou nechávají dříve používané diodové lasery. Dalšímu rozvoji byla také podrobena zobrazovací technika, která při hodnocení mikrostruktury materiálů hraje nezanedbatelnou roli (např. OIM mikroskopie).

Předložená disertační práce reaguje na výzkumy předních vědeckých institucí zabývajících se technologií laserového navařování. Tato práce přejímá myšlenku možnosti dolegování práškové směsi pro navařování korozně odolným prvkem, konkrétně molybdenem, za účelem zvýšení korozní odolnosti laserem navařené slitiny Inconel 625.

1 Cíle disertační práce

Experimentální program předložené disertační práce byl rozdělen do dvou částí. První část je věnována problematice kvantifikace promíšení laserového návaru a substrátu u laserem navařené slitiny Inconel 625. Druhá část je věnována testování korozní odolnosti laserem navařené slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu ve vazbě na použité procesní parametry navařování.

Cíle disertační práce, stanovené na základě rešeršní činnosti autorky a na základě předchozího výzkumu v oblasti testování korozi odolných laserových návarů, byly formulovány následovně:

- ▶ Kvantifikovat promíšení laserového návaru se substrátem u jednostopých laserových návarů za pomoci různých definic promíšení.
- ▶ Analyzovat geometrické charakteristiky jednostopých laserových návarů s ohledem na použité procesní parametry.
- ▶ Blíže analyzovat Marangoniho efekt v závislosti na použitých procesních parametrech laserového navařování.
- ▶ V rámci experimentálního programu 2 legovat komerčně distribuovaný prášek EuTroLoy 16625.04 od spol. Castolin Eutectic (Inconel 625) různým obsahem molybdenu s cílem zvýšit korozní odolnost laserového návaru.
- ▶ Testovat a vyhodnotit korozní odolnost laserového návaru Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu s různým stupněm promíšení návaru a substrátu.
- ▶ Vyhodnotit, zda zvýšený obsah molybdenu v laserovém návaru Inconel 625 má vliv na posunutí možné hranice promíšení laserového návaru a substrátu k vyšším hodnotám, při zachování stejné korozní odolnosti návaru.
- ▶ Analyzovat vliv promíšení laserového návaru se substrátem na korozní odolnost návaru.
- ▶ Analyzovat proces přehřevu substrátu během laserového navařování a jeho vliv na promíšení laserového návaru a substrátu.
- ▶ Stanovit kritickou hranici promíšení laserového návaru a substrátu, při které návary slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu ztrácí korozní odolnost v daném prostředí.
- ▶ Analyzovat vliv mezidendritické vzdálenosti primárních os dendritů ve struktuře povrchu laserového návaru na korozní odolnost návaru.
- ▶ Popsat strukturu laserového návaru.

2 Technologie laserového navařování

Předložená disertační práce se zabývá technologií laserového navařování s přídavným materiálem ve formě prášku. V zahraniční literatuře je tato technologie známá pod pojmem „Laser cladding by powder injection“.

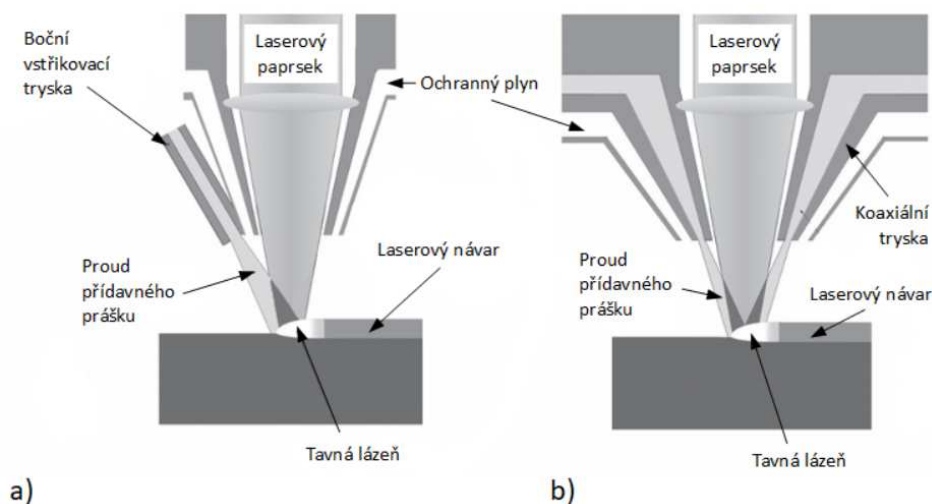
Technologie navařování vrstev laserem (tzv. laser cladding) je známá již od 70. let 20. století. Nicméně rozvoj této technologie v samých počátcích byl spíše opatrný. Teprve v 80. a 90. letech se v průmyslových společnostech začaly objevovat první ověřené postupy, které umožnily aplikovat laserové navařování na skutečné strojní součásti. První doložená zmínka o aplikaci laser cladding vrstev pochází z roku 1981, kdy byla ve společnosti Rolls Royce laserem navařena ochranná vrstva na spoje lopatek turbín s rotorem [1]. Dnes, v roce 2018, nachází technologie laser cladding stále nové a nové uplatnění. Mezi aplikace technologie laser cladding patří navařování povrchů požadovaných vlastností (odolnost proti korozi, kavitaci, erozi, tepelnému namáhání, abrazivnímu a adhesivnímu opotřebení atd). Z průmyslové praxe se jedná o strojní součásti jako např. lopatky turbín, sedla ventilů, hřídele, součásti hydraulických čerpadel, formy pro tvářením za tepla, formy pro vstřikování plastů, vrtací nástroje popř. vytváření kovových 3D modelů (tzv. rapid prototyping) atd. Další uplatnění laserem navařených vrstev je možné pozorovat i v oblasti medicíny - kostní implantáty.

Obecně se vrstvy navařené laserem uplatňují ve dvou oblastech. První z nich je vytváření návarů na strojních součástech z důvodu ochrany povrchu základního materiálu před provozními podmínkami. Druhou oblastí aplikace laserových návarů je opravárenství. Korozi nebo opotřebením poškozené strojní součásti jsou pomocí technologie zrenovovány a není tudíž nutné zatěžovat provozovatele součásti finančními náklady spojenými s nákupem nového dílu. Náklady na opravy povrchu laserovým návarem jsou zanedbatelné, ve srovnání s náklady na pořízení nové součásti do provozu.

2.1 Popis technologie

Technologie laserového navařování (laser cladding) využívá vysoké hustoty energie laserového paprsku k natavení jak základního, tak přídavného materiálu ve formě prášku nebo drátu. Během procesu navařování dochází mezi přídavným materiálem a základním materiálem k vytvoření úzké oblasti, ve které se oba natavené materiály metalurgicky spojí. Solidifikace kovů má za následek vytvoření pevných vazeb předurčujících navařenému povlaku dobrou adhezi k základnímu materiálu a kohezi. Cílem laserového navařování je vytvořit návar požadovaných vlastností a chemického složení na výchozím substrátu tak, aniž by došlo k výraznému promíšení (> 10 %) mezi oběma kovy. Stupeň promíšení je jednou ze základních charakteristik navařeného povlaku a bude podrobněji popsán v kapitole 2.2.1. Název samotné technologie „laser cladding“ však jednoznačně neurčuje konkrétní způsob navařování vrstev laserem. I technologii laser cladding je možné klasifikovat do několika podskupin. Nejčastěji se jednotlivé procesy rozdělují na základě formy přídavného materiálu (prášek, drát) [2]. Díky paralelnímu vývoji laserového navařování na mnoha světových pracovištích, získala tato technologie několik označení i přes fakt, že se jedná o shodný proces, ve smyslu vytváření ochranného návaru na povrchu strojní součásti (ať už za použití přídavného materiálu ve formě prášku nebo drátu). Termín „laser cladding“ označuje stejný proces jako např. „laser deposition technology“. Přesto, že je možné navařovaný materiál

přidávat do místa návaru v různých formách (prášek, drát), světová pracoviště nejčastěji využívají kovové prášky podávané do místa návaru tryskou (v anglické literatuře je technologie známá pod názvem „Laser cladding by powder injection“). Umístění trysky, podávající přídatný materiál, vůči poloze laserového paprsku, může být dvojitý (viz. Obr. 1) – boční nebo koaxiální.



Obr. 1: Umístění trysky pro podávání přídatného prášku při laserovém navařování; a) boční (laterální), b) koaxiální [3]

Boční uspořádání, tzv. „lateral cladding nozzle“, umožňuje přívod podávaného prášku do místa vznikajícího návaru tryskou, umístěnou z boku a zcela odděleně od laserové hlavy. V případě koaxiálního uspořádání obklopuje tryska v podobě mezikruží laserový paprsek. Každý z uvedených způsobů uspořádání navařovací hlavy laseru má své výhody a nevýhody. Co se týká efektivity procesu navařování, názory, který způsob uspořádání je lepší, se často různí (viz. publikace [1; 2]). Obecně je koaxiální uspořádání vhodnější pro navařování tvarově složitých povrchů, kde pohyblivost navařovací hlavy laseru v prostoru není limitována přítomností přídatné trysky z boku laseru [4].

Přídatný materiál ve formě prášku je při navařovacím procesu unášen proudem ochranného plynu (nejčastěji argon, popř. helium, dusík) z podavače prášku do místa návaru. Jakmile částice prášku opustí trysku, vydají se na cestu směrem k povrchu materiálu. Během pohybu po této trajektorii dochází k interakci laserového paprsku s kovovými částicemi – výsledkem je změna pevného skupenství přídatného materiálu na kapalné. Kontinuálně probíhá i proces natavování základního materiálu. V místě dopadu přídatného prášku na povrch základního materiálu dochází ke spojení a promíšení obou materiálů. Vzniklá tavná lázeň je rovněž chráněna ochranným plynem nejčastěji stejného typu, kterým jsou unášeny částice přídatného materiálu do místa návaru. Zde existuje určitá analogie s vytvářením a tuhnutím svarového spoje.

Mezi základní **VÝHODY** technologie laserového navařování patří:

- ▶ Množství přídatného materiálu je možné plynule regulovat.
- ▶ Lze použít více než jeden druh prášku při navařování – dle aplikace součásti je možné přizpůsobit chemické složení návaru jeho použitím (viz. obohacení slitiny Stellite 6 o tantal [5]).

- ▶ Metalurgické spojení návaru se základním materiálem.
- ▶ Tloušťka návaru v rozmezí od 0,2 mm do desítek mm.
- ▶ Jedná se o automatizovaný proces.

S technologií laserového navařování jsou spojeny následující **NEVÝHODY**:

- ▶ Vysoké investiční náklady nezbytné k pořízení zařízení pro navařování laserem (laser, manipulátor, úprava pracoviště, školení personálu atd.).
- ▶ Tepelné ovlivnění základního materiálu.
- ▶ Změna struktury základního materiálu v oblasti hranice ztavení.
- ▶ Vysoká energetická náročnost procesu.
- ▶ Zbytková napětí v navařené vrstvě.
- ▶ Možnost výskytu vnitřních vad při nesprávném nastavení procesu.

Průmyslovým konkurentem laserového navařování je technologie žárových nástřiků HVOF (High Velocity Oxigen Fuel). Zásadní rozdíly mezi HVOF a laserovým navařováním vyplývají z principů obou technologií. Laserové návary jsou metalurgicky propojeny s podkladem – tím je zajištěna vysoká adheze návaru k substrátu. Naproti tomu vrstvy nanesené technologií HVOF nevykazují žádné promíšení, dochází zde pouze k částečnému difúznímu propojení obou materiálů. Adheze HVOF nástřiků je proto nižší než u laserových návarů. Další negativní vlastností HVOF povlaků je jejich vyšší porozita a tím i nižší korozní odolnost (ve srovnání s laserovým návarem). Při laserovém navařování působí energie laserového svazku i v okamžiku přilnutí roztaveného prášku k podkladu. Vytvářejí se tak celistvé vrstvy s prakticky nulovou pórovitostí. Cenově jsou si obě technologie blízké, neboť používají totožné přídavné materiály [6].

2.1.1 Přídavné prášky pro technologii laserového navařování

Na světovém trhu existuje celá řada výrobců kovových prášků určených speciálně pro technologii laser cladding. Jedná se např. o nadnárodní společnosti Höganäs (Švédsko), Sandvik (Švédsko), Sulzer (Švýcarsko), nebo Castolin Eutectik (Německo). Tito výrobci produkují jak konvenčně pro laserové navařování používané prášky (např. Stellite, Inconel, ocel AISI 316L atd.), tak prášky pro speciální aplikace (hliníkové bronzy, binární slitiny Fe-Si, Fe-Co, Ni-Cu atd.) [7; 8; 9; 10]. Zrnitost prášků se liší u každého výrobce, nejčastěji se však zrnitost pohybuje v rozmezí 50 ÷ 250 μm [7]. Obecně se prášky pro laserové navařování na bázi kovu rozdělují do 4 kategorií podle chemického složení:

A) Prášky na bázi Fe

Zde se výhradně jedná o austenitické antikorozi, feritické nebo martenzitické oceli. Dále je možné na trhu pořídit speciální prášky na bázi Fe, např. duplexní antikorozi ocel UNS S32900 nebo ocel UNS S31635, popř. UNS J94203. Společnost Sandvik také nabízí prodej prášků s precipitačně vytvrditelnou maticí UNS S15500.

B) Prášky na bázi Ni

Rozmanité výsledné vlastnosti laserem navařených prášků na bázi niklu poskytují strojnímu průmyslu pestrou paletu možností jejich využití. Sortiment dovoluje vybrat prášky s tvrdostí v intervalu $32 \div 62$ HRC. Nikl je ve slitinách legován nejčastěji Cr; B; Si; Mo a C. Matrice návaru je pak tvořena tuhým roztokem Ni- γ , karbidy chromu a boridy niklu a chromu. Niklové návary jsou v průmyslu používány pro tepelně exponované strojní díly v energetickém průmyslu. Typickými aplikacemi niklových návarů jsou kotle, přehříváky, sedla ventilů nebo formy pro sklářský průmysl. Dále se také návary na bázi niklu často používají k vyvažování licích vad na litinových formách [6; 11].

Předmětem experimentálního programu předložené disertační práce je výzkum korozní odolnosti laserem navařeného materiálu typu Inconel 625. Bližší specifikace přídavného materiálu je podrobně popsána v kapitole 4.5.2.

C) Prášky na bázi Co

Kobaltové slitiny jsou známé pod označením „Stellite“. Jedná se o paramagnetické materiály legované Cr; Mo; Si, popř. C a W. V základní matici jsou rozmístěny komplexní karbidy zaručující vysokou otěruvzdornost - což předurčuje aplikaci tohoto materiálu na povrchy rypadel, šneky, dopravníky, válce papírenského průmyslu, ale také do oblasti medicíny - kloubní náhrady, zubní protézy atd. Dále se Stelity vyznačují vynikající odolností vůči korozi a to jak v kyselých, tak bazických prostředích. Provozní teploty těchto materiálů se pohybují až okolo $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ [6; 12]. Tvrdost návarů bývá v rozmezí $40 \div 55$ HRC [13]. Na trhu existuje celá řada kobaltových slitin označovaných jako Stellite 1; 3; 4; 6; 12; 21 atd. Mezi nejčastěji používané patří Stellite 6 a Stellite 21.

D) Speciální prášky

Do této kategorie je možné zařadit nepřeberné množství speciálních prášků (např. hliníkové bronzy) vyrobených pro dílčí aplikace. Prášky se speciálním chemickým složením jsou buď přímo nabízené společnostmi (např. Sulzer), nebo je dodavatelé práškových kovů připraví podle přání zákazníka.

2.1.2 Aplikace laserových návarů

Laserem navařené vrstvy se v průmyslu uplatňují ve třech odvětvích. Prvním odvětvím je navařování ochranných vrstev s cílem poskytnout povrchu strojní součásti speciální vlastnosti popř. zvýšit stávající funkční vlastnosti za normálních i zvýšených teplot (např. korozivzdornost, otěruvzdornost, tvrdost). Druhé odvětví aplikace technologie laser cladding je opravárenství. Opravovány jsou především povrchy strojních dílů, které podlely opotřebení. Poslední skupinu tvoří výroba nových strojních součástí – tzv. rapid prototyping. Obecně se laserové návary uplatňují na strojních dílech používaných v zemědělství, důlním a petrochemickém průmyslu, při těžbě a zpracování ropy, v automobilové a letecké dopravě a především v samotném strojírenství.

V následující části jsou uvedeny praktické příklady aplikace laserem navařených vrstev.

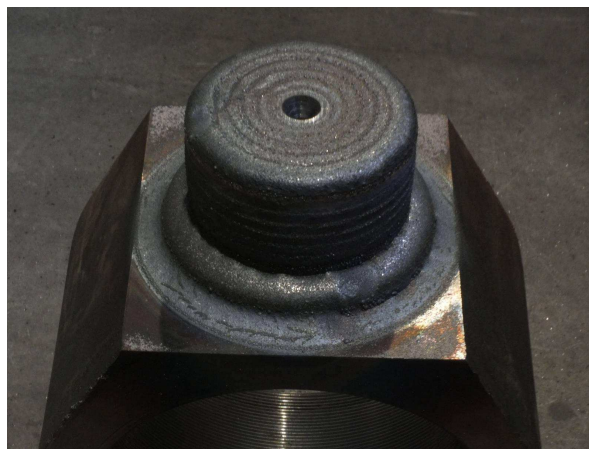
A) Navařování povrchů s ochrannou funkcí

Do této kategorie spadá navařování vrstev poskytujících popř. zvyšujících funkční vlastnosti substrátu. Ze strojních součástí jsou technologií laser cladding zpracovávány různé

druhy forem, jejich pinčovací hrany, nože, lopatky turbín, vrtací nástroje, válcovací stolice, papírenské válce, hřídele, ozubená kola, čepy, smykadla, vodící lišty, vnitřky nádob pro petrochemický průmysl, lopaty bagrů a rypadel, sedla ventilů atd.



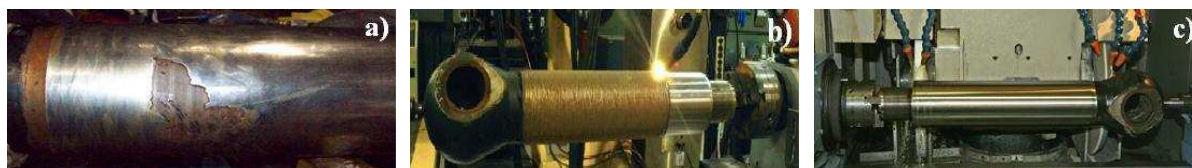
Obr. 2: Válcovací stolice; laserový návar Stellite 42 [14]



Obr. 3: Čep; laserový návar AISI 316L [14]

B) Opravárenství

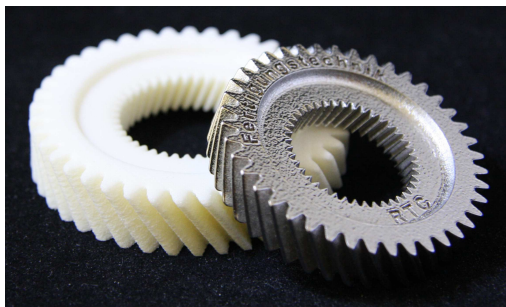
Opravárenství představuje nezanedbatelnou část aplikace laser cladding návarů. Při poškození povrchu strojního dílu opotřebením (méně často korozí) je možné součást opravit pomocí technologie laserového navařování. Poškozený strojní díl je nejprve obroben a zbaven odlupující se vrstvy nanesené předchozí technologií. Méně často je opravován povrch strojní součásti, na které nebyla aplikována žádná vrstva, povlak, nástřik atd. Po obrobení je strojní díl pískován. Pískováním dochází ke zdrsnění povrchu, což má za následek zvýšení absorptivity laserového záření povrchem materiálu. Následuje očištění dílu a samotné navařování. Nejčastěji jsou navařovány vrstvy s vysokou odolností proti otěru. Jedná se o návary na bázi kobaltu (Stellite), pro méně náročné aplikace se využívají slitiny na bázi Ni s přísadou Si a B nebo s karbidy WC. Dále se využívají slitiny na bázi Fe s martenzitickou strukturou, popř. s podílem karbidů. Po navaření je strojní součást znovu obrobená na požadovaný rozměr.



Obr. 4: Oprava hřídele a) opotřebený povrch hřídele, b) navařování laserového návaru, c) soustružení povrchu hřídele [15]

C) Rapid prototyping

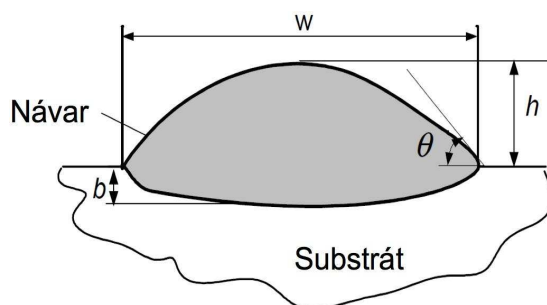
Samotná technologie rapid prototyping získává v 21. století stále větší a větší pozornost. Nekovové materiály byly již úspěšně zpracovávány touto technologií v minulém století avšak zpracování některých speciálních materiálů (např. slinutých karbidů) je ještě ve fázi vývoje a výzkumu. Cílem technologie je vytvořit strojní součásti (např. nástroje) o vysoké hustotě a kohezi, s vysokou jakostí povrchu, nízkými náklady na obrábění a za minimální časové období. Podrobněji se technologií rapid prototyping zabývají publikace [11; 16].



Obr. 5: Ozubená kola vyrobená technologií Rapid prototyping [17]

2.2 Základní charakteristiky laserového návaru

Jednostopý laserový návar s optimální geometrií a vlastnostmi (výška a šířka návaru, metalurgické spojení se základním materiálem, homogenita, bez vnitřních vad, atd.) je možné definovat pomocí základních měřitelných charakteristik [6]. Obr. 6 zachycuje příčný řez jednostopým laserovým návarem s vyznačením výšky návaru h [mm], šířky w [mm], smáčivostí danou úhlem θ [°], a hloubkou závaru b [mm], která představuje tloušťku nataveného základního materiálu během procesu navařování [2].



Obr. 6: Příčný řez jednostopým laserovým návarem [2]

2.2.1 Promíšení laserového návaru a substrátu

Promíšení (dále označováno v matematických vztazích jako „ D “ z angl. slova dilution) přídavného materiálu se substrátem (dále jen promíšení) je důsledkem principu metod tavného svařování. V případě laserového navařování dochází vlivem interakce laserového paprsku se substrátem k ohřevu základního materiálu až nad teplotu likvidu dané slitiny. Zároveň za současného natavení přídavného materiálu dochází k promíšení vznikající tavné lázně a během krystalizace jsou vytvořeny pevné metalurgické vazby mezi laserovým návarem a substrátem. V tavné lázni jsou uplatňovány veškeré principy termodynamických jevů proudění nestacionárních kapalin.

V závislosti na vzrůstajícím stupni promíšení jsou degradovány fyzikální, chemické ale i mechanické vlastnosti laserového návaru.

Na mnoha světových vědecko-výzkumných pracovištích byly v posledním desetiletí provedeny výpočty a simulace podložené experimentálním programem, s cílem predikovat stupeň promíšení v závislosti:

- ▶ Na použitých procesních parametrech laserového navařování.
- ▶ Fyzikálních vlastnostech přídavného materiálu a substrátu.

Moosa, A. A., Kadhim, M. J., Subhi, A. D., v roce 2011 publikovali výsledky viz. [18], podle kterých má hlavní vliv na stupeň promíšení rychlost pohybu laserového svazku při navařování, množství přidaného prášku na jednotku délky návaru a také energetické rozložení laserového svazku.

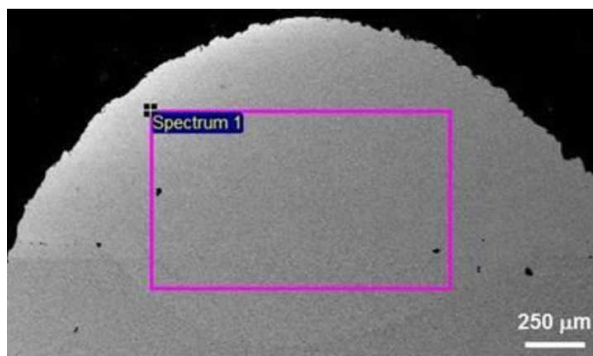
V roce 2016 formuloval kolektiv autorů Song, B., Hussain, T., Voisey, K. T. své závěry experimentálního programu (viz. [19]) následovně. Změna výkonu laseru při navařování má za následek výraznou změnu stupně promíšení. Při změně poměru geometrických charakteristik laserového návaru (w/h jednostopého laserového návaru vyhodnocené z příčného řezu; viz. Obr. 6), nebyla pozorována významná změna promíšení.

Za nejdůležitější výstup výše uvedené publikace [19] považuje autorka předložené disertační práce kvantifikaci promíšení u testovaných vzorků pomocí 4 různých metod (matematických vztahů) a vzájemné porovnání dosažených hodnot promíšení v závislosti na zvoleném výpočtovém vztahu. Bohužel se publikace [19] již nezabývá jednotlivými matematickými vztahy blíže a výsledkem je „pouze“ sloupcovitý graf (viz. Graf 1) porovnání promíšení stanoveného dle 4 různých metod bez jakékoliv další interpretace výsledků. Jelikož se jedná v zásadě o nejpoužívanější metody stanovení stupně promíšení laserových návarů, jsou v experimentálním programu 1 předložené disertační práce jednotlivé metody výpočtu blíže rozebrány a výsledné hodnoty promíšení jsou pak interpretovány s přihlédnutím k použité metodě měření. Jednotlivé způsoby kvantifikace promíšení jsou uvedeny níže. Pro přehlednost byly jednotlivé způsoby výpočtu promíšení označeny jako **METODA A; METODA B; METODA C; METODA D**. Systém označování byl uplatněn v rámci celé předložené disertační práce. Kolektiv autorů Song, B., Hussain, T., Voisey, K. T. v citační literatuře [19] kvantifikuje promíšení bez následného převedení výsledku na hodnotu v procentech. Výslednou hodnotou promíšení dle Vztahů (2-1; 2-2; 2-3; 2-4) je tedy $D \in (0; 1)$.

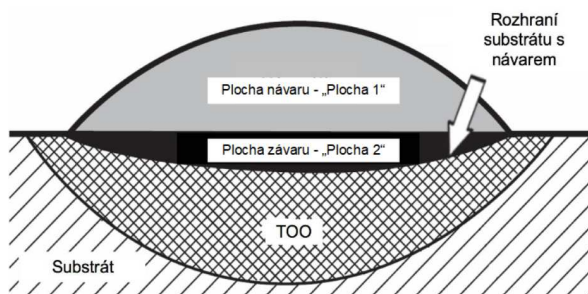
METODA A) kompoziční definice dle G. Brucka [20] – založena na měření koncentrace chemických prvků v návaru pomocí EDX analýzy (dle Vztahu 2-1) [20].

$$D = \frac{\rho_p (X_d - X_p)}{\rho_s (X_s - X_d) + \rho_p (X_d - X_p)} \quad [-] \quad (2-1)$$

Proměnné ρ_p [g/mm^3], resp. ρ_s [g/mm^3] představují měrnou hmotnost nataveného přídavného prášku, resp. substrátu. X_d , X_p a X_s vyjadřují procentuální hmotnost chemického prvku X v návaru, v přídavném materiálu a v substrátu [2]. Na Obr. 7 je znázorněna oblast měření chemického složení pomocí EDX analýzy.



Obr. 7: **METODA A** – analyzovaná oblast měření chemického složení laserového návaru pomocí EDX analýzy [19]



Obr. 8: Geometrická definice promíšení jednostopého laserového návaru se substrátem [1]

METODA B) geometrická definice dle G. Brucka [20] - výpočet (Vztah 2-2) [20] je založen na podílu mezi natavenou plochou substrátu (dále označováno jako plocha závaru; dle Obr. 8 se jedná o „Plochu 2“) a součtem plochy návaru nad rovinou substrátu (dále označováno pouze jako plocha návaru; dle Obr. 8 se jedná o „Plochu 1“) a plochy závaru.

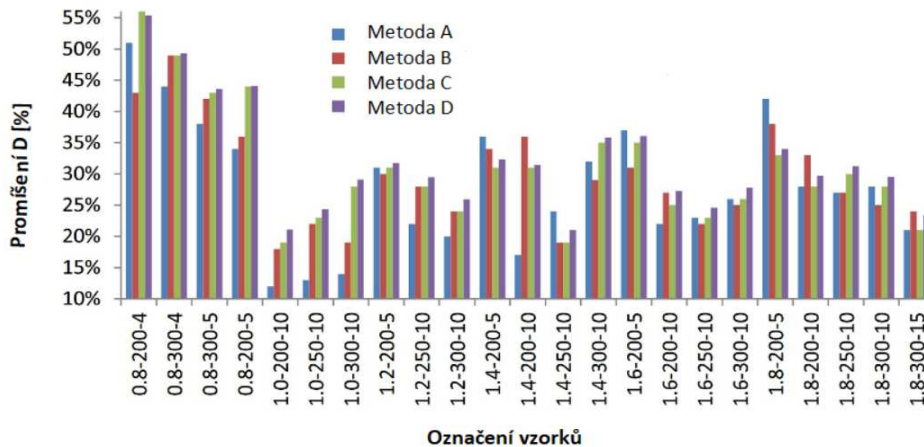
$$D = \frac{\text{plocha 2}}{\text{plocha 1} + \text{plocha 2}} [-] \quad (2-2)$$

METODA C) geometrická definice dle kol. autorů Song, B., Hussain, T., Voisey, K. T. Z [19] (publikováno v roce 2016). Jedná se o výpočet (Vztah 2-3) založený na aproximaci „Plochy 1“ a „Plochy 2“ z Obr. 8 planimetrickým vyjádřením kruhových výsečí, jež mají reprezentovat geometrický tvar plochy návaru a závaru.

$$D = \frac{\frac{[(\frac{w}{2})^2 + b^2]^2}{bw} \sin^{-1}[\frac{bw}{(\frac{w}{2})^2 + b^2}] - [(\frac{w}{2})^2 - b^2]}{b \frac{[(\frac{w}{2})^2 + h^2]}{wh^2} \sin^{-1}[\frac{(\frac{w}{2})^2 + b^2}{(\frac{w}{2})^2 + h^2}] + \frac{(\frac{w}{2})^2 + b^2}{bw} \sin^{-1}[\frac{bw}{(\frac{w}{2})^2 + b^2}] - \frac{[(\frac{w}{2})^2 - hb][h+b]}{h}} [-] \quad (2-3)$$

METODA D) geometrická definice dle kol. autorů Wu, D., Guo, M., Ma, G., Niu, F. [21] (viz. Vztah 2-4). Matematicky se jedná o prostý podíl hloubky závaru b a součtu výšky návaru h a závaru b .

$$D = \frac{b}{b+h} [-] \quad (2-4)$$



Graf 1: Porovnání výsledných hodnot promíšení stanovených pomocí různých výpočtových metod [19]

V Grafu 1 jsou sloupcovitě vyjádřeny a vzájemně porovnány hodnoty promíšení, vypočítané pomocí výše uvedených Vztahů 2-1; 2-2; 2-3 a 2-4 (**METODA A; B; C; D**). Na ose x jsou definovány jednotlivé laserem navařené experimentální vzorky, zatímco osa y kvantifikuje hodnotu promíšení v závislosti na použité metodě výpočtu. Z Grafu 1 je patrné, jak výsledná hodnota stupně promíšení závisí na zvolené metodě výpočtu. Zatímco např. u vzorku 1.2-200-5 jsou výsledné hodnoty promíšení kvantifikované dle **METOD A; B; C; D** v rozmezí max. 5 %, u vzorků např. 0.8-200-4 se vypočtené výsledky liší

o více jak 10 %.

Další, kdo se věnuje promíšení u laserového navařování, jsou Fan, Z., Jambunathan, A., Sparks, T. E., Ruan, J., Yang, Y., Bao, Y., Liou, F. v publikaci [22] nebo Kim, J. D., Peng, Y. v literatuře [23]. Promíšení je v [22] řešeno výpočtem využívajícím algoritmus SOLA - VOF. Rozdíl v promíšení mezi numerickým výpočtem a experimentálně připravenými vzorky se pohyboval okolo 5 %. Kolektiv autorů v [23] se zaměřil na kvantifikaci promíšení výpočtem s využitím metody konečných prvků. Nicméně konkrétní porovnání simulací vypočtených a experimentálně ověřených hodnot promíšení je v práci opomenuto.

Studiu promíšení laserových návarů se substrátem v závislosti na výsledných korozivzdorných vlastnostech návarů se také věnuje Liu, J., Li, J., Cheng, X., Wang, H. v literatuře [24]. Promíšení bylo kvantifikováno pomocí výpočtového Vztahu 2-2; **METODA B**. Autoři se zde dále věnují makrosegregaci jednotlivých chemických prvků v návaru, která je kvantitativně vyčíslena pomocí Vztahu 2-5, ve kterém A_{max} , A_{min} je nejvyšší, resp. nejnižší, naměřená hodnota koncentrace chemického prvku A v návaru, resp. v substrátu. Za hodnotu A_{ave} , je považována koncentrace prvku A v překryvu mezi jednotlivými housenkami.

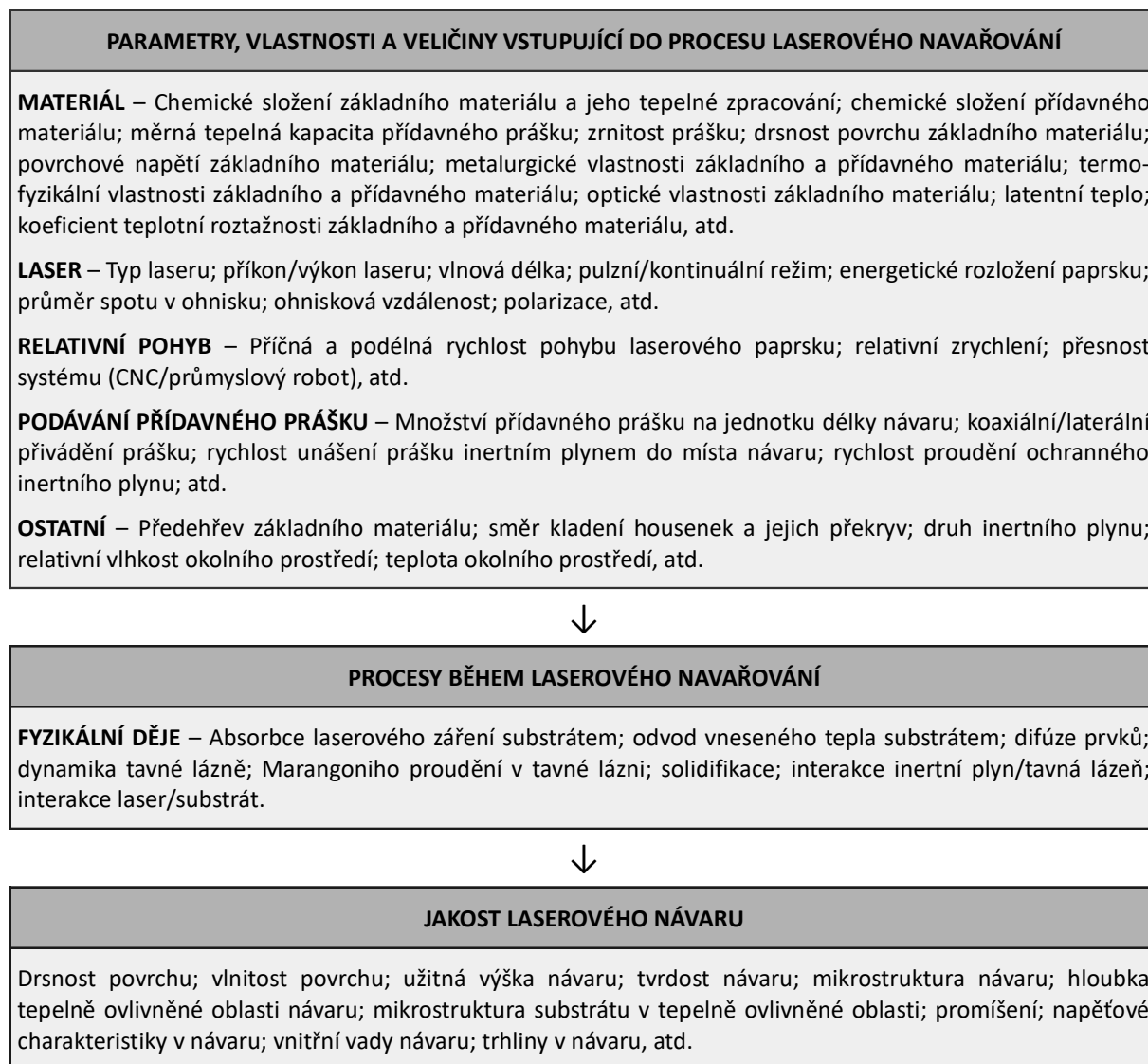
$$A_{mac} = \frac{A_{max} - A_{min}}{A_{ave}} [-] \quad (2-5)$$

2.3 Vstupní, procesní a výstupní charakteristiky laserového návaru

Proces navařování laserem je charakteristický svou interakcí mezi laserovým paprskem, přídavným materiálem a substrátem. V důsledku procesu natavování jak základního, tak přídavného materiálu během navařování dochází k ohřevu samotného substrátu. Vznikající heterogenní nestacionární teplotní pole má za důsledek vznik především napětových stavů v laserovém návaru, dále jsou pak částečně degradovány chemické a případně fyzikální vlastnosti návaru.

Existuje mnoho desítek vstupních, procesních a výstupních parametrů, materiálových charakteristik a fyzikálních jevů, které svými kombinacemi určují jakost výsledného laserového návaru [2].

V Obr. 9 jsou definovány jednotlivé vstupní, procesní a výstupní charakteristiky, popř. vlastnosti, laserového návaru. Z Obr. 9 vyplývá nespočet různých kombinací nastavení procesu laserového navařování. Naneštěstí většina možných variací nastavení procesu poskytuje návary nevalné kvality, s často vysokým promíšením, nízkou tloušťkou návaru, vysokým vnitřním napětím nebo s přítomností vnitřních vad, popř. je možný výskyt hned několika výše uvedených negativ současně. Empirické zkušenosti technologa laserového navařování jsou nezbytným základem pro správné nastavení procesu a volbu optimálních parametrů navařování.



Obr. 9: Vstupní, procesní a výstupní charakteristiky, popř. vlastnosti, laserového navařování [2]

2.3.1 Vliv nastavení procesních parametrů na geometrické charakteristiky návaru

V elektronických informačních zdrojích je registrována celá řada příspěvků, které se zabývají predikcí výšky, šířky laserového návaru a hloubky závaru včetně promíšení na základě nastavení vstupních procesních parametrů. Komplexně byla celá problematika predikce geometrických charakteristik laserového návaru úspěšně řešena De Oliveirou v disertační práci (viz. citační zdroj [25]). Další ceněný přínos v oblasti výpočtového modelu laserového návaru provedl kolektiv autorů vedený V. Ocelíkem (viz. citační literatura [26]).

Pro popis a kvantifikaci jednotlivých procesních parametrů a jejich kombinací bylo De Oliveirou v [25] zavedeno následující označování:

- ▶ Intenzita záření laserového paprsku je reprezentována výkonem laseru $P [W]$.
- ▶ Pro kvantifikaci energie laserového paprsku vnesené do substrátu byl zaveden parametr P/S , kde $S [mm/s]$ představuje rychlost pohybu laserového paprsku po povrchu součásti.

- ▶ Dále je zaváděn parametr F/S , vyjadřující množství přidavného materiálu (F [mg/s]) na jednotku délky návaru.
- ▶ Rychlost podávání přidavného materiálu do místa návaru v_p je určována rychlostí proudění ochranného plynu unášejícího částice prášku. Nicméně měření rychlosti v_p je značně problematické [22]. Za hodnotu v_p je obecně považována rychlost proudění unášecího plynu v okamžiku otevření trysek s přidavným materiálem a začátek tvorby návaru [6].

V rámci realizace experimentálního programu byl v [25] pro navařování použit kontinuální 2 kW Rofin Sinar ND:YAG laser s koaxiálním uspořádáním, laserový paprsek s „top-hat“ energetickým uspořádáním, fokusace paprsku byla 15 mm nad povrchem substrátu a průměr laserového svazku v ohnisku byl 3,2 mm. Pro zjednodušení procesu vyhodnocování základních geometrických charakteristik byl návar vždy jednostopý – experiment nebyl zaměřen na problematiku překryvů navařených vrstev. Základním materiálem pro tento experiment byla ocel C45, polotovár o průměru $d = 60$ mm byl opatřen návarem 19E Sulzer-Metco (chemické složení je uvedeno v Tab. 1).

Tab. 1: Chemické složení návaru 19E Sulzer - Metco (hm. %) [25]

Laserový návar	Ni	Cr	Si	B	Fe	Co	Mo	W	C
19 E Sulzer - Metco	Bal.	16	4	4	4	2,4	2,4	2,4	0,5

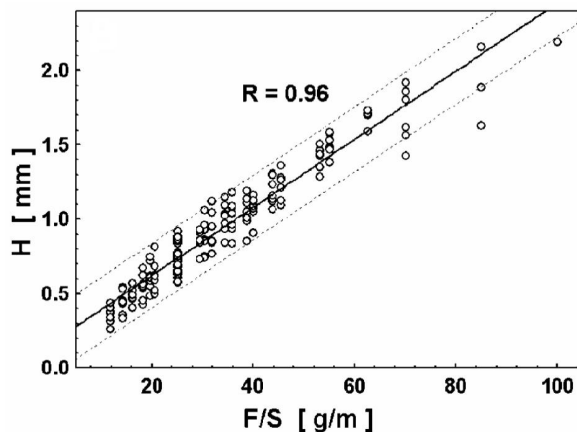
Celkem bylo dle De Oliveiry v [25] vytvořeno na 200 kombinací vzorků s odlišnými procesními parametry F/S [mg/s] (množství přidavného materiálu na jednotku délky návaru) a P [W] (výkon laseru). K vyhodnocení vzorků v rámci experimentálního programu bylo možné použít pouze 175 jednostopých laserových návarů. Zbýlých 25 kombinací procesních parametrů vedlo k vytvoření návarů s nedostatečnou adhezí k substrátu, popř. s vysokým podílem nenataveného přidavného materiálu na povrchu návaru. Následně bylo na příčném řezu metalografického výbrusu provedeno měření výšky návaru H^1 , šířky návaru W^2 a úhlu smáčivosti θ (autorka předložené disertační práce zde zachovává značení proměnných zavedených De Oliveirou v [25]). Naměřené hodnoty umožnily kvantifikovat a graficky vyjádřit závislosti geometrických charakteristik návaru na kombinaci procesních parametrů F , S a P (viz. Graf 2; Graf 3). V Grafu 2 je znázorněna lineární závislost mezi výškou návaru H a množstvím přidaného prášku na jednotku délky návaru F/S . Tato závislost se vyznačuje vysokým koeficientem korelace výsledků, tzn. $R = 0,96$. Publikace [70] však popisuje závislost mezi výškou návaru H a použitými procesními parametry jako nelineární $H = \sqrt{P \cdot F / S^2}$. Koeficient korelace výsledků byl stanoven stejně jako v [25] na $R = 0,96$. Rozdíl ve zjištěných funkcích závislosti H na $f(F, S, P)$ byl pravděpodobně zapříčiněn odlišným způsobem přidávání kovového prášku do místa návaru. Zatímco v [25] bylo použito koaxiálního uspořádání, návary v [70] byly připraveny laserovou hlavou s laterálním přidáváním přidavného materiálu. Při laterálním uspořádání procesu je dráha částice přidavného materiálu od opuštění trysky do dopadu do tavné lázně kratší, než při koaxiálním uspořádání. Důsledkem je nižší čas vzájemné interakce mezi přidavným materiálem a laserem a tedy i odchylka mezi výslednou závislostí H na $f(F, S)$, popř. na $f(F, S, P)$.

¹ H představuje výšku návaru – značení dle De Oliveiry [25]

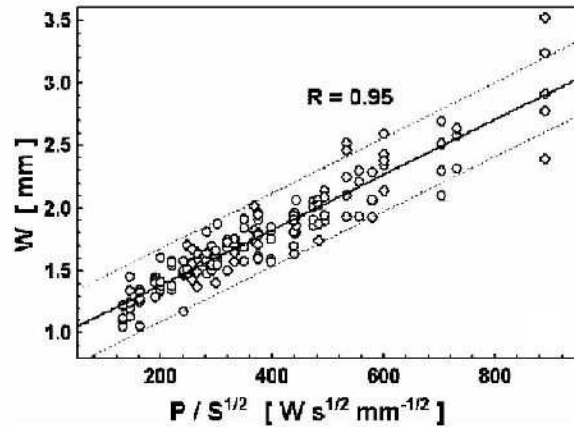
² W představuje šířku návaru - značení dle De Oliveiry [25]

Pro technologii „laser cladding by powder injection“ s koaxiální uspořádáním platí tedy následující tvrzení:

- ▶ Výška návaru H [mm] je přímo úměrná množství přidaného materiálu na jednotku délky návaru F/S [g/m] [25].
- ▶ Výška návaru H [mm] není závislá na použitém výkonu laseru P [W] při navařování [25].



Graf 2: Výška laserového návaru H jako funkce $f(F, S)$ [25]



Graf 3: Šířka laserového návaru W jako funkce $f(P, S)$; $F=91,7$ mg/s [25]

Graf 3 zobrazuje závislost šířky návaru W na procesních parametrech $f(P, S)$ při konstantním $F = 91,7$ mg/s. Vztah mezi šířkou návaru W a $f(P, S)$ byl rovněž experimentálně potvrzen v [70].

Publikace [25] rovněž uvádí další měřitelné charakteristiky A_c a A_m jako $f(P, S, F)$ při zachování vysoké hodnoty koeficientu korelace výsledků ($R > 95$). Pro ostatní charakteristiky návaru jako úhel smáčivosti θ , promíšení D a P_e (tzv. Powder efficiency) byly rovněž nalezeny závislosti kombinace procesních parametrů, avšak koeficient korelace se zde pohyboval v rozmezí $R = 90$ až $R = 92$. Hodnota P_e [%] představuje efektivitu využití prášku při tvorbě návaru a lze ji jednoduše stanovit ze Vztahu 2-6, kde A_c je plocha návaru v příčném řezu (viz. Obr. 8 - „Plocha 1“), S je rychlost pohybu laserového paprsku, F kvantifikuje množství přidaného materiálu a ρ_p je měrná hmotnost přidávaného prášku.

$$P_e = A_c \cdot S \cdot \rho_p / F \quad [\%] \quad (2-6)$$

Plocha A_c ve Vztahu 2-6 úzce souvisí s množstvím přidaného prášku na jednotku délky návaru – tzn. F/S [mg/s]. Právě F/S kvantifikuje množství prášku formující návar. Dílčí závislosti (geometrická charakteristika návaru versus kombinace procesních parametrů) je možné stanovit dle matematických vztahů uvedených v Tab. 2.

Tab. 2: Korelace geometrických charakteristik návaru s procesními parametry vyjádřenými funkcí $f(F, S, P)$; R - koeficient korelace výsledku; a, b - konstanty z lineární závislosti $Q = a + bC$ [25]

Parametr	Závislost	R	a	b
H [mm]	F/S [g/m]	0,97	0,164	0,02
W [mm]	P/\sqrt{S} [$W\sqrt{s}/\sqrt{mm}$]	0,95	0,947	0,002
A _c [mm ²]	\sqrt{PF}/S [$\sqrt{W}g/m$]	0,99	-0,2782	0,0019
A _m [mm ²]	$P/\sqrt[3]{FS}$ [$W/(m^3\sqrt[3]{g^3mm^2s^3})$]	0,95	-0,3269	0,0073
α [°]	S/F [m/g]	0,9	55,0	961,0
D [%]	\sqrt{PS}/F [$\sqrt{Wm/g}$]	0,92	-19,3	8,5
P _e [%]	$P\sqrt{F}/S$ [$W\sqrt{g/m}$]	0,91	14,2	0,0043

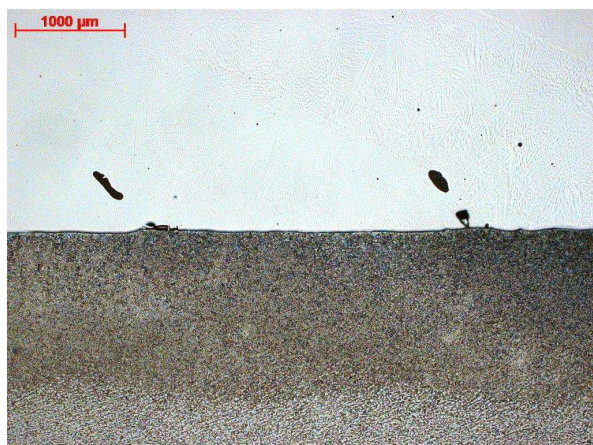
Dále se predikcí geometrických charakteristik návaru zabývá V. Ocelík a kol. v článku v Surface Coatings Technology 2014 [26]. Tento výpočtový model je založen na předchozí znalosti vlivu procesních parametrů laseru na výsledný tvar jednostopého laserového návaru (tzn. b, h, w, θ). Komplexní navařená plocha je pak dána umístěním jednotlivých housenek s vzájemným překryvem mezi jednotlivými návary, přičemž je zaváděn parametr OR („overlapping ratio“), představující vzdálenost mezi středy navařených housenek. Matematicky je možné OR vyjádřit následovně:

$$OR = (w - D) / w \quad [\%] \quad (2-7)$$

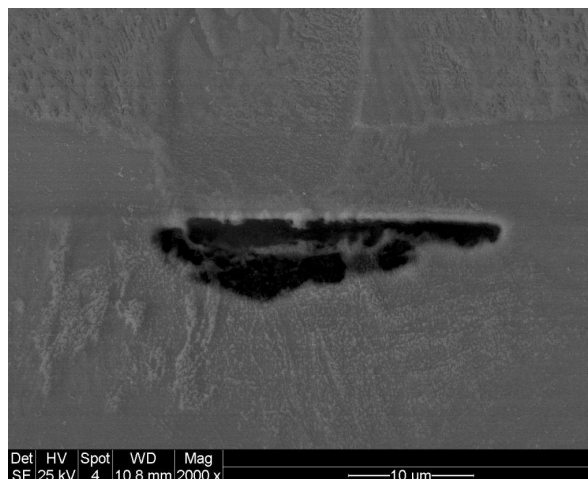
Ve Vztahu 2-7 D představuje promíšení návaru se substrátem a w reprezentuje šířku navařené housenky.

Předpoklady výpočtového modelu [26]:

- ▶ Šířka navařované housenky zůstává během procesu konstantní.
- ▶ Charakter navařené housenky je neměnný v oblasti středu stopy i překryvu (viskozita, gravitační síla i povrchová energie tavné lázně).
- ▶ Množství prášku přidávané podavačem je konstantní.
- ▶ Zanedbává možnost vzniku tzn. „inter-run porosity“ na rozhraní návaru a substrátu (viz. Obr. 10; 11).



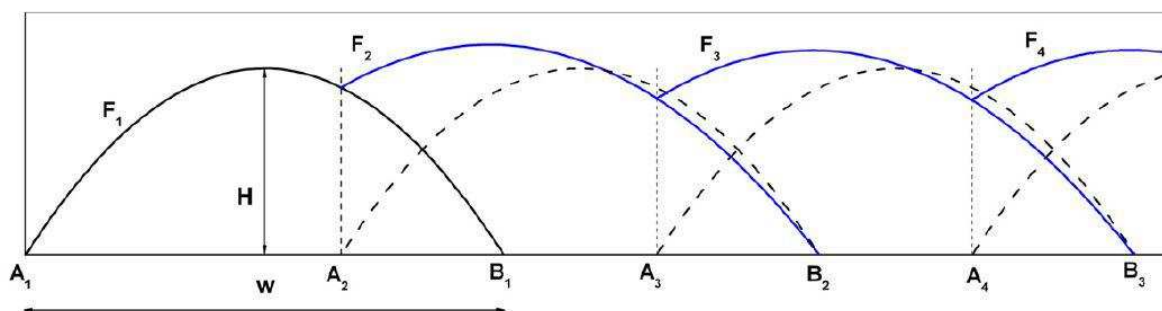
Obr. 10: "Inter-run-porosity" na hranici ztavení;
laserový návar Inconel 625; OM; zvětšeno 25x



Obr. 11: "Inter-run-porosity" na hranici ztavení;
laserový návar Inconel 625; SEM; SE; zvětšeno 2000x

Na Obr. 12 je znázorněna šířka housenky w , jako vzdálenost mezi body A_1 a B_1 . Tvar první navažené housenky je dán funkcí F_1 . Teoretická poloha druhé housenky je vyznačena přerušovanou čarou (body A_2 , B_2). Překryv „OR“ je definován jako vzdálenost mezi body A_2 a B_1 podělený šířkou stopy w . Tvar druhé housenky musí kopírovat funkci F_1 a navíc respektovat předpoklady výpočtového modelu (viz. výše). Přestavuje-li plocha pod F_1 množství navaženého materiálu, je funkce F_1 v bodech A_1 a B_1 rovna nule. Necht $z = (1 - OR)$. Levý a pravý průsečík funkce F_i s horizontálou je tedy $A_i = wz(i - 1)$, $B_i = w + wz(i - 1)$, pro $i = 1, 2 \dots n$. Návar F_i je vždy vytvořen na předchozím návaru F_{i-1} a začíná v bodě A_i . Potom:

$$F_i(A_i) = F_{(i-1)}(A_i) \quad \text{pro} \quad i = 2, 3, \dots, n \quad (2-8)$$



Obr. 12: Geometrické znázornění výpočtového modelu laserového návaru dle Ocelíka, V. a kol. [26]

Funkce F_i je v bodě B_i rovna nule, tedy:

$$F_i(B_i) = 0 \quad \text{pro} \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (2-9)$$

Množství materiálu navaženého při i -tém návaru musí být rovné množství materiálu u navažené první housenky. Tedy:

$$\int_{A_i}^{B_i} F_i dx = \int_{A_1}^{B_1} F_1 dx + \int_{A_i}^{B_{(i-1)}} F_{(i-1)} dx \quad \text{pro} \quad i = 2, 3, \dots, n \quad (2-10)$$

Pravá strana rovnice 2-10 představuje množství materiálu pro navaření jedné housenky plus množství materiálu z překryvové zóny.

Publikace [26] uvádí příklad výpočtu výsledného tvaru návaru mimo jiné i pro funkci F reprezentovanou parabolou. Typickým příkladem je:

$$F_i = a_i x^2 + b_i x + c_i, F_i = 0 \quad \text{pro} \quad x \in (A_i, B_i) \quad (2-11)$$

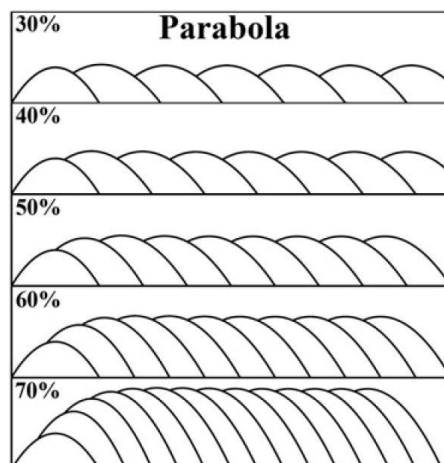
Kde

$$a_i = -4H/w^2, b_i = 4H/w, c_i = 0 \quad (2-12)$$

Dosažením rovnice paraboly (Vztah 2-11; 2-12) do Vztahu 2-10 a jejich integrací je získán předpis pro výsledný geometrický tvar návaru o n -tém počtu housenek (Obr. 13). V [26] byl pro výpočet rovnic a grafické znázornění návaru použit software Matlab.

Zajímavým zjištěním výpočtového modelu geometrických charakteristik návaru s proměnnou hodnotou překryvu „OR“ jsou následující poznatky:

- ▶ Při použití překryvu $OR > 40\%$ je efektivní výška návaru (výška návaru po obrobení povrchových nerovností) vyšší než výška první navařené housenky.
- ▶ Při použití překryvu $OR > 67,5\%$ je efektivní výška návaru dvakrát vyšší než výška první navařené housenky.



Obr. 13: Grafické znázornění výsledného tvaru návaru pro různé hodnoty překryvů; pro $H/w = 0,25$ [26]

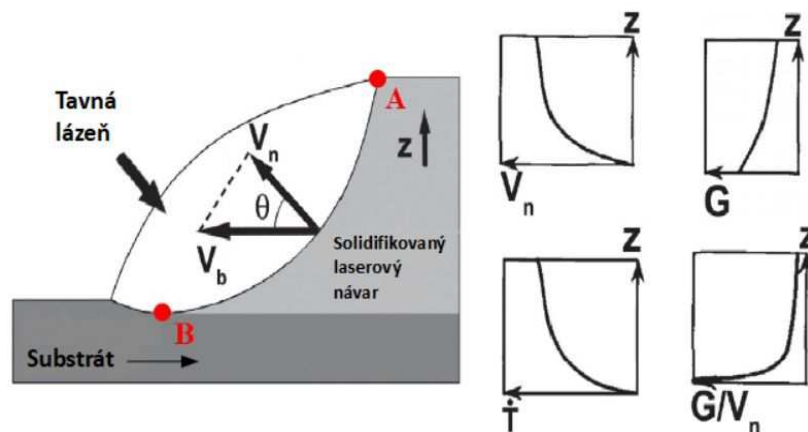
2.4 Proces solidifikace návaru

Proces solidifikace tavné lázně návaru vytvořeného technologií laser cladding byl v minulých letech pod drobnohledem mnoha vědeckých pracovníků. Zpočátku 90. let se někteří vědečtí pracovníci snažili poodhalit „záhadu“ tuhnutí návaru pomocí dvourozměrných modelů [27]. První 3-D modely laser cladding procesu se objevily až po roce 2000, např. [28] – studium vlivu procesních parametrů na promíšení návaru, nebo [29] – vliv laseru v pulzním režimu na tvar návaru.

Samotný proces laserového navařování je charakteristický vysokou rychlostí tuhnutí tavné lázně ($> 10^5$ K/S). Právě rychlost průběhu procesu tuhnutí návaru má za následek jemnější mikrostrukturu, vznik metastabilních fází, morfologické změny a také tvorbu amorfních fází [1].

2.5 Teplotní gradient tavné lázně G a Rychlost růstu tuhé fáze V_n

Na Obr. 14 je znázorněn podélný řez tavnou lázní tuhnutí laserového návaru. Při procesu laserového navařování (za předpokladu konstantního výkonu laseru P a konstantní rychlosti pohybu laserového paprsku V_b ³) je tavná lázeň formována až po několika okamžicích působení laserového záření. Směr postupu křivky solidu je proti paralelní na směr odvodu tepla. Výsledkem je tedy závislost změny polohy křivky solidu V_n na rychlosti pohybu laserového paprsku V_b , tedy $V_n = V_b \cdot \cos(\theta)$. Úhel θ se mění od 90° do 0° dle postupu křivky solidu (viz. body A ($\theta = 90^\circ$) a B ($\theta = 0^\circ$) v Obr. 14), což má za následek změnu V_n z nuly až po V_b . Teplotní gradient tavné lázně G je další důležitou charakteristikou procesu solidifikace laserových návarů. Nejvyšších hodnot dosahuje G na rozhraní tavné lázně se substrátem. Se snižující se vzdáleností od výše uvedeného rozhraní hodnota G klesá – minima dosahuje na samotném povrchu návaru. Kombinací parametrů V_n a G je možné definovat další 2 velmi důležité charakteristiky. První možností kombinace je $G \times V_n$ představující rychlost ochlazování (\dot{T}), druhým případem je pak G/V_n určující stabilitu solidifikační fronty. Obr. 14 také zachycuje změnu charakteristik $G \times V_n$ a G/V_n v oblasti tavné lázně během procesu navařování laserem. Nejvyšší hodnoty G/V_n je dosaženo na hranici substrátu a tuhnutí návaru (hranice ztavení). Se snižující se vzdáleností k povrchu návaru hodnoty G/V_n klesají. Opačný průběh vykazuje závislost $G \times V_n$ [1; 30].



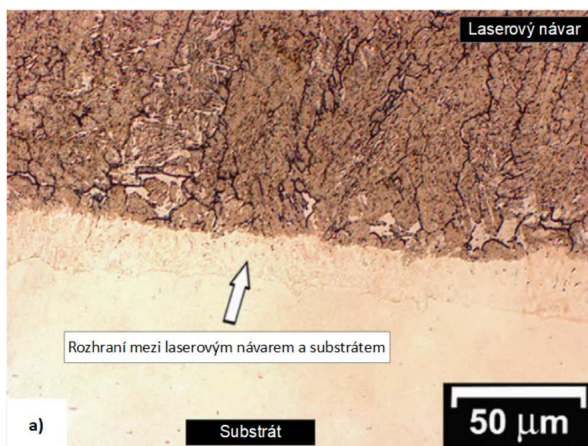
Obr. 14: Podélný řez tavnou lázní laserového návaru během procesu solidifikace; vyznačené body A ($\theta = 90^\circ$) a B ($\theta = 0^\circ$); grafický průběh změny krystalizačních parametrů V_n , G , \dot{T} , G/V_n v závislosti na výšce tavné lázně návaru [1]

2.6 Struktura laserového návaru

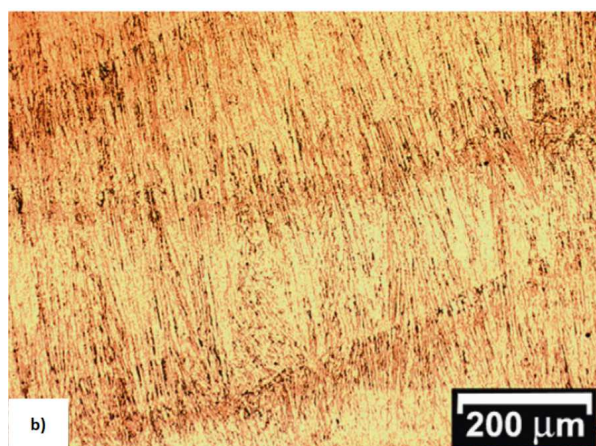
Laserem navařené povrchy se vyznačují hned několika specifickými vlastnostmi. Díky metalurgickému propojení navařovaného kovu se substrátem dochází na hranici ztavení k vytvoření pevných atomových vazeb zajišťujících návaru vysokou adhezi. Na Obr. 15 ÷ 18 je zachycena odlišná mikrostruktura v různých oblastech laserového návaru. V místě hranice ztavení (Obr. 15) je možné pozorovat úzkou (obvykle cca $20 \mu\text{m}$) oblast rozhraní mezi laserovým návarem a substrátem (v anglické literatuře je oblast označována jako „planar interface layer“). Tato vrstva je tvořena planárními dendryty rostlými kolmo na solidifikační

³ V_b představuje procesní rychlost laserového navařování – autorka předložené disertační práce zde respektuje značení zavedené autorem Hemmati, I. v citačním zdroji [1]

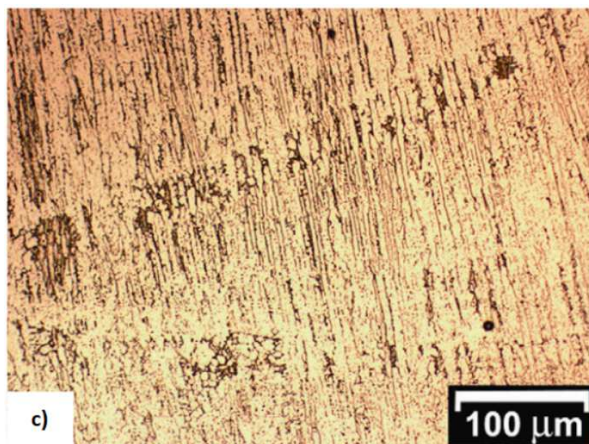
frontu (viz. Obr. 15). S pohybem solidifikační fronty jsou planární dendrity nahrazovány celulárními, které často dosahují až povrchu návaru. Odlišné je to v případě navařování vícevrstvého návaru laserem. V oblastech přechodů mezi jednotlivými navařenými housenkami dochází k epitaxnímu růstu dendritů formující opět větší část návaru [1; 31]. Změny mikrostruktury pozorované na Obr. 16 ÷ 18 mohou být vysvětleny změnou G (teplotní gradient tavné lázně) a V_n (rychlost pohybu solidifikačního rozhraní). Během laserového navařování dochází ke snižování hodnot G/V_n od spodní části tavné lázně až po její vrchol – právě tato změna má zásadní vliv na solidifikaci návaru a na změnu růstu dendritů z planárních na celulární a z kolumnárních na epitaxní [31]. Výše uvedenou teorii [31] (pokles G/V_n -> vliv na směr růstu dendritů) také podporuje [32; 33]. Podle [32; 33] dochází během navařování vícevrstvých návarů k akumulaci tepla, což má za následek snížení teplotního gradientu G a umožnění změny růstu dendritů z kolumnárních na epitaxní (viz Obr. 18).



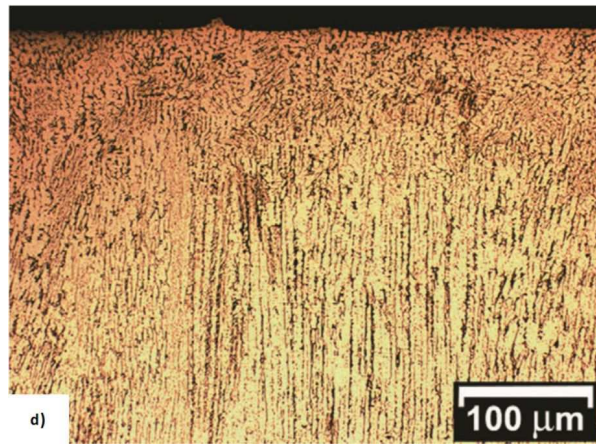
Obr. 15: Rozhraní mezi laserovým návarem a substrátem [1]



Obr. 16: Struktura návaru s epitaxním růstem dendritů [1]



Obr. 17: Detail epitaxního růstu dendritů na rozhraní housenek při vícevrstvěm laserovém navařování [1]



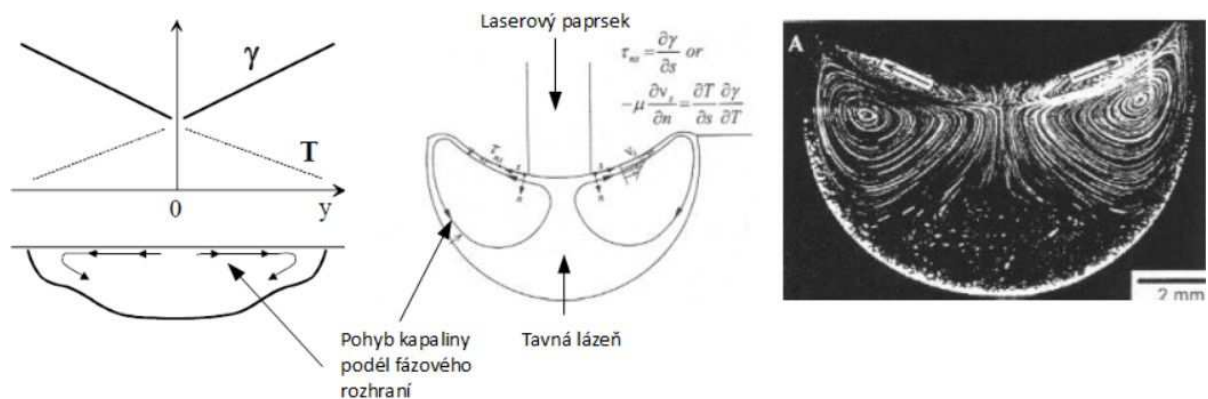
Obr. 18: Povrch návaru – přechod kolumnárních a epitaxních dendritů [1]

Další důležitou charakteristikou laserových návarů je promíšení (viz. Kapitola 2.2.1). V případě vysoké hodnoty promíšení ($D > 20\%$) navařovaného kovu se substrátem dochází v návaru k vytvoření makrosegregací s naprosto odlišným chemickým složením od svého okolí (viz. Obr. 19; 20). Vznik makrosegregací je způsoben dynamickým prouděním v tavné lázni známým pod označením Marangoniho proudění. Jedná se o pohyb kapaliny podél fázového rozhraní kapalina/plyn, kapalina/kapalina nebo kapalina/pevná fáze z míst o nižším

mezifázovém napětí do míst o vyšším mezifázovém napětí [34]. Dynamiku tavné lázně neovlivňuje však pouze Marangoniho efekt, ale řada dalších proudění vyvolaných např. díky přítomnosti termo-kapilárního efektu - známého spíše pod označením Marangoni-Bernardovo proudění. Dále se na utváření návaru podílí i Rayleigh-Bernardovo proudění vyvolaného snahou kapaliny vytlačit částice o nižší měrné hmotnosti na povrch (vztaková síla). Příklad Marangoniho proudění ve svarové lázni při laserovém svařování popisuje Drezet, J. M., Mokadem, S. v citačním zdroji [35]. Na Obr. 19 je zachycen Marangoniho efekt ve svarové lázni slitiny NaNO_3 . Maximální rychlosti proudění je dosahováno na samotných okrajích tavné lázně, kde vektor pohybu kapaliny uvnitř tavné lázně má tangenciální směr k jejímu povrchu. Maximální smykové napětí v tavné lázni je pak dáno Vztahem 2-13 [35].

$$\vec{\tau}_{ns} = -\mu \frac{\partial v_s}{\partial n} \quad (2-13)$$

Příčinou smykového napětí je vzniklý gradient povrchového napětí vyskytující se podél hranice fázového rozhraní tavné lázně. Gradient povrchového napětí je tedy možné vyjádřit jako $\partial\gamma/\partial s$, kde γ je povrchové napětí a s a n značí tangenciální a normálový směr vůči povrchu formující se tavné lázně. Gradient povrchového napětí je indukován změnou teploty tavné lázně; poté platí následující vztahy $\partial T/\partial s < 0$ a $\partial\gamma/\partial T < 0$. Výše uvedené napěťové závislosti tedy způsobují pohyb likvidu uvnitř tavné lázně. Kapalina je „vytahována“ ze středu tavné lázně o vyšší teplotě (nižší hodnota povrchového napětí) směrem k povrchu tavné lázně o teplotě nižší (naopak vyšší hodnota povrchového napětí). Graficky je celý proces proudění uvnitř tavné lázně znázorněn na Obr. 19 vpravo. Částice kapalného kovu jsou při tuhnutí „vytahovány“ ze středu tavné lázně a pohybují se podél fázového rozhraní kapalina/plyn, kapalina/pevná fáze a navrací se zpět na místo své původní pozice. Stejně principy jsou uplatňovány i při tuhnutí laserem navařených vrstev.



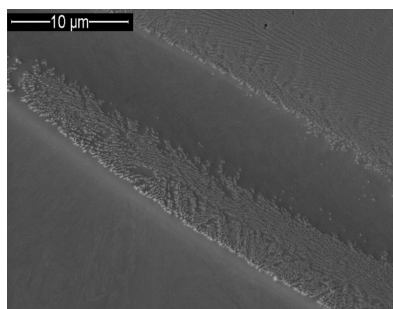
Obr. 19: Marangoniho efekt; vlevo – závislost mezi teplotou a povrchovým napětím; střed – tzv. „Marangoniho víření“ ve svarové lázni; zachycení Marangoniho virů na slitině NaNO_3 [35]

Na makrosnímku laserového návaru kobaltové slitiny Stellite 21 (viz. Obr. 20) jsou šipkami vyznačena makrosegregační pásma. Jedná se o oblasti se zcela odlišným chemickým složením od svého okolí. Důkazem jsou EDX mapy znázorňující rozložení vybraných chemických prvků koncentrace Fe a Cr v oblasti makrosegregace a v jejím nejbližší okolí (Obr. 20; 21; 22). Zatímco oblasti návaru přilehlé k makrosegregaci obsahují dle měření EDX prvky jako Co; Cr; Mo a Ni, chemické složení makrosegregačního pásma ukazuje na přítomnost více než 97 hm. % Fe.

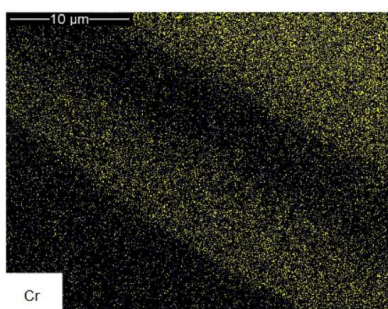
Studiem makrosegregací se také zabýval Liu, J. a kol. v citační literatuře [36]. Dle Liu, J. a kol. se makarosegregace vyskytují v laserovém návaru vlivem nedostatečného promíchání nataveného přídavného materiálu a substrátu v tavné lázni. Dle výstupů experimentálního programu v literatuře [36] jsou makrosegregace zásadně eliminovány úpravou procesních parametrů navařování (konkrétně zvýšením výkonu laseru P a snížením procesní rychlosti navařování S).



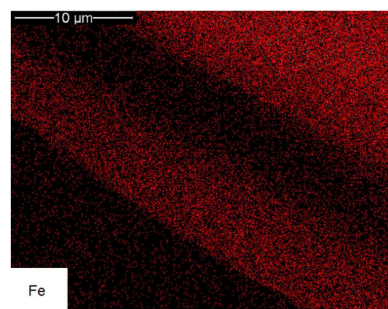
Obr. 20: Laserový návar Stellite 21 na substrátu z oceli S355; červené šípky směřují do oblastí, jež se vlivem Marangoniho efektu odlišují svými vlastnostmi od okolní matrice návaru; OM; leptáno Adler; zvětšeno 25x



Obr. 21: Marangoniho efekt;
laserový návar Stellite 21; SEM; SE;
zvětšeno 1000x



Obr. 22: Cr - EDX mapa; SEM;
zvětšeno 1000x



Obr. 23: Fe - EDX mapa; SEM;
zvětšeno 1000x

3 Koroze kovů

Kapitola 3 „Koroze kovů“ byla stručně vypracována za cílem definovat a vysvětlit důležité pojmy, parametry a veličiny z oblasti korozního inženýrství.

Dle autorky disertační práce je naprosto jedinečným citačním zdrojem, který jasně a odborně vysvětluje teorii koroze kovů literatura [37] - Novák, P., Koroze kovů.

Obecně je koroze kovů definována následovně. Koroze kovů je fyzikálně-chemická interakce kovu a prostředí, vedoucí ke změnám vlastností kovu, které mohou vyvolávat významné zhoršení funkce kovu, prostředí nebo technického systému, jehož jsou kov a prostředí složkami. Koroze má za následek snížení primárních užitných vlastností výrobků z kovových materiálů, tj. snížení mechanických vlastností, zhoršení přestupu tepla a zhoršení estetických vlastností, což nakonec může vést k úplné ztrátě funkce a integrity kovu [37].

Protože jsou kovy elektricky vodivé a jsou často vystaveny účinkům vodných elektrolytů, je koroze téměř vždy jejich elektrochemická přeměna anodickým rozpouštěním [37].

Jelikož nelze korozi kovů v naprosté většině případů zcela potlačit, byl ve vědním oboru korozního inženýrství zaveden pojem přijatelné korozní rychlosti, tj. povolené intenzity koroze, při níž je možné daný kovový povrch dlouhodobě exponovat v korozním prostředí bez nepříjemných změn užitných vlastností výrobku nebo kvality prostředí. Rychlost anodického rozpouštění kovů má velmi široké spektrum. Vyjádřeno v rozměrových úbytcích kovu je to od 1 km/rok při elektrochemickém obrábění a cca 1 m/rok při elektrochemickém leštění, až k relativně malým rychlostem při korozi kovů. Korozní rychlosti, nad 1 mm/rok jsou i z hlediska technických aplikací přijatelné zcela výjimečně. Pro korozní inženýrství jsou vyšší hodnoty než 1 mm/rok prakticky nezajímavé, neboť by se při dlouhodobější expozici do takového stavu kovový materiál dostat neměl. Pokud se tak stane, pak je to při havarijních stavech, v důsledku těžko předvídatelných podmínek, působením bludných proudů nebo neodborným výběrem materiálu pro dané prostředí. Hranice přijatelné rychlosti celkové koroze záleží nejen na době požadované životnosti výrobku, po kterou má bezpečně plnit svoji funkci, ale také na míře tolerovatelného znečištění prostředí korozními produkty. V korozních sbornících je často udávána horní hranice dostačující korozní odolnosti 0,1 mm/rok, což ale platí většinou jen pro plošnou korozi a použití kovů v průmyslovém zařízení s životností 10 až 20 let, ne už například pro podmínky dlouhodobé atmosférické expozice kovů, pro kovové výztuže v betonu nebo pro kovové biokompatibilní materiály v lidském těle (náhrady kyčelního kloubu, zubní náhrady apod.) a kovové památky. Hranice maximální přijatelné korozní rychlosti je prakticky v intervalu tří řádů (0,1 mm/rok až 0,1 μ m/rok). Pokud je rychlost, s jakou dochází k úbytkům kovu menší než 0,1 μ m za rok, pak je korozní napadení přijatelné téměř vždy. Nulová korozní rychlost je v praktických podmínkách jen nereálná fikce [37; 38].

3.1 Elektrochemická koroze kovů

Elektrochemická koroze kovů představuje specifický vědní obor zaměřený na chování iontů v roztoku na fázovém rozhraní.

Nejedná se tedy pouze o rovnováhu v soustavě elektroda-elektrolyt, ale i o procesy v této soustavě, tj. při přenosu náboje z jedné fáze do druhé, kdy dochází ke změně nosiče náboje z elektronu na ion a naopak [37].

Aby mohl být aktivován proces přenosu náboje, je zde nezbytná přítomnost

elektrochemického článku. Elektrochemický článek je vytvářen mezi elektrodou a elektrolytem průchodem vnějšího proudu za přítomnosti minimálně dvou elektrod.

Pokud proud mezi elektrodami prochází v důsledku samovolných procesů na elektrodách, pak se jedná o galvanický nebo koncentrační článek. Pokud proud mezi elektrodami prochází v důsledku připojení elektrod na póly zdroje stejnosměrného proudu, jedná se o vynucený děj a ten probíhá v elektrolytickém článku (elektrolyzáru). Elektrodou může být každá pevná nebo kapalná fáze, která je alespoň částečně elektronově vodivá (proud vedou elektrony). Elektrolytem může být každá kapalná nebo pevná fáze, která je iontově vodivá [37].

Na přenosu náboje v elektrolytu se podílí jak anionty (-), tak kationty (+). Při průchodu proudu elektrolytem dochází ke změnám jeho složení jak u elektrod, tak v objemu. Transport v elektrolytu může být zprostředkován difúzí (pohyb vyvolaný gradientem koncentrace resp. aktivity daného iontu), migrací (pohyb iontů vyvolaný gradientem potenciálu v elektrolytu) nebo konvekcí (pohyb vyvolaný prouděním elektrolytu). Při transportu iontů musí být v každém objemu elektrolytu splněna podmínka stejného počtu kladných a záporných nábojů - podmínka elektroneutality. Pouze v těsné blízkosti povrchu elektrody, v tzv. dvojvrstvě, je přebytečný náboj v elektrolytu kompenzován stejným nábojem na povrchu elektrody. Transport elektricky nenabitých částic v elektrolytu (např. rozpuštěného kyslíku) není ovlivňován migrací, ale pouze difúzí a konvekcí. O změnách energie v průběhu elektrochemických reakcí, o hnací síle procesů a směru samovolných reakcí vypovídá termodynamika. Termodynamika tedy určuje podmínky, za kterých elektrochemické a tedy i korozní reakce mohou či nemohou probíhat. Je-li elektrochemická reakce termodynamicky možná, není však možno z termodynamických údajů stanovit rychlost této reakce [37; 39].

V rovnováze se na elektrodě ustavuje rovnovážný potenciál E_r . Potenciál elektrody (elektrodový potenciál) E je měřitelná veličina proti srovnávací (referenční) elektrodě. Standardní rovnovážné potenciály E_r^0 elektrochemických reakcí jsou tabelovány proti tzv. vodíkové elektrodě, pro kterou byla hodnota jejího rovnovážného potenciálu smluvně prohlášena za nulovou při všech teplotách [37].

K pochopení principů korozních procesů v elektrolytech je nezbytné přesně definovat vybrané termíny z oblasti elektrochemie [37]. Pojem „anoda katoda“ bývá často vysvětlován následující polopravdou: „Anoda je kladná elektroda, na které probíhá oxidace; Katoda je záporná elektroda, na které probíhá redukce“ [38]. Prof. Ing. Pavel Novák, CSc. z VŠCHT vysvětluje základní omyly z oblasti elektrochemické koroze kovů v literatuře [38].

Když se na kovové elektrodě ustaví rovnovážný nebo smíšený (samovolný korozní) potenciál, tak elektrodou žádný vnější proud neprochází, protože rychlost anodického děje (oxidace) je stejně velká, jako rychlost katodického děje (redukce). Rychlost uvolňování elektronů oxidační reakcí je stejně velká, jako rychlost spotřeby elektronů redukční reakcí. O anodě nebo katodě má smysl mluvit až v případě, když je taková elektroda vodičem elektronů spojena buď s jinou elektrodou v tomtéž elektrolytu, nebo je polarizována ze zdroje stejnosměrného proudu pomocí další pomocné elektrody. V prvním případě se jedná o samovolně fungující galvanický článek, ve druhém o článek elektrolytický (elektrolyzáru). Potenciál elektrody se pak v případě galvanického (bimetalického) článku posunuje k potenciálu připojené elektrody a v případě elektrolyzáru se potenciál mění podle toho, zda je elektroda připojena k plus nebo minus pólu zdroje. Tím dochází k polarizaci elektrody, v případě změny potenciálu kladným směrem se, pokud nedojde k pasivaci, urychluje anodický děj, zatímco se potlačuje děj katodický, a naopak. Při poměrně mírné polarizaci,

a o tu většinou při korozních procesech jde, se potlačovaný děj nezastaví, je pouze pomalejší než děj opačný. Oba děje (anodický i katodický) tedy probíhají jak na anodě, tak na katodě, ale různou rychlostí. Anodu charakterizuje převládající anodický (oxidační) děj, katodu, naopak, převládající děj katodický (redukční). Polarita elektrod je závislá na tom, zda pracuje článek samovolně (anoda je v tomto případě záporná), nebo se jedná o děj vynucený proudem z vnějšího zdroje (anoda bude v tomto případě kladná) a budou z ní nuceně odváděny elektrony. V souvislosti s průchodem proudu elektrolytem v člancích dochází k transportu iontů. Ke které z elektrod budou složky elektrolytu (anionty, resp. kationty) putovat (migrovat), se velmi často vysvětluje tím, že „kladně nabitý kation je přitahován na katodu, protože je záporně nabitá a záporně nabitý anion na anodu, protože je kladně nabitá“. To je ale nesprávné vysvětlení, protože kation jde ke katodě i v případě, že je v bimetalickém článku kladně nabitá a anion na anodu nabitou záporně. Skutečnou příčinou migrace iontů k elektrodám je pohyb do míst elektrolytu, kde je tendence k přebytku opačného náboje, což vyplývá z podmínky elektroneutality v elektrolytu. Anionty putují k anodě (ať je kladná nebo záporná), protože zde jsou v důsledku převládajícího anodického děje (oxidace) do elektrolytu dávkovány kationty, případně zde ubývají anionty a, naopak, kationty putují ke katodě, neboť je zde v elektrolytu tendence k přebytku záporného náboje z převládajícího katodického děje [38].

V rovnováze se na elektrodě ustavuje rovnovážný potenciál E_r , který je závislý na koncentraci elektroaktivních složek podle Nernstovy rovnice. Pro rovnovážné potenciály kovů podle rovnice $M \leftrightarrow M^{z+} + ze^-$ je pak [37]:

$$E_r = E_r^0 - \frac{RT}{zF} \ln \frac{1}{[M^{z+}]} \quad (3-1)$$

V Nernstově rovinici představuje E_r rovnovážný potenciál, R je molární plynová konstanta, T je absolutní teplota, z reprezentuje počet vyměněných elektronů při elektrochemické přeměně, F je Faradayova konstanta, $[M^{z+}]$ je koncentrace (aktivita) iontu kovu v roztoku a E_r^0 je standartní rovnovážný potenciál [37].

Rychlost elektrochemické reakce probíhající na elektrodě, při níž dochází ke změně oxidačního stupně složky, je možné vyjádřit elektrickým proudem. Látkovou bilanci elektrochemické přeměny ve vztahu k prošlému náboji podle spojených Faradayových zákonů elektrolyzy je tudíž definována následovně: Hmotnost látky spotřebované nebo vzniklé v soustavě je úměrná prošlému náboji a hmotnosti těchto látek jsou při průchodu proudu stejného náboje v poměru chemických ekvivalentů. Matematicky lze rychlost elektrochemické reakce probíhající na elektrodě vyjádřit Vztahem 3-2, kde m představuje hmotnost, τ je čas, (zlomek m/τ je roven rychlosti elektrochemické reakce), M je molární hmotnost a I je procházející proud. Pokud je vztažena změna hmotnosti na jednotku plochy, pak je procházející proud vyjádřen proudovou hustotou j [$A \cdot cm^{-2}$] [37; 39].

$$\frac{m}{\tau} = \frac{M \cdot I}{z \cdot F} \quad (3-2)$$

Zavádějící informací pro posuzování korozní odolnosti kovů je často tzv. Beketova (elektrochemická) řada rovnovážných potenciálů. Tato řada je sice měřítkem, jak snadno lze kov zoxidovat v aktivním stavu, ale jelikož je korozní odolnost většiny technických kovů založena na pasivovatelnosti, je poloha kovu v této řadě špatnou informací pro jeho korozní odolnost. Například titan je v Beketovově řadě podstatně méně ušlechtilý než železo [38].

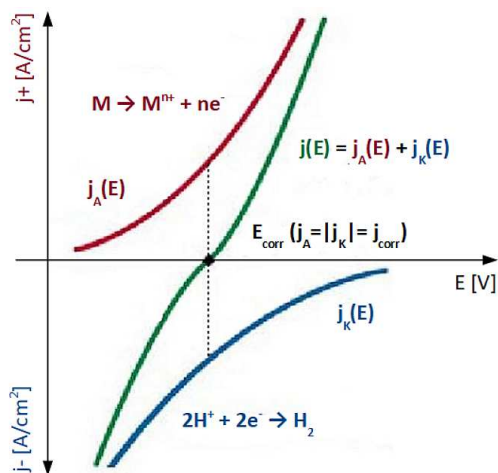
Dále je možné definovat kinetické aspekty korozních procesů, jejichž podmínkou je současná anodická i katodická reakce. Kinetické parametry mohou být vypočítány z tzv. Tafelových diagramů a z impedančních dat [40].

Důležitou veličinou je tzv. korozní potenciál E_{corr} , který je potenciálem smíšeným. Nejčastějším případem smíšeného potenciálu je tzv. samovolný korozní potenciál, který se ustavuje, probíhá-li současně anodická reakce (oxidace kovu) a reakce katodická (redukce některé složky nebo složek prostředí). Graficky je závislost samovolného korozního potenciálu E_{corr} na proudové hustotě j_{corr} znázorněna v Grafu 4 [37; 40].

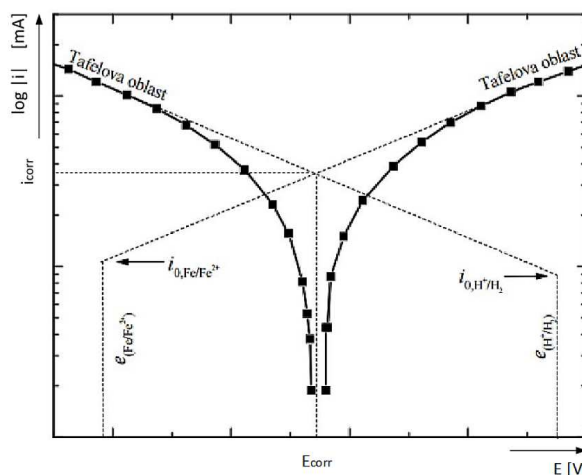
Korozní proudové hustotě také odpovídá, až na znaménko, proudová hustota katodické reakce (katodických reakcí). Elektroda s vysokou výměnnou proudovou hustotou (vysokou korozní rychlostí) je špatně polarizovatelná a naopak. Polarizovatelnost vypovídá lépe než potenciál o rychlosti reakcí a může z ní být odvozena, jinak přímo neměřitelná, korozní proudová hustota při samovolném korozním potenciálu [37].

Parciální anodický a katodický proud u smíšeného korozního potenciálu E_{corr} se nazývá korozní proud i_{corr} a souvisí s rychlostní konstantou elektrodové reakce [37; 40].

Korozní proud i_{corr} lze stanovit několika měřicími technikami (měřením polarizačních křivek, měřením elektrochemického šumu, atd.). Graficky vyjádřená naměřená polarizační křivka, představující závislost proudové hustoty na elektrodovém potenciálu, je v semilogaritmických souřadnicích v blízkosti korozního potenciálu zakřivená, při vyšších potenciálech má lineární průběh. Lineární oblast potenciodynamické polarizační křivky se nazývá Tafelova oblast a na příkladu polarizace železa je graficky znázorněna v Grafu 5 [41].



Graf 4: Samovolný korozní potenciál kovu korodujícího v aktivním stavu s katodickou reakcí vylučováním vodíku [37]



Graf 5: Experimentální polarizační křivka železa s vyznačením Tafelových oblastí [41]

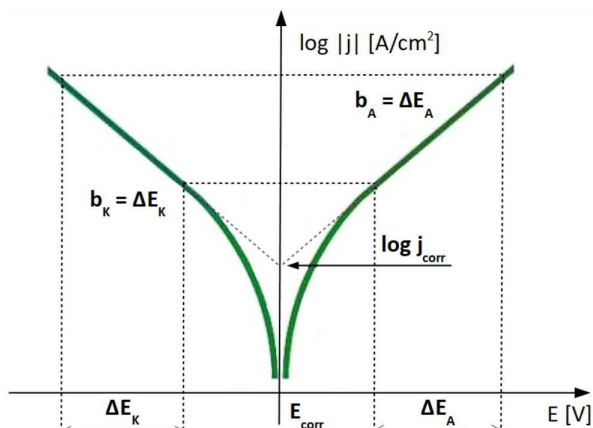
Z Tafelových diagramů jsou zjišťovány především směrnice Tafelových křivek b_A a b_K popisující obtížnost průběhu anodického a katodického děje. K odečtení hodnot pro výpočet Tafelových směrnic je nezbytná polarizace vzorku při napětí řádově o 100 mV vyšším, než je tomu při měření polarizačního odporu. Cílem je minimalizovat anodický nebo katodický děj pro umožnění odečtu Tafelových směrnic z anodické, příp. katodické části polarizační křivky. Z naměřených hodnot lze následně přímo určit proudovou hustotu a směrnice křivek odpovídající polarizaci potřebné pro navýšení proudové hustoty. Grafické znázornění odečtu hodnot pro určování Tafelových směrnic je uvedeno v Grafu 6 [42; 43].

Matematický vztah pro výpočet polarizačního odporu R_p [V] odpovídá převrácené hodnotě směrnice přímky lineární extrapolace [42]:

$$R_p = \frac{\Delta E}{\Delta j} \quad [V] \quad (3-3)$$

Následně je možné vypočítat korozní proudovou hustotu j_{corr} [$A \cdot cm^{-2}$] ze Stern-Gearyho rovnice (Vztah 3-4) [41]:

$$j_{corr} = \frac{B}{R_p} \quad [A \cdot cm^{-2}] \quad (3-4)$$



Graf 6: Příklad určování Tafelových směrnic [43]

Číselník B výše uvedeného Vztahu 3-4 je možné definovat pomocí následujícího matematického vyjádření (Vztah 3-5), jež přímo souvisí s polarizační křivkou v Grafu 6 [43].

$$B = \frac{b_A \cdot b_K}{[2,303 \cdot (b_A + b_K)]} \quad [V] \quad (3-5)$$

Hodnota polarizačního odporu R_p stanovená potenciodynamickou polarizací je využitelná pro výpočet korozní rychlosti za následujících předpokladů [43]:

- ▶ Korozní napadení je rovnoměrné.
- ▶ Korozní potenciál se při měření výrazně nemění.
- ▶ Při měření nedochází ke změně korozního mechanismu.
- ▶ Vedle korozní rychlosti nedochází k jiné anodické reakci.
- ▶ Ohmický odpor v soustavě je v porovnání s polarizačním odporem malý.

Výsledná korozní rychlost v_{corr} je stanovena dosazením Vztahu 3-4 do matematického vyjádření Faradayova zákona definovaného Vztahem 3-2 a přepočtem na jednotky [$\mu m \cdot rok^{-1}$] [39]:

$$v_{corr} = 3,27 \cdot \frac{j_{corr} \cdot M}{z \cdot \rho} \quad \left[\frac{\mu m}{rok} \right] \quad (3-6)$$

Konstanta 3,27 byla stanovena dle [39] pro přepočtení na výsledné jednotky korozní rychlosti v_{corr} [$\mu m \cdot rok^{-1}$]. Dále j_{corr} představuje proudovou hustotu [$A \cdot cm^{-2}$], M je molární hmotnost [g/mol]; z sumarizuje počet vyměněných elektronů při elektrochemické přeměně a ρ je měrná hmotnost slitiny [$g \cdot cm^{-3}$].

Jelikož omezený prostor rešeršní části předložené disertační práce nedovoluje věnovat se teorii elektrochemické koroze hlouběji, odkazuje se autorka disertační práce nyní na citační zdroje [39; 44; 45], ve kterých je problematika elektrochemické koroze popsána komplexně.

3.2 Korozní odolnost slitin na bázi niklu

Slitiny na bázi niklu představují v 21. století technicky významné materiály. Stejně tak jako čistý nikl, krystalizují niklové slitiny v mřížce kubické plošně centrované (fcc), která jim zajišťuje vynikající tažnost a tvárnost.

Niklové slitiny si zachovávají fcc mřížku i přes vysoké procento legujících prvků. Obecně jsou slitiny na bázi niklu svařitelné. Základní fyzikální vlastnosti niklu jsou uvedeny v Tab. 3.

Tab. 3: Fyzikální vlastnosti niklu [46]

Fyzikální vlastnost	Hodnota
Protonové číslo	28
Relativní atomová hmotnost	58,693
Teplota tavení	1455 °C
Teplota varu	2913 °C
Měrná hmotnost	8,903 g.cm ³ při 20 °C
Měrná hmotnost při teplotě tavení	7,81 g.cm ³
Specifické teplo	44 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹ při 20 °C
Tepelná vodivost	91 W.m ⁻¹ .K ⁻¹ při 20 °C
Elektrická vodivost	1,4.10 ⁷ S.m ⁻¹
Elektrický odpor	6,99.10 ⁻⁸ Ω.m při 20 °C

V přírodě se nikl vyskytuje jak ve své ryzí podobě, tak ve formě nerostů a rud. Perspektivním zdrojem niklu jsou především nerosty, např. oxid nikelnatý NiO, známý pod názvem bunsenit, obsahuje 78,58 % Ni.

Významný vliv na výsledné fyzikální, chemické i mechanické (a jejich vzájemné kombinace) vlastnosti niklových slitin má chemické složení. Níže jsou popsány vlivy vybraných chemických prvků, které zásadním způsobem ovlivňují konečné vlastnosti niklových slitin. Obecně pro legující prvky niklových slitin platí následující:

- ▶ **NIKL** – Jako chemický prvek je ideální pro formování základní matrice slitiny nejenom díky svým korozivzdorným schopnostem, ale také díky možnosti legování definovaným množstvím mědi, molybdenu, chromu, železa a titanu při zachování tvárnosti fcc krystalografické mřížky. Mezi další vlastnosti, které jsou díky niklu výrazně zlepšeny patří odolnost proti korozi pod napětím, odolnost proti působení žíravých látek a kyselině fluorovodíkové. Čistý nikl také vykazuje také vysokou odolnost při kontaktu s hydroxidem sodným [47].
- ▶ **MĚĎ** – Legování niklové slitiny mědí má za následek zvýšení odolnosti vůči působení kyseliny fluorovodíkové. Obsah mědi v rozmezí 1,5 ÷ 2,0 hm. % také zvyšuje resistenci niklové slitiny proti působení kyseliny sírové [47].
- ▶ **CHROM** – Chrom ovlivňuje korozivzdorné vlastnosti niklových slitin pasivací povrchu. Vzniklá pasivační vrstva chrání základní materiál před oxidací v okolní atmosféře. Chrom dále také substitučně zpevňuje tuhý roztok niklové slitiny [47].

- ▶ **NIOB** – Niob je přidáván jako legura do niklových slitin za účelem disperzního zpevnění jemnými koherentními γ' a γ'' precipitáty základní γ matrice niklu. Precipitační zpevnění γ' a γ'' fázemi má za následek zvýšení mechanických vlastností, odolnosti proti tečení a únavě. Pokud je niob umístěn v základní γ matici niklu, dochází ke zvýšení korozivzdorných vlastností. Za přítomnosti uhlíku a niobu jsou formovány NbC karbidy [48].
- ▶ **MOLYBDEN** – Přídavek molybdenu ve slitinách na bázi niklu vysoce zvyšuje resistenci proti působení některých chemických látek, jako je např. kyselina chlorovodíková. Je-li molybden použit při legování v kombinaci s chromem, výsledné slitiny vynikají svým aplikačním potenciálem (odolávají působení oxidačních i redukčních činidel, jsou odolné vůči chlorem způsobujícímu pittingu a štěrbinové korozi). Legování základní niklové matrice molybdenem rovněž substitučně zpevňuje fcc krystalografickou mřížku niklové slitiny [47].
- ▶ **TITAN** – Titan působí v niklových slitinách obdobně jako molybden. Často je legování titanem použito v kombinaci s molybdenem, což má za následek výrazně vyšší zpevnění tuhého roztoku, než v případě legování „pouze“ samostatným titanem nebo molybdenem [47].
- ▶ **ŽELEZO** – Hlavním důvodem legování niklových slitin železem je snižování nákladů na výrobu slitiny. Nicméně přísada železa má také vliv na zvýšení resistance vůči působení kyseliny sírové a dusičné o vysoké koncentraci. Tento benefit železa v niklových slitinách nebyl vědecky ještě zcela objasněn, nicméně se předpokládá, že železo vytváří na povrchu pasivační vrstvu, která pak chrání základní niklovou matici před koncentrovanými výše uvedenými kyselinami [47; 49].

Rozdělení slitin na bázi niklu

Niklové slitiny je možné dle jejich specifických vlastností rozdělit na 2 skupiny [47]:

- ▶ **Niklové slitiny odolné vůči vysokým teplotám ($T > 500$ °C) a korozi v suchém, popř. plynném prostředí** (tyto slitiny jsou v zahraniční literatuře označovány akronymem HRA – z anglického Heat Resistant Alloys nebo HTA – z anglického Heat Temperature Alloys) [49].
- ▶ **Niklové slitiny pro nízkoteplotní aplikace ($T < 500$ °C) s vysokou odolností proti korozi v kapalinách, popř. v atmosféře s vysokou vlhkostí** (tyto slitiny jsou v zahraniční literatuře označovány jako CRA, jež je akronymem anglického sousloví Corrosion Resistant Alloys) [47].

Naprostou většinu slitin na bázi niklu je možné zařadit buď do kategorie HRA nebo CRA. Nicméně existuje několik specifických slitin, které svými jedinečnými vlastnostmi splňují kritéria obou výše uvedených kategorií [49]. Nejznámějším a nejvýznamnějším takovýmto zástupcem je slitina Inconel 625 (dle UNS N06625), která se zároveň i díky svému vysokému aplikačnímu potenciálu v oblasti energetiky stala objektem pozorování a analýz experimentálního programu předložené disertační práce.

3.2.1 Mechanismus koroze Ni-Cr-Mo slitin

Stejně jako u ostatních kovových materiálů, korozní odolnost niklových slitin závisí na chemickém složení, mikrostruktuře a metalurgických podmínkách výroby v kombinaci s použitým expozičním prostředím. Obecně jsou niklové slitiny s přísadou chromu, molybdenu a železa náchylné k mezikrystalové korozi. Tento druh korozního napadení postupuje po hranicích zrn, kde jsou přednostně vyloučeny karbidy molybdenu nebo intermediální fáze molybdenu (μ fáze). Slučování atomů molybdenu s uhlíkem, popř. tvorba Lavesových fází, má za důsledek ochuzení okolní niklové matrice o molybden, což zvyšuje náchylnost slitiny k mezikrystalové korozi především v redukčním expozičním prostředí kyselin HCl a H₂SO₄. Při vystavení slitin na bázi niklu oxidačním účinkům kyselin (např. HNO₃), postupuje koroze přednostně po precipitačně vyloučených fázích molybdenu. Vysoký obsah molybdenu (od cca 7 hm %) ve slitině Ni-Cr-Mo zvyšuje odolnost slitiny proti pittingu a štěrbinové korozi. Legováním výše uvedené slitiny 3 ÷ 4 hm. % Nb dochází ke stabilizaci slitiny při svařování, čím se snižuje následné riziko mezikrystalového korozního napadení [39].

Dále jsou slitiny typu Ni-Cr-Mo náchylné ke vzniku korozních prasklin. Jedná se o typ korozního napadení, který začíná v místě lokální bodové koroze a úzce tedy souvisí s poruchou pasivační vrstvy. Ke koroznímu praskání dochází za současného působení mechanického napětí (tah) a korozně expozičního prostředí (nejčastěji na bázi chloru). Pro vznik korozních prasklin není vždy nutné vnější mechanické namáhání, ale postačuje přítomnost zbytkového tahového napětí v materiálu způsobeného např. tvářením za studena, nebo třískovým obráběním. Při korozním praskání dochází v materiálu ke vzniku trhlin, které se mohou šířit jak interkrystalicky, tak traskrystalicky [50].

V expozičním prostředí atmosféry vzduchu, vody i mořské vody, neutrální soli nebo alkalických médií bývá koroze Ni-Cr-Mo slitin na hranici detekce [51].

4 Experimentální program

Experimentální program předložené disertační práce je zaměřen na technologicko-materiálovou oblast procesu laserového navařování slitiny Inconel 625 na substrát z oceli S355J2 ve vazbě na korozní odolnost celého systému (S355J2 - Inconel 625). Experimentální program byl navržen v návaznosti na předchozí spolupráci Katedry materiálu a strojírenské metalurgie Západočeské univerzity v Plzni s průmyslovou společností MATEX PM, s.r.o. Během realizace experimentálního programu naneštěstí došlo k rozpadu spol. MATEX PM, s.r.o. na dva ekonomicky nezávislé subjekty a dokončení experimentálního programu na stávajícím zařízení bylo nereálné. Z tohoto důvodu byla experimentální část disertační práce zrealizována za pomoci Nového technologického výzkumného centra Západočeské univerzity v Plzni (Odbor Laserové technologie).

4.1 Popis experimentálního programu

Experimentální program byl navržen po zpracování úvodní, teoretické části předložené disertační práce. Z řešeršních činností vyplynula řada otázek a potenciálních objektů výzkumu, které reflektují současný stav poznání vědy v oblasti laserového navařování niklových slitin ve vazbě na korozní odolnost navařených povrchů.

Úvodní část experimentálního programu byla věnována jeho stručnému popisu, jsou zde definovány stanovené cíle a použité stroje, přístroje a zařízení, jejichž pomocí byla výzkumná oblast disertační práce naplněna. V návaznosti je uveden systém označování vzorků pro obě části experimentálního programu. Následuje popis základního materiálu (ocel S355J2) a přídatných materiálu (prášková směs EuTroLoy 16625.04 - slitina Inconel 625, a práškový molybden o vysoké čistotě).

Experimentální program byl rozdělen do 2 částí (viz. Kapitoly 5, 6).

První část experimentálního programu byla věnována laserovému navařování jednostopých návarů připravených za různých procesních podmínek nastavení laseru. Původní návrh spočíval ve vytvoření celkem 182 jednostopých laserových návarů, nicméně pouze 142 návarů bylo možné použít k analýzám a vyhodnocení. Zbylých 40 návarů bylo z experimentálního programu vyřazeno, neboť navržené kombinace výkonu laseru $P [W]$ a množství přídatného prášku na jednotku délky návaru $F/S [g/m]$ by poskytlo návary se sníženou jakostí (např. nedostatečná adheze návaru a substrátu, vysoký podíl nenataveného přídatného prášku na povrchu návaru, atd.). Z výsledných 142 laserem navařených jednostopých návarů byly připraveny příčné metalografické výbrusy, na nichž byly za pomoci světelného optického mikroskopu proměřeny základní geometrické charakteristiky návarů. Výsledné závislosti geometrických parametrů laserových návarů byly porovnány s výsledky publikovanými De Oliveirou v [25] a byly stanoveny logaritmické, exponenciální a lineární předpisy funkcí, popisující vztahy mezi:

- ▶ Výškou návaru $h [\mu m]$ a množstvím přídatného prášku na jednotku délky návaru $F/S [g/m]$.
- ▶ Podílem výšky návaru $h [\mu m]$ a hloubky závaru $b [\mu m]$ v závislosti na použitém výkonu laseru $P [W]$.
- ▶ Úhlem smáčivosti $\theta [^\circ]$ a podílem výkonu laseru $P [W]$ k množství přídatného prášku

na jednotku délky návaru F/S [g/m].

- ▶ Hloubkou závaru b [μm] a výkonem laseru P [W].

Dále byl v rámci první části experimentálního programu proveden výpočet promíšení laserového návaru se substrátem a to pomocí 4 odlišných definic zahrnující jak kompoziční, tak geometrický způsob kvantifikace promíšení. Jednotlivé metody výpočtu byly aplikovány na celkem 142 laserem navařených jednostopých návarů a každá metoda výpočtu promíšení byla zhodnocena z pohledu dosažených výsledků a možnosti uplatnění výpočtu v aplikační sféře. Závěr první části experimentálního programu byl věnován vzájemnému porovnání výsledků promíšení, kvantifikovaného pomocí 4 odlišných metod.

Druhá část experimentálního programu byla věnována komplexnímu posouzení korozivzdorných vlastností laserem navařené slitiny Inconel 625. V rámci experimentu bylo laserem navařeno celkem 15 vzorků na plochu o rozměrech 100 x 150 mm. Tloušťka substrátu z oceli S355J2 byla 50 mm. Substrát pro laserové navařování byl rozdělen na 3 série (každá po pěti vzorcích). Každá série vzorků byla laserem navařena za použití odlišných procesních parametrů, přičemž přídavný prášek pro laserové navařování byl před samotnou realizací povlakování dolegován 2 ÷ 8 hmotnostními % molybdenu. Jeden vzorek z každé série byl napovlakován pouze přídavným práškem EuTroLoy 16625.04 (slitina Inconel 625) bez přidaného molybdenu. U vybraných vzorků byla během laserového navařování měřena teplota čelní plochy substrátu pomocí termovizního systému. Povrch laserem navařených vzorků byl obroben frézováním s úběrem 200 μm pro dosažení užité výšky návaru. Jednotlivé vzorky byly následně naděleny pomocí vodního paprsku a podrobeny Korozní zkoušce v solné mlze, Cyklické korozní zkoušce, Potenciodynamické korozní zkoušce a dále pak doplňkovému metalografickému hodnocení a měření mikrotvrdosti.

Výzkumná část předložené disertační práce byla zakončena Kapitoulou 7 „Diskuse výsledků“, v níž jsou vzájemně propojeny výstupy z obou částí experimentálního programu a jsou zde popsány souvislosti mezi použitými procesními parametry laserového navařování, promíšením a korozivzdornými vlastnostmi laserem navařené slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu.

Kapitola 8 patří závěru disertační práce.

4.2 Cíle experimentálního programu

Cíle experimentálního programu korelují s cíli stanovenými pro řešení disertační práce a stejně tak jako experimentální program, bylo jejich plnění rozděleno do dvou vzájemně navazujících částí.

Pro experimentální program 1 byly na základě rešeršní činnosti stanoveny následující cíle:

- ▶ Kvantifikovat promíšení laserového návaru se substrátem u jednostopých laserových návarů za pomoci různých definic promíšení.
- ▶ Analyzovat geometrické charakteristiky jednostopých laserových návarů s ohledem na použité procesní parametry.

V rámci experimentálního programu 2 byly definovány následující cíle:

- ▶ Analyzovat vliv promíšení laserového návaru se substrátem na korozní odolnost návaru.
- ▶ Analyzovat proces přehřevu substrátu během laserového navařování a jeho vliv na promíšení laserového návaru se substrátem.
- ▶ Legovat komerčně distribuovaný prášek EuTroLoy 16625.04 od spol. Castolin Eutectic (Inconel 625) různým obsahem molybdenu s cílem zvýšit korozní odolnost laserových návarů.
- ▶ Testovat a vyhodnotit korozní odolnost laserového návaru Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu a s různým stupněm promíšení návaru a substrátu.
- ▶ Vyhodnotit, zda zvýšený obsah molybdenu v laserovém návaru Inconel 625 má vliv na posunutí možné hranice promíšení laserového návaru se substrátem k vyšším hodnotám, při zachování stejné korozní odolnosti návaru.
- ▶ Stanovit kritickou hranici promíšení laserového návaru a substrátu, při které návary Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu ztrácí korozní odolnost v daném prostředí.
- ▶ Blíže analyzovat Marangoniho efekt v závislosti na použitých procesních parametrech laserového navařování.
- ▶ Analyzovat vliv mezidendritické vzdálenosti ve struktuře laserového návaru na korozní odolnost návaru.
- ▶ Popsat strukturu laserového návaru.

4.3 Použité stroje, přístroje, zařízení

K realizaci experimentálního programu disertační práce byly použity stroje, přístroje a zařízení uvedené v Tab. 4. Označení stroje, přístroje či zařízení dle výrobce včetně bližší specifikace použití jsou rovněž součástí Tab. 4.

Tab. 4: Stroje, přístroje a zařízení, které byly použity v rámci realizace experimentálního programu disertační práce včetně uvedení oblasti využití

Oblast použití	Stroj, přístroj, zařízení	Označení stroje, přístroje, zařízení dle výrobce	Bližší specifikace - použití stroje, přístroje, zařízení
Laserové navařování	Laser	Trumpf TruDisc	Pevnolátkový, diskový laser Trumpf TruDisk 8002 s vlnovou délkou $\lambda=1030$ nm.
	Povlakovací hlava	Peritec YC52	Systém pro laserové povlakování, koaxiální, s 4 cestným vedením prášku.
	Podavač prášku	GTV PF 2/2 MH	Zařízení umožňující transfer přídavného prášku ze zásobníku do povlakovací hlavy.
Obrábění, rozřez vzorků	Vodní paprsek	WL 2830-2Z-Cobra-PJ60	Rozřez vzorků
Metalografie	Metalografická pila	Struers Discotom-6	Rozřez metalografických vzorků
	Lis metalografických vzorků	Struers CitoPress-10	Lisování metalografických vzorků
	Automatická bruska/leštička	Struers Tegramin-20	Broušení a leštění metalografických výbrusů
Světelná mikroskopie	Stereolupa	Nikon SMZ 800 s využitím softwaru Axiovision	Makroskopické zachycení laserových návarů
	Optický světelný mikroskop	Carl Zeiss Z1M s využitím softwaru Axiovision	Makroskopické a mikroskopické zachycení laserových návarů; měření mezidendritické vzdálenosti u laserových návarů
Elektronová mikroskopie, měření chemického složení pomocí EDX analýzy	Skenovací (řádkovací) elektronový mikroskop	Philips XL 30 ESEM	Mikroskopické zachycení struktury laserových návarů a hranice ztavení mezi laserovým návarem a substrátem. Hodnocení charakteru degradace povrchů návarů koroze. EDX analýza chemického složení laserových návarů v závislosti na promíšení návarek se substrátem; měření obsahu molybdenu v povrchových oblastech návarek; měření fázově odlišných oblastí od základní matrice niklového návarek.
	Skenovací (řádkovací) elektronový mikroskop	Tescan MIRA3 GMU	EDX analýza chemického složení přídavného prášku EuTroLoy 16625.04. EDX analýza rozložení chemických prvků v definovaných oblastech návarek.

Oblast použití	Stroj, přístroj, zařízení	Označení stroje, přístroje, zařízení dle výrobce	Bližší specifikace - použití stroje, přístroje, zařízení
Měření drsnosti povrchu	Optický světelný mikroskop	Carl Zeiss Z1M	Měření drsnosti povrchu vzorků před laserovým navařováním a před korozními testy.
	Etalon	Rugotest 1	Etalovová stupnice pro vizuální hodnocení drsnosti povrchu po frézování.
Měření makrotvrdomosti, mikrotvrdomosti	Tvrdoměr/ mikrotvrdoměr	Struers DuraScan 70 65	Měření makrotvrdomosti substrátu z oceli S355J2; měření mikrotvrdomosti laserových návarů.
Korozní zkoušky	Potenciostat	BioLogic SP-150	Měření korozního potenciálu laserových návarů s výslednou kvantifikací korozního úbytku v $\mu\text{m}/\text{rok}$.
	Korozní komora	Q-FOG – CCT 600	Testování korozní odolnosti laserových návarů Korozní zkouškou v solné mlze dle ČSN EN ISO 9227.
	Klimatická korozní komora	ClimaCORR 1000-TL FR	Testování korozní odolnosti laserových návarů v cyklicky teplotně proměnném prostředí.
Nedestruktivní metody testování	Ultrazvuk	Olympus EPOCH 1000i	Měření výšky laserového návaru.
	Termovizní kamera	FLIR A 615	Snímání teploty na čelní straně substrátu během laserového navařování

4.3.1 Specifikace zařízení laserového navařování

Technologická část experimentálního programu 1 zahrnující přípravu laserových návarů pro budoucí výzkum byla realizována na pracovišti NTC ZČU v Plzni. Zdrojem energie pro navařovací procesy byl pevnolátkový diskový laser Trumpf TruDisk 8002 s vlnovou délkou $\lambda = 1030 \text{ nm}$ a průměrem laserového svazku v ohnisku 3,4 mm. Přídavný prášek pro laserové navařování byl přiváděn z podavače prášku GTV PF 2/2 MH do koaxiální povlakovací hlavy Peritec YC52 s 4 cestným vedením prášku. V níže uvedené Tab. 5 jsou definovány procesní podmínky laserového navařování ve vztahu k experimentálnímu programu předložené disertační práce. Jako hnací a ochranný plyn byl použit argon o čistotě 99,99 %.

Tab. 5: Procesní parametry laserového navařování

Experimentální program	Procesní podmínky laserového navařování				
	Výkon laseru P [W]	Množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m]	Procesní rychlost navařování [cm/min]	Průtok hnacího plynu [l/min]	Průtok ochranného plynu [l/min]
Experimentální program 1	2000 - 5000	40 - 300	10	5	20
Experimentální program 2	2000 - 2750	80 -120	30	5	20

4.4 Značení vzorků pro účely disertační práce

Pro účely překládané disertační práce bylo zavedeno označování vzorků platné vždy pro dílčí část experimentálního programu. Značení vzorků bylo zvoleno s ohledem na technologické podmínky přípravy laserových návarů, množství vzorků a konkrétní druhy testů (měření), které byly v rámci realizace experimentálního programu provedeny.

4.4.1 Značení vzorků v rámci experimentálního programu 1

Označování vzorků v rámci experimentálního programu 1 bylo zavedeno ve shodě s použitými procesními parametry laserového navařování. Označování vzorků zahrnuje následující údaje:

- ▶ **E1** - experimentální program – část 1.
- ▶ **Výkon laseru** - hodnota výkonu laseru $P [W]$ použitého pro navaření vzorku.
- ▶ **Množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S [g/m]$.**

Příklad značení vzorků:

E1_2000/40 – Vzorek byl připraven v rámci experimentálního programu 1. Pro navaření byl použit výkon laseru 2000 W v kombinaci s přidáváním práškové směsi o celkové hmotnosti 40 g na 1 m délky návaru.

4.4.2 Značení vzorků v rámci experimentálního programu 2

Označování vzorků v rámci experimentálního programu 2 bylo zavedeno ve shodě s použitými procesními parametry laserového navařování. Označování vzorků zahrnuje následující údaje:

- ▶ **E2** - experimentální program – část 2.
- ▶ **Výkon laseru** - hodnota výkonu laseru $P [W]$ použitého pro navaření vzorku.
- ▶ **Množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S [g/m]$.**
- ▶ Hmotnostní % přidaného molybdenu.

Příklad značení vzorků:

E2_2000/120/4 – Vzorek byl připraven v rámci experimentálního programu 2. Pro navaření byl použit výkon laseru 2000 W v kombinaci s přidáváním práškové směsi o celkové hmotnosti 120 g na 1 m délky návaru. Přídavný prášek pro laserové navařování Inconel 625 byl před povlakováním obohacen 4 hmotnostními procenty molybdenu.

4.5 Charakteristika základního a přídatného materiálu

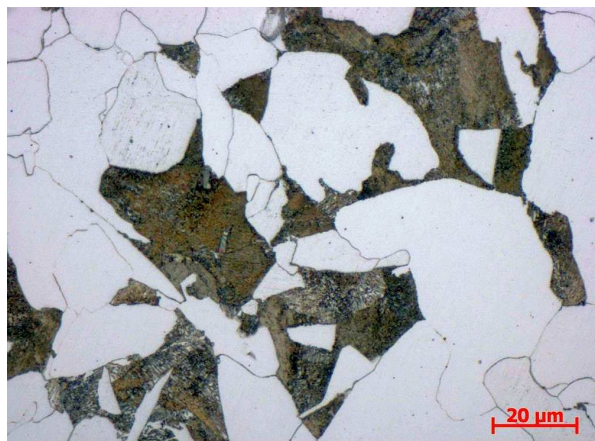
4.5.1 Ocel S355J2

Pro realizaci experimentálního programu předložené disertační práce byla jako základní materiál použita ocel S355J2 (Wr.N. 1.0577). Ocel S355J2 byla dodána distributorem hutního materiálu Feron, a.s. v 8 kusech pasoviny o rozměrech 50 x 100 x 1000 mm (v x š x d). Kupní cena oceli byla 29,8 Kč/kg (cena uvedena bez DPH). Jedná se o nelegovanou jakostní konstrukční ocel vhodnou ke svařování. Chemické složení oceli S355J2, uhlíkový ekvivalent a základní mechanické hodnoty jsou uvedeny v Tab. 6.

Tab. 6: Chemické složení, uhlíkový ekvivalent a základní mechanické hodnoty oceli S355J2 [52]

Chemické složení ocel S355J2 – obsah prvků v hmotnostních %				
C	Mn	Si	P	S
max. 0,22	max. 1,6	max. 0,55	max. 0,025	max. 0,025
Základní mechanické hodnoty			Uhlíkový ekvivalent	
R _{eH} [MPa]	R _m [MPa]	A _{min} [%]	CEV	
335	470-630	21	Max. 0,47	

Před samotnou realizací experimentálního programu byla provedena kontrola dodané oceli S355J2 pomocí metalografického hodnocení v příčném a podélném směru (viz. Obr. 24; 25). Byl stanoven podíl feritu/perlitu ve struktuře a to na 80/20 %. Dále byla změřena tvrdost povrchu dodaného polotovaru oceli S355J2. Měření tvrdosti dle Vickerse probíhalo ve shodě s normou ČSN 42 0374 při použitím zatížení 10 kgf (98 N). Výsledná tvrdost dodané pasoviny z oceli S355J2 byla 181 ± 9 HV 10.



Obr. 24: Příčný řez ocelí S355J2; feriticko-perlitická struktura; leptáno Nital 3 %; zvětšeno 500 x



Obr. 25: Podélný řez ocelí S355J2; feriticko-perlitická struktura; leptáno Nital 3 %; zvětšeno 500 x

Následně bylo provedeno oboustranné broušení povrchu oceli S355J2 na magnetické brusce. Cílem broušení bylo získat rovnoběžné plochy substrátu a minimalizovat tak negativní vliv vlnitosti povrchu na jakost laserem navařených experimentálních vzorků. Kontrola drsnosti povrchu po broušení byla provedena vizuálně pomocí Rugotestu 1 a byla vyhodnocena na Ra 1,6.

4.5.2 Inconel 625

Jako přídatný materiál pro laserové navařování byla zvolena niklová slitina Inconel 625. Přídatný materiál ve formě práškové směsi byl dodán nadnárodní korporací Messer Eutectic Castolin spol. s.r.o. pod obchodním názvem EuTroLoy 16625.04. Celkem bylo dodáno 8 kg práškové směsi v hodnotě 1628 Kč/kg (cena uvedena bez DPH).

Pro slitinu Inconel 625 jsou charakteristické především její mechanické vlastnosti, které si zachovává v širokém rozmezí teplot – od kryogenních až po cca 870 °C [53]. Obecně je slitina Inconel 625 využívána v leteckém průmyslu, chemickém, petrochemickém a lodním průmyslu [54]. Uvedený široký rozsah aplikačního potenciálu slitiny Inconel 625 souvisí především vysokou odolností proti korozi v kyselině sírové, chlorovodíkové, fluorovodíkové, fosforečné a dusičné, dále pak v organických kyselinách, louzích a solích a v neposlední řadě vyniká Inconel 625 vysokou odolností proti korozi v mořské vodě. Z konkrétních aplikací jsou to např. hořáky, plynové turbíny a součásti výfukových civilních i vojenských proudových motorů, dále pak nádoby, potrubí a výměníky tepla, atd.

Chemické složení přídatného prášku Inconel 625 spolu s údaji o výrobcem deklarované tvrdosti a granulometrii prášku jsou uvedeny v Tab. 7. Jelikož výrobce přídatného prášku již neposkytuje údaje o základních mechanických hodnotách laserem navařené slitiny Inconel 625, byly tyto informace převzaty z údajů poskytnutých spol. Bibus Metals s.r.o. [54; 55] – viz. Tab. 8).

Tab. 7: Chemické složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625); doplňující údaje o prášku deklarované výrobcem [53]

Chemické složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) – obsah prvků v hmotnostních %				
Cr	Mo	Fe	Nb	C
21,00	9,00	3,00	3,00	0,05
Doplňující údaje o prášku deklarované výrobcem				
Min. Tvrdost HV 30 (pro D = 0 %)	Průměrná Tvrdost HV 30 (pro D = 5 %)	Teplotní odolnost návaru vůči oxidaci za vysokých teplot [°C]	Průměr částic přídatného prášku [μm]	Měrná hmotnost prášku [g/cm ³]
180	210	870	50 - 150	8,44

Tab. 8: Mechanické hodnoty slitiny Inconel 625 za normálních a zvýšených teplot [54; 55]

Mechanické hodnoty při T=20 °C				Mechanické hodnoty za zvýšených teplot
Rm [MPa]	Rp _{0,2} [MPa]	A [%]	HV	Rm _T * [MPa]
865	448	50	200	260

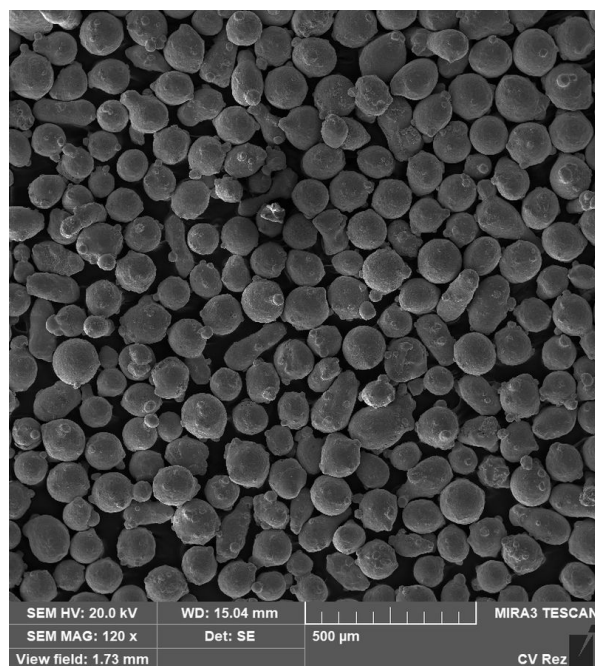
* 1000 h při 700 – 760 °C

U dodaného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) byla před realizací experimentálního programu provedena kontrola chemického složení využitím EDX analýzy na SEM. Výsledné hodnoty chemického složení jsou uvedeny v Tab. 9. Při akceptování nejistoty zvolené metody měření chemického složení jsou dosažené výsledky ve shodě s údaji o chemickém složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 poskytnutými výrobcem.

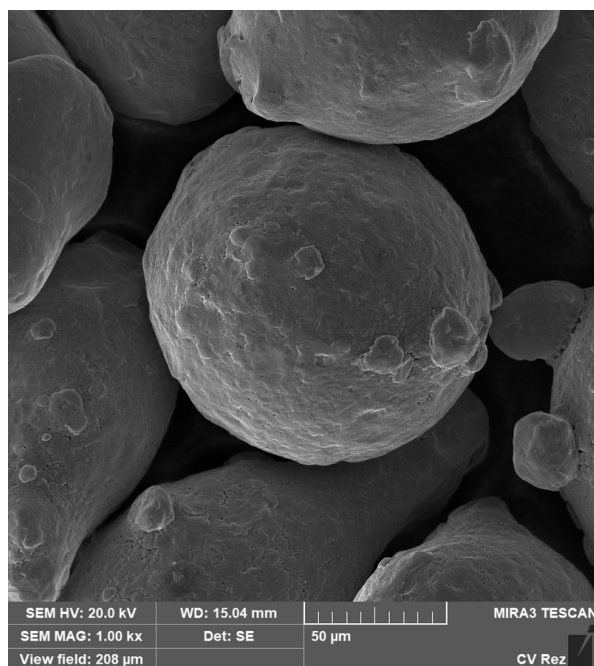
Tab. 9: Chemické složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) měřeného pomocí EDX analýzy

EDX analýza chemického složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) – obsah prvků v hmotnostních %				
Cr	Mo	Fe	Nb	Ni
23,20	7,50	0,50	2,50	66,30

Na Obr. 26; 27 je zachycen přídatný prášek pro laserové navařování Eutroloy 16625.04 pomocí SEM. Pozorované částice jsou pravidelného kulovitého tvaru s granulometrií odpovídající údajům deklarovaným výrobcem.



Obr. 26: Přídatný prášek pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04; SEM; SE; zvětšeno 120 x



Obr. 27: Přídatný prášek pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04; detail kulovité částice; SEM; SE; zvětšeno 1000 x

4.5.3 Molybden

Jedním z cílů předložené disertační práce bylo stanovit vliv obsahu molybdenu v laserovém návaru Inconel 625 na jeho korozní odolnost a dále pak ve vazbě na technologické podmínky procesu navařování. V rámci experimentálního programu 2 byl přídatný prášek pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 dodatečně legován molybdenem. Molybden byl dodán distributorem laboratorního zařízení a chemických látek Maneko spol. s.r.o. Výrobcem práškového molybdenu o vysoké čistotě byla spol. Alfa Aesar. Cena dodaného molybdenu byla 13 284 Kč/kg (cena uvedena bez DPH). Chemické složení dodaného molybdenu spolu s údajem o zrnitosti prášku jsou uvedeny v Tab. 10.

Tab. 10: Chemické složení přídatného molybdenu; průměr částic přídatného prášku [56]

Chemické složení práškového molybdenu – obsah prvků v hmotnostních %		Průměr částic přídatného prášku [µm]
Mo	Fe	
99,7	0,3	3 – 7

5 Experimentální program 1

Experimentální program 1 předložené disertační práce byl navržen s ohledem na získání co do kvantity optimálního souboru množství dat, které byly následně použity ke sledování vzájemných závislostí procesních parametrů laserového navařování na geometrických charakteristikách navařených housenek a k vyhodnocení stupně promíšení laserových návarů se substrátem pomocí výpočtů definovaných v Kapitole 2.2.1. Pro účely této disertační práce byly pro přehlednost jednotlivé způsoby výpočtu promíšení označeny shodně, jako v Kapitole 2.2.1, tedy: **METODA A; METODA B; METODA C; METODA D.**

Experimentální program 1 byl zaměřen pouze na realizaci jednostopých laserových návarů a byl rozdělen do několika vzájemně navazujících procesů (úkonů):

- ▶ Definování procesních parametrů technologie laserového navařování, stanovení fixních a volitelných parametrů navařování. Vytvoření teoretického modelu použitých procesních parametrů navařování s logickou vzájemnou závislostí.
- ▶ Definování rozměrů základního materiálu pro potřeby experimentálního programu 1, rozmístění jednotlivých housenek na čelních plochách substrátu, nákup experimentálního materiálu (substrát z oceli S355J2 + přídatný prášek EuTroLoy 16625.04 – Inconel 625), úprava ploch pro navařování broušením.
- ▶ Realizace laserového navařování na pracovišti NTC ZČU v Plzni.
- ▶ Rozřez vzorků, příprava metalografických výbrusů.
- ▶ Proměření geometrických charakteristik laserem navařených housenek.
- ▶ Stanovení závislostí použitých procesních parametrů navařování na geometrických charakteristikách připravených housenek.
- ▶ Výpočet promíšení laserového návaru se substrátem dle **METOD A; B; C; D**, zhodnocení kladných a záporných aspektů každé metody výpočtu promíšení.
- ▶ Závěr experimentálního programu 1 – shrnutí výstupů. Zhodnocení smyslu výpočtu promíšení jako ukazatele jakosti laserového návaru.

5.1 Definování procesních podmínek laserového navařování

Výchozím bodem pro experimentální program 1 bylo vytvoření teoretického modelu maximálního počtu vzorků (pro $v = konst.$), které by mohly být připraveny s ohledem na limity zařízení pro laserové navařování (např. maximální otáčky podavače přídatného prášku) a na fyzikální vlastnosti substrátu a přídatného materiálu (např. teplota tavení). Z výše uvedených důvodů byla stanovena velmi nízká rychlost pro navařování $v = 10$ cm/min. Teoretický model navržených kombinací procesních parametrů (pro $v = konst.$) je uveden v Tab. 11 a obsahuje ve své finální podobě celkem 182 variací P versus F/S . Dle teoretického modelu mělo být tedy v první části experimentálního programu připraveno celkem 182 jednostopých laserových návarů. V zahraniční literatuře tento postup bývá označován pod názvem „process window“

a slouží jako úvodní část výzkumu pro navazující rozsáhlejší experimenty na předních vědeckých pracovištích (např. experimentální programy disertačních prací [25]).

Již před samotnou realizací laserového navařování vzorků bylo nemyslitelné, aby veškeré teoreticky navržené kombinace výkonu laseru a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru, vedly k formování aplikačně využitelných (popř. vědecky zajímavých) jednostopých návarů. V Tab. 11 jsou červeně vyznačeny kombinace procesních parametrů, které nebyly zahrnuty do realizace experimentálního programu 1. Laserové navařování neprovozuschopných návarů, jejichž promíšení se substrátem například dosahuje hodnot až 80 %, popř. naopak návarů jejichž povrch tvoří částice částečně nataveného přídavného materiálu, představuje pro experiment ekonomicky neadekvátní zátěž s nulovým vědeckým přínosem.

Skutečný počet jednostopých laserových návarů připravených v rámci experimentálního programu 1 byl tedy 142.

Variabilními procesními parametry pro laserové navařování byly výkon laseru $P [W]$ a množství přídavného prášku na jednotku délky návaru $F/S [g/m]$. Za fixní parametry byly zvoleny procesní rychlost navařování v $[cm/min]$ a průtok argonu jako hnacího a ochranného plynu (viz. Tab. 5).

Tab. 11: Označování vzorků v rámci experimentálního programu 1 ve vazbě na použité procesní parametry laserového navařování

Výkon laseru P [W]	Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m]													
	40	60	80	100	120	140	160	180	200	220	240	260	280	300
2000	E1_2000/40	E1_2000/60	E1_2000/80	E1_2000/100	E1_2000/120	E1_2000/140	E1_2000/160	E1_2000/180	E1_2000/200	E1_2000/220	E1_2000/240	E1_2000/260	E1_2000/280	E1_2000/300
2250	E1_2250/40	E1_2250/60	E1_2250/80	E1_2250/100	E1_2250/120	E1_2250/140	E1_2250/160	E1_2250/180	E1_2250/200	E1_2250/220	E1_2250/240	E1_2250/260	E1_2250/280	E1_2250/300
2500	E1_2500/40	E1_2500/60	E1_2500/80	E1_2500/100	E1_2500/120	E1_2500/140	E1_2500/160	E1_2500/180	E1_2500/200	E1_2500/220	E1_2500/240	E1_2500/260	E1_2500/280	E1_2500/300
2750	E1_2750/40	E1_2750/60	E1_2750/80	E1_2750/100	E1_2750/120	E1_2750/140	E1_2750/160	E1_2750/180	E1_2750/200	E1_2750/220	E1_2750/240	E1_2750/260	E1_2750/280	E1_2750/300
3000	E1_3000/40	E1_3000/60	E1_3000/80	E1_3000/100	E1_3000/120	E1_3000/140	E1_3000/160	E1_3000/180	E1_3000/200	E1_3000/220	E1_3000/240	E1_3000/260	E1_3000/280	E1_3000/300
3250	E1_3250/40	E1_3250/60	E1_3250/80	E1_3250/100	E1_3250/120	E1_3250/140	E1_3250/160	E1_3250/180	E1_3250/200	E1_3250/220	E1_3250/240	E1_3250/260	E1_3250/280	E1_3250/300
3500	E1_3500/40	E1_3500/60	E1_3500/80	E1_3500/100	E1_3500/120	E1_3500/140	E1_3500/160	E1_3500/180	E1_3500/200	E1_3500/220	E1_3500/240	E1_3500/260	E1_3500/280	E1_3500/300
3750	E1_3750/40	E1_3750/60	E1_3750/80	E1_3750/100	E1_3750/120	E1_3750/140	E1_3750/160	E1_3750/180	E1_3750/200	E1_3750/220	E1_3750/240	E1_3750/260	E1_3750/280	E1_3750/300
4000	E1_4000/40	E1_4000/60	E1_4000/80	E1_4000/100	E1_4000/120	E1_4000/140	E1_4000/160	E1_4000/180	E1_4000/200	E1_4000/220	E1_4000/240	E1_4000/260	E1_4000/280	E1_4000/300
4250	E1_4250/40	E1_4250/60	E1_4250/80	E1_4250/100	E1_4250/120	E1_4250/140	E1_4250/160	E1_4250/180	E1_4250/200	E1_4250/220	E1_4250/240	E1_4250/260	E1_4250/280	E1_4250/300
4500	E1_4500/40	E1_4500/60	E1_4500/80	E1_4500/100	E1_4500/120	E1_4500/140	E1_4500/160	E1_4500/180	E1_4500/200	E1_4500/220	E1_4500/240	E1_4500/260	E1_4500/280	E1_4500/300
4750	E1_4750/40	E1_4750/60	E1_4750/80	E1_4750/100	E1_4750/120	E1_4750/140	E1_4750/160	E1_4750/180	E1_4750/200	E1_4750/220	E1_4750/240	E1_4750/260	E1_4750/280	E1_4750/300
5000	E1_5000/40	E1_5000/60	E1_5000/80	E1_5000/100	E1_5000/120	E1_5000/140	E1_5000/160	E1_5000/180	E1_5000/200	E1_5000/220	E1_5000/240	E1_5000/260	E1_5000/280	E1_5000/300

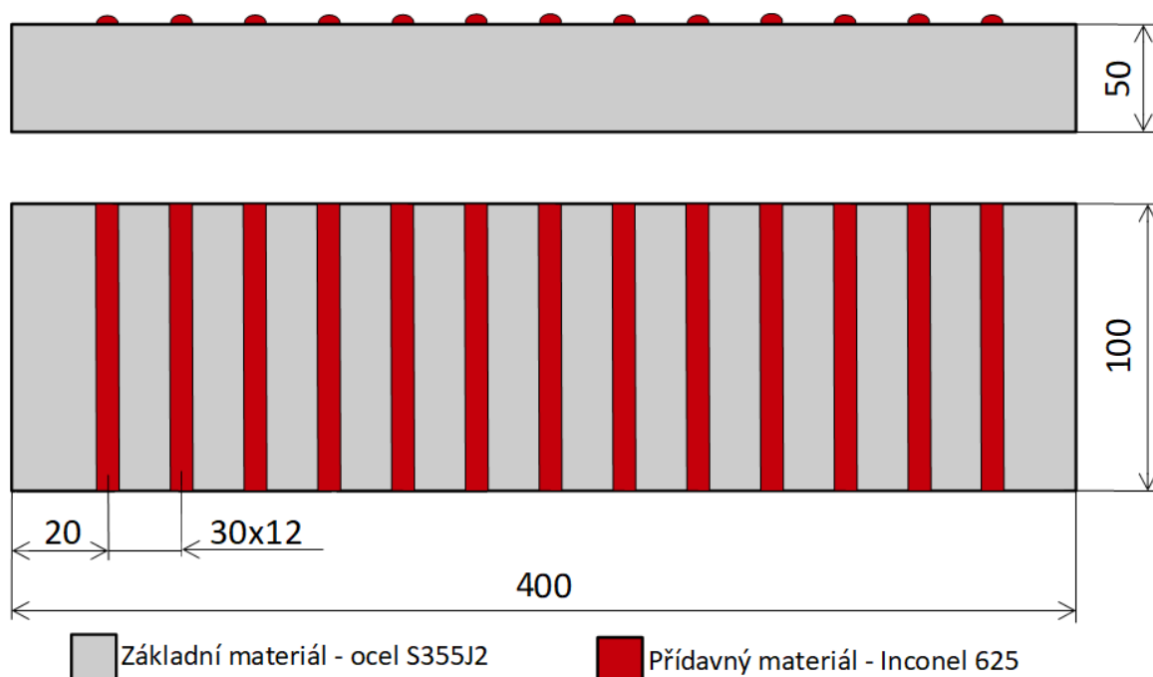
5.2 Příprava základního a přídavného materiálu pro laserové navařování

Bližší specifikace základního materiálu z oceli S355J2 a přídavného prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) byla uvedena v Kapitole 4.5.1 a 4.5.2.

Substrát z oceli S355J2, jež byl pro účely předložené disertační práce nakoupen

v pasovině o rozměrech 50 x 100 x 1000 mm, byl nadělen na 400 mm dlouhé kusy vzorků, které byly před realizací laserového navařování broušeny na horizontální magnetické brusce. Broušeny byly protilehlé plochy substrátu o rozměrech 100 x 400 mm. Po broušení následovalo očištění a odmaštění povrchu. Uvedeným postupem bylo připraveno celkem 7 kusů substrátu. Díky zvolené vysoké 50-ti mm tloušťce základního materiálu, bylo k navařování jednostopých návarů možné použít obě protilehlé broušením upravené plochy, aniž by docházelo k významnému tepelnému ovlivnění již navařených housenek. Na jeden kus substrátu bylo tedy možné oboustranně navařit celkem 13 x 2 jednostopých návarů. Právě počet 13 vzorků představuje jeden sloupec předem definovaných kombinací procesních parametrů z Tab. 11.

Schematické znázornění včetně definování základních rozměrů substrátu a rozmístění housenek na ploše základního materiálu je uvedeno na Obr. 28.



Obr. 28: Schematické znázornění rozmístění jednostopých laserových návarů na povrchu substrátu připravených v rámci experimentálního programu 1

5.3 Realizace laserového navařování

Samotné laserové navařování bylo provedeno ve spolupráci Katedry materiálu a strojírenské metalurgie s Novým technologickým centrem (obě instituce jsou součástí ZČU v Plzni). Bližší specifikace zařízení pro laserové navařování byla uvedena v Kapitole 4.3.1. Detailní popis procesních parametrů použitých v rámci Experimentálního programu 1 předložené disertační práce byl popsán v Kapitole 5.1. Celkem bylo připraveno 142 jednostopých laserových návarů Inconel 625 na substrátu z oceli S355J2.

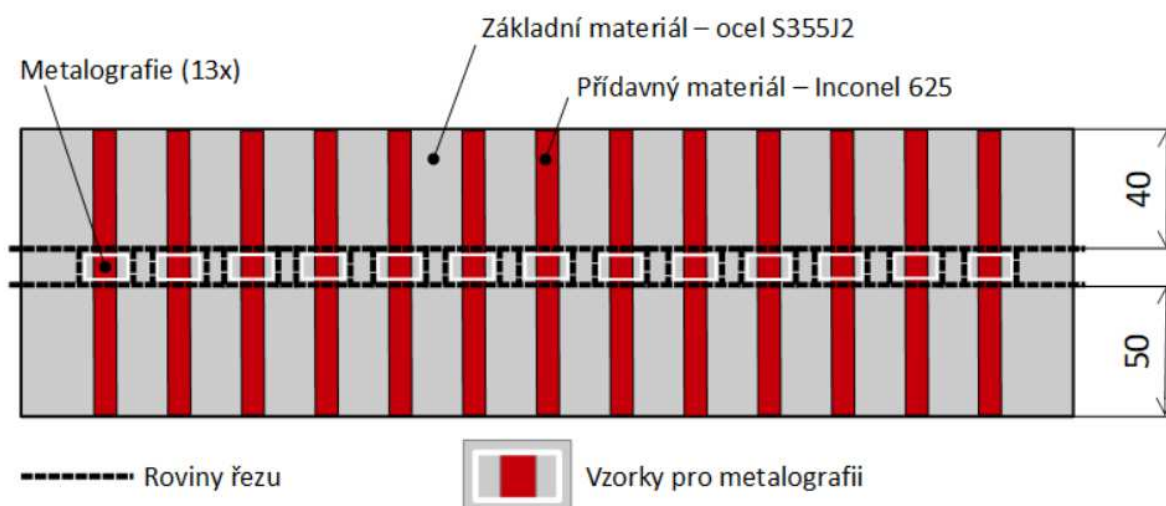
5.4 Metalografická analýza

Po ukončení procesu laserového navařování následoval příčný rozřez experimentálního materiálu na pásové pile. Podélné řezy, které umožnily preparaci vzorků laserových návarů

pro metalografické pozorování, byly následně realizovány na metalografické pile Struers Discotom-6. Roviny řezů včetně definování oblastí, ze kterých byly vzorky pro metalografické pozorování odebrány, jsou schematicky znázorněny na Obr. 29.

Následně byly připravené vzorky zalisovány využitím lisu metalografických vzorků Struers Citopress-10. Broušení a leštění metalografických výbrusů bylo provedeno na automatické brusce/leštičce Struers Tegramin-20. K broušení a leštění laserových návarů Inconel 625, připravených v rámci experimentálního programu 1 předložené disertační práce, byly využity především empirické zkušenosti řešitelky disertační práce. Uvádění podrobného seznamu volby leštících plátů v kombinaci s diamantovou leštící emulzí považuje autorka disertační práce za bezpředmětné, neboť při přípravě vzorků nebyly použity žádné nové revoluční postupy, ale minulostí a praxí osvědčené metody. Příprava metalografických výbrusů niklové slitiny Inconel 625 patří k běžným dovednostem středně pokročilé metalografické obsluhy.

V rámci experimentálního programu 1 bylo připraveno celkem 142 metalografických výbrusů.



Obr. 29: Schéma rozřezu experimentálních vzorků

Ke zviditelnění materiálové struktury laserových návarů Inconel 625 byl povrch vzorků naleptán roztokem chemických látek, obecně známých pod obchodním označením Adler. Chemické složení leptacího roztoku je uvedeno v Tab. 12.

Tab. 12: Chemické složení chemického roztoku - Adler [57]

Chemická látka, roztok	Obsah chemické látky v leptacím roztoku
Destilovaná H ₂ O	75 ml
HCl	150 ml
FeCl ₃ x H ₂ O	45 ml
Nh ₄ NO ₃	9 g

Po naleptání povrchů laserových návarů byly s využitím světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M a softwaru Axiovision pořízeny makrosnímky jednotlivých návarů. V Příloze 1 jsou přehledně uvedeny jednotlivé makrosnímky laserových návarů ve vazbě na použité procesní parametry navařování. Uspořádání makrosnímků v Příloze 1 bylo koncipováno totožně s Tab. 11.

Následně bylo provedeno měření geometrických charakteristik jednotlivých housenek

dle Obr. 6 [2]. Měřena byla šířka návaru w [μm], výška návaru h [μm], závar b [μm] a úhel smáčivosti θ [$^\circ$]. Příklad měření geometrických parametrů u vzorku E1_2750/40 je zachycen na Obr. 30. Naměřená data jsou přehledně uvedena v Příloze 2.



Obr. 30: E1_2750/40; měření geometrických charakteristik pomocí SM; leptáno; zvětšeno 50 x

5.5 Analýza geometrických charakteristik laserových návarů

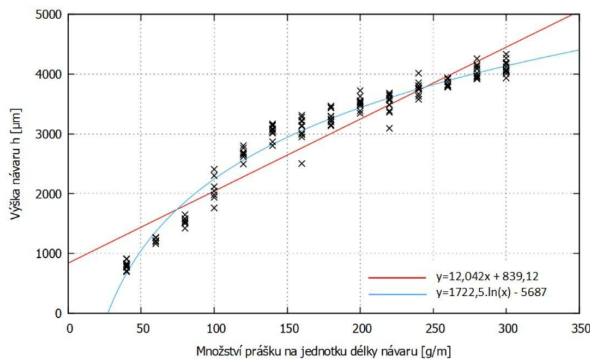
Kapitola 5.5 disertační práce byla zpracována na základě analýzy souboru dat s údaji o geometrických charakteristikách jednostopých laserových návarů, připravených v rámci experimentálního programu 1. Jako vstupní hodnoty byly použity: šířka laserového návaru w [μm], výška návaru h [μm], závar b [μm] a úhel smáčivosti θ [$^\circ$] (viz. Příloha 2). Výše uvedená data byla hodnocena ve vazbě na použité procesní parametry laserového navařování.

Analýzou geometrických charakteristik housenek v závislosti na procesních parametrech laserového navařování se zabýval již např. De Oliveira v [25], který stanovil předpisy průběhu lineárních funkcí pro definované veličiny (viz. Tab. 2). Jelikož experiment provedený De Oliveirou byl realizován na kontinuálním 2 kW Rofin Sinar ND:YAG laseru s koaxiálním uspořádáním, s laserovým paprskem s „top-hat“ energetickým uspořádáním a průměrem laserového svazku v ohnisku $d = 3,2$ mm, bylo v rámci experimentálního programu 1 ověřeno, zda je možné lineární funkce závislostí (Tab. 2) aplikovat i na laserové návary připravené při výkonu laseru $P > 2\text{kW}$ na pevnolátkovém diskovém laseru Trumpf TruDisk 8002.

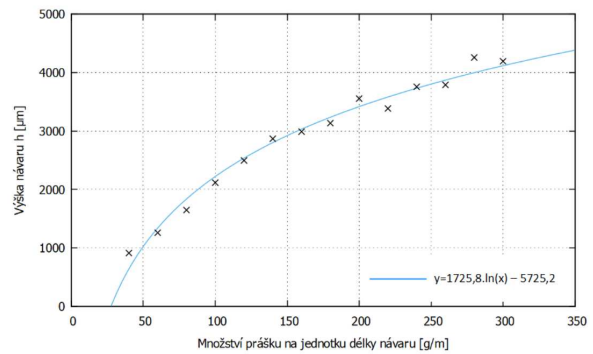
Zvláštní pozornost zde byla věnována hodnotě závaru b [μm] a jeho vztahu k výšce laserového návaru h [μm] a výkonu laseru P [W]. Právě na poměru mezi h/b [-] jsou založeny definice promíšení dle kol. autorů Song, B., Hussain, B., Voisey, K. T. v [19] (kvantifikace promíšení – **METODA C**) a dle kol. autorů Wu, Guo [21] (kvantifikace promíšení – **METODA D**). Vzájemná závislost hodnoty závaru b [μm] k ostatním geometrickým parametrům laserového návaru a k procesním parametrům laserového navařování má dle autorky disertační práce zásadní vliv na stupeň promíšení, ať už je kvantifikován pomocí jakékoliv geometrické definice.

Zjištěné funkční závislosti byly graficky zobrazeny s využitím softwaru Gnuplot 5.2.

Nejprve byla provedena analýza závislosti výšky návaru h [μm] na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m] (Viz. Graf 7).



Graf 7: Závislost výšky návaru h na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S ; porovnání korelace **lineární** a **logaritmické** funkce s analyzovanými daty; koeficient korelace lineární fce $R=0,95$; koeficient korelace logaritmické fce $R=0,98$



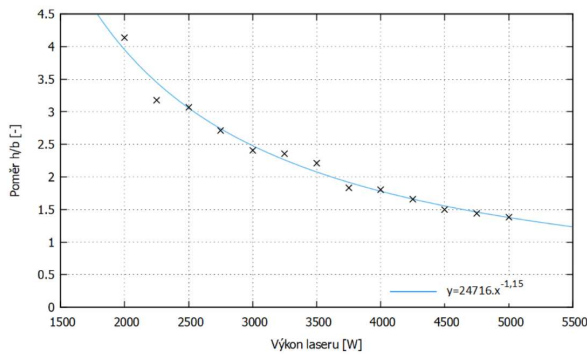
Graf 8: Logaritmická závislost výšky návaru h na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S ; koeficient korelace fce $R=0,99$; $P=2000\text{ W}$

Dle výsledku publikovaných De Oliveirou v [25] je výška laserového návaru h lineárně závislá na poměru F/S při koeficientu korelace výsledků $R = 0,96$. Pokud jsou získaná a v Grafu 7 uvedená data proložena lineární funkcí $y = 12,042x + 839,12$, odchylují se od křivky s hodnotou koeficientu korelace $R = 0,95$. Matematicky lze hodnoty v Grafu 7 přesněji vystihnout pomocí logaritmické funkce $y = 1722,5 \cdot \ln(x) - 5687$. Zde je pak koeficient korelace $R = 0,98$ (viz. modrá křivka v Grafu 7). Nelinearita průběhu závislosti výšky návaru h na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S byla s vysokou pravděpodobností způsobena vyšším použitým poměrem F/S a s tím i souvisejícím výkonem laseru $P > 2\text{ kW}$, než v případě experimentu De Oliveiry. Autorka disertační práce se domnívá, že závislost výšky návaru h na poměru F/S může vykazovat odlišný průběh (lineární i nelineární) v jednotlivých oblastech křivky. Podobnou situaci je např. závislost hloubky prokalení v závislosti na použitém výkonu laseru. Při zvyšování podílu výkonu laseru a rychlosti pohybu laserového paprsku P/S dochází zpočátku k lineárnímu nárůstu hodnoty hloubky prokalení. Při určité hodnotě P/S je lineární trend zvyšující se hloubky prokalení zastaven a dochází k rozšiřování zakalené stopy směrem do stran. Příčinou je snadnější odvod tepla po povrchu substrátu, než směrem do jádra. Podobná situace pravděpodobně nastává nejenom při tepelném ovlivňování substrátu směrem do jádra (technologie laserového povrchového kalení), ale i při utváření nového povrchu nad základní materiál (laser navařování).

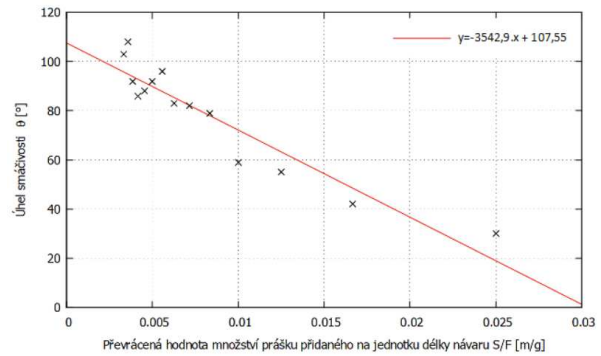
Logaritmický průběh závislosti h na F/S byl duplicitně ověřen pro konstantní výkon laseru $P = 2000\text{ W}$ (viz. Graf 8, koeficient korelace $R = 0,99$).

De Oliveira dále v [25] popírá závislost mezi použitým výkonem laseru P a výškou návaru h . V ideálním případě by měla být energie laserového svazku aplikovaná na jednotku délky návaru $E1$ rovna energii nutné k natavení přídavného prášku a povrchu substrátu $E2$ (opět na jednotku délky návaru). Je-li však $E1 > E2$ dochází vlivem nadbytečné interakce laserového paprsku s formovaným povrchem návaru ke snížení výšky návaru h , což má za následek nárůst šířky laserového návaru a hodnoty záváru b . Použitý výkon laseru P tedy přímo souvisí s výškou laserového návaru h a závarem b .

V Grafu 9 je zobrazena závislost mezi poměrem h/b a výkonem laseru P prezentovaná exponenciálním průběhem funkce $y = 24716 \cdot x^{-1,15}$. Koeficient korelace výsledků byl stanoven na $R = 0,99$.



Graf 9: Exponenciální průběh závislosti podílu výšky návaru a hloubky závaru h/b na výkonu laseru P ; koeficient korelace $R = 0,99$; $F/S = 300$ [g/m]

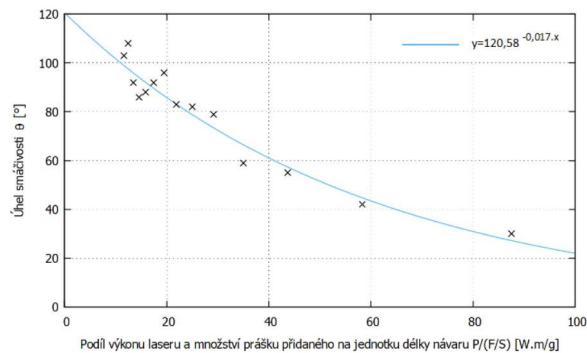


Graf 10: Lineární průběh závislosti úhlu smáčivosti θ na poměru rychlosti laserového navařování a množství přidávaného prášku na 1 m délky návaru; koeficient korelace $R = 0,94$; $P = 3500$ W

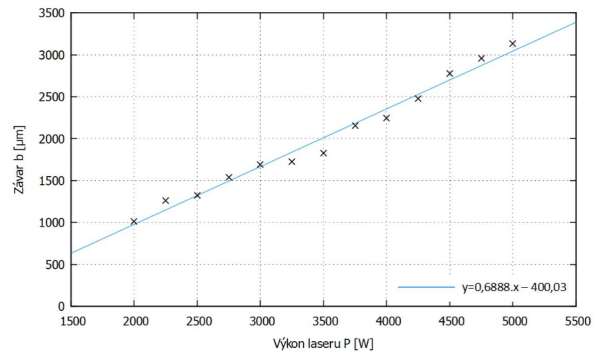
Dále byla pozornost věnována úhlu smáčivosti θ jako $f(P, F, S)$. Hodnota úhlu smáčivosti θ [°] představuje úhel mezi rovinou povrchu substrátu a tečnou povrchu laserového návaru v bodě, kde se stýká laserový návar se substrátem a okolní atmosférou. Hodnotu úhlu smáčivosti θ [°] je možné klasifikovat do dvou intervalů. První interval představuje $\theta (0:90)$, druhým intervalem je pak $\theta (90:180)$. Pokud je naměřená hodnota úhlu smáčivosti $\theta > 90^\circ$ jedná se o nesprávně technologicky definovaný proces.

De Oliveira opět popisuje závislost úhlu smáčivosti θ jako lineární ve vztahu k převrácenému poměru množství přidávaného prášku na jednotku délky návaru, tedy k S/F [m/g]. Koeficient korelace výsledků lineární průběhu funkce byl stanoven v [25] na $R = 0,90$. Lineární průběh funkce $y = 3542,9 \cdot x + 107,55$ dle De Oliveiry je znázorněn v Grafu 10.

Autorka disertační práce se domnívá, že pokud je výška návaru funkcí výkonu laseru, musí vykazovat i úhel smáčivosti závislost na použitém výkonu laseru (úhel smáčivosti je samozřejmě ovlivňován i dalšími faktory, jako např. viskozita vzniklé tavné lázně, teplotní gradient umožňující solidifikaci návaru, atd...). Nejlépe popisuje úhel smáčivosti θ vazba na použitý výkon laseru P podělený množstvím prášku na jednotku délky návaru F/S . Závislost úhlu smáčivosti je následně možné popsat exponenciální funkcí. Experimentálně byl tento postup ověřen na stanovení θ jako $f(P, S, F)$ pro $P = 3500$ W. Graficky je tato závislost znázorněna v Grafu 11. Koeficient korelace výsledků byl stanoven na $R = 0,98$.



Graf 11: Exponenciální průběh závislosti úhlu smáčivosti θ na $P/(F/S)$; pro $P = 3500$ W; koeficient korelace $R = 0,98$; $y = 120,58e^{-0,017x}$



Graf 12: Lineární průběh hodnoty závaru v závislosti na použitém výkonu laseru P ; pro $F/S = 300$ g/m; koeficient korelace $R = 0,99$; $y = 0,6888x - 400,03$

Posledním sledovaným parametrem byla hodnota závaru b jako $f(P, S, F)$. Experimentálně bylo ověřeno, že hodnota závaru b vykazuje lineární závislost na použitém výkonu laseru P . Lineární funkce proložená body grafu koreluje s dosaženými výsledky s $R = 0,99$ (viz. Graf 12).

5.6 Výpočet promíšení

5.6.1 Kompoziční definice promíšení (METODA A)

Matematický výpočet pro stanovení hodnoty promíšení dle G. Brucka [20] (**METODA A**) je uveden ve Vztahu 5-1.

$$D = \frac{\rho_p(X_d - X_p)}{\rho_s(X_s - X_d) + \rho_p(X_d - X_p)} \times 100 \quad [\%] \quad (5-1)$$

Měření chemického složení laserového návaru Inconel 625 v rámci experimentálního programu 1 bylo provedeno na Řádkovacím elektronovém mikroskopu Tescan MIRA3 GMU s využitím EDX analyzátoru. Energetická spektra byla nabírána při konstantních předem definovaných podmínkách: urychlovací napětí 20 kV; doba 300 s, plocha náběru spektra 1000 x 100 μm (umístění obdélníkové plochy pro odběr energetického spektra na příčném řezu návarem je schematicky vyznačeno na Obr. 31).

Naměřené hodnoty obsahu chemických prvků v návaru vzorku E1_2000/40 jsou uvedeny v Tab. 13.

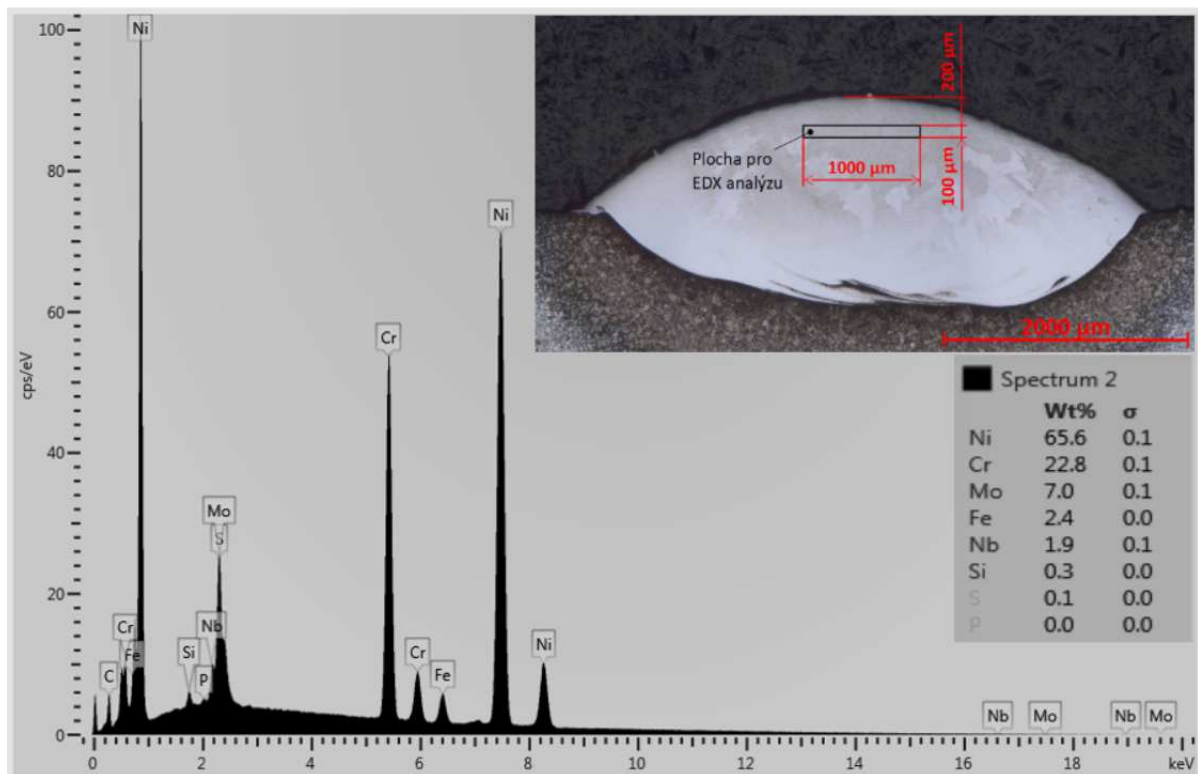
Tab. 13: Chemické složení laserového návaru vzorku E1_2000/40 měřené pomocí EDX analýzy chemického složení na SEM

Chemické složení laserového návaru měřené pomocí EDX analýzy – obsah prvků v hmotnostních %					
Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Si
65,6	22,8	7,0	1,9	2,4	0,3

Jelikož výpočet stupně promíšení dle **METODY A** zahrnuje ve své definici i údaje o chemickém složení substrátu, bylo s využitím optické emisní spektroskopie GDO-ES stanoveno chemické složení základního materiálu z oceli S355J2. Celkem bylo na základním materiálu provedeno 5 měření chemického složení a výsledné hodnoty včetně směrodatné odchylky měření jsou sumarizovány v Tab. 14.

Tab. 14: Chemické složení substrátu z oceli S355J2 měřené pomocí GDO-ES analýzy (aritmetický průměr z pěti měření včetně uvedení směrodatné odchylky měření)

Chemické složení substrátu měřené pomocí GDO-ES analýzy včetně směrodatné odchylky měření – obsah prvků v hmotnostních %				
C	Mn	Si	P	S
0,20 ± 0,01	1,35 ± 0,3	0,61 ± 0,15	0,02 ± 0,01	0,03 ± 0,01



Obr. 31: EDX analýza chemického složení návaru E1_2000/40; umístění plochy pro náběr energetického spektra; příčný řez návarem; leptáno; zvětšeno 50 x

Příklad výpočtu promíšení molybdenu dle **METODY A** pro vzorek 1E_2000/40:

$$D_{Mo} = \frac{8,44(7,0 - 9)}{7,8(0 - 7,0) + 8,44(7,0 - 9)} \times 100 \text{ [%]} \quad (5-2)$$

$$D_{Mo} = 24 \text{ [%]}$$

Do výpočtového Vztahu 5-2 byly dosazeny následující proměnné:

- ▶ $\rho_p = 8,44 \text{ g/cm}^3$ [39] (ρ_p představuje měrnou hmotnost nataveného přídavného prášku Euroloy 16625.04 pro laserové navařování (slitina Inconel 625).
- ▶ $\rho_s = 7,8 \text{ g/cm}^3$ [52] (ρ_s je měrná hmotnost substrátu z oceli S355J2).
- ▶ $X_d = Mo_d = 9,0 \text{ %}$, $X_p = Mo_p = 7,0 \text{ %}$, $X_s = Mo_s = 0 \text{ %}$ (Mo_p , Mo_d a Mo_s představují procentuální obsah molybdenu v hmotnostních procentech v přídavném prášku, laserovém návaru a v substrátu (viz. Tab. 7; 13; 14).

Obdobným způsobem bylo u vzorku E1_2000/40 stanoveno promíšení chromu (viz. Vztah 5-3).

$$D_{Cr} = \frac{8,44(22,8 - 21,0)}{7,8(0 - 22,8) + 8,44(22,8 - 21)} \times 100 \text{ [%]} \quad (5-3)$$

$$D_{Cr} = -9 \text{ [%]}$$

V následující Tab. 15 jsou uvedeny výsledné hodnoty promíšení pro jednotlivé chemické prvky v návaru Inconel 625 u vzorku E1_2000/40. Výpočet promíšení pro chemické prvky Ni; Fe; Nb a Si byl proveden obdobným způsobem, jako výše popsané výpočty promíšení Mo a Cr.

Tab. 15: Promíšení laserového návaru Inconel 625 u vzorku E1_2000/40 stanovené dle **METODY A** - definice promíšení dle G.Brucka [20]

Promíšení laserového návaru se substrátem pro vybrané chemické prvky [%]					
Ni	Cr	Mo	Fe	Nb	Si
-8	-9	24	-1	25	56

Výsledné hodnoty promíšení by měly spadat do intervalu od 0 % do 100 %. Hodnoty promíšení, které neleží v uvedeném intervalu, není možné považovat za platné. Pro vzorek E1_2000/40 byly tedy výpočtem stanoveny celkem 3 neplatná měření promíšení, konkrétně $D_{Ni} = -8 \%$, $D_{Cr} = -9 \%$, $D_{Fe} = -1 \%$. Záporná hodnota výsledků je zapříčiněna lokálně detekovaným vyšším obsahem příslušného chemického prvku, který v oblasti měření chemického složení EDX analýzou překročil obsah daného prvku v přidávném prášku. Nejedná se o chybu měření, nýbrž o chemickou heterogenitu laserových návarů, kterou je možné vysvětlit obdobným způsobem jako dendritické odmišení. Při tuhnutí likvidu se okolí zárodku heterogenní nukleace ochuzuje o chemický prvek, který je součástí hlavní osy dendritu. Při růstu vedlejších dendritických os je pak jejich chemické složení ochuzené o daný prvek. Dalším vysvětlením je možnost vzniku karbidů, precipitátů nebo intermediálních fází, které jsou rovněž bohaté na určité chemické prvky. Např. Mo se ve vazbě s Fe může za určitých podmínek vyskytovat ve formě Lavesovy fáze Fe_2Mo . Jelikož nelze popsat tuhnutí laserových návarů s využitím rovnovážných binárních a ternárních diagramů, lze se bez provedení TEM, a RTG difrakce pouze domnívat, jaké fáze jsou v laserovém návaru Inconel 625 přítomny. Bez ohledu na jejich časovou stabilitu.

Výsledné platné hodnoty promíšení byly stanoveny pro chemické prvky Mo; Nb a Si. Zatímco promíšení Mo a Nb bylo výpočtem stanoveno na $D_{Mo} = 24 \%$, $D_{Nb} = 25 \%$, u Si byl zaznamenán více než 100 % nárůst hodnoty promíšení ($D_{Si} = 56 \%$). Lze se pouze domnívat, zda je tento nesoulad v naměřených a vypočtených hodnotách způsoben nedokonalostí výpočtové **METODY A**, nebo zda mají hlavní vliv na promíšení fyzikální vlastnosti jednotlivých chemických prvků jako je například relativní atomová hmotnost (viz. níže uvedená Tab. 16). Prvky jako Mo a Nb o vyšší relativní atomové hmotnosti jsou díky své tíze vytaveny vyššímu působení gravitační síly. Nicméně při tuhnutí svarové lázně laserových návarů se uplatňují termodynamické zákony a zákony proudění kapalin, tudíž se nelze spoléhat na pouhou aplikaci gravitačního zákona. Autorka předložené disertační práce připisuje tento široký rozptyl naměřených výsledků promíšení u Mn; Nb a Si zejména hodnotě obsahu detekovaného prvku. Se zvyšujícím se obsahem EDX analýzou detekovaného prvku dochází aplikací výpočtového vztahu **METODY A** ke snižování možné chyby výsledné hodnoty promíšení.

Tab. 16: Atomová hmotnost Mo, Nb, Si [59]

Relativní atomová hmotnost		
Mo	Nb	Si
95,94	92,91	28,09

Zhodnocení metody výpočtu promíšení (**METODA A**):

- ✓ Kvantifikace promíšení dle **METODY A** reflektuje změnu koncentrace vybraného chemického prvku v oblasti povrchu návaru a v jádře substrátu ve vazbě na měrnou hmotnost přidávaného prášku a substrátu.
- ✓ **METODA A** umožňuje filtrování vybraného chemického prvku (např. prvku utvářející pasivační vrstvu anebo naopak prvku, jež je součástí korozních produktů slitiny v exponovaném prostředí).
- ✗ **METODA A** nedefinuje (a to ani související citační zdroje) způsob měření chemického složení laserového návaru a substrátu.
- ✗ **METODA A** nedefinuje (a to ani související citační zdroje) rozměr a umístění zvolené plochy pro stanovení chemického složení laserového návaru.
- ✗ **METODA A** nezahrnuje ve svém výpočtu měrnou nebo relativní atomovou hmotnost vybraného prvku, pro něž je promíšení kvantifikováno.
- ✗ **METODA A** nerespektuje rozdíl v měrné hmotnosti jednotlivých chemických prvků. Dle gravitační síly působí na částice s vyšší měrnou hmotností vyšší gravitační síla než na částice o nižší měrné hmotnosti.
- ✗ **METODA A** zanedbává termodynamické jevy a turbulentní proudění svarové lázně a jeho zákony.
- ✗ Kvantifikace promíšení dle **METODY A** je založena pouze na jednom měření. **METODA A** neposkytuje prostor pro opakování měření chemického složení a stanovení směrodatné odchylky měření.
- ✗ V případě lokální zvýšené koncentrace jednotlivého chemického prvku nebo skupiny prvků (karbidy, precipitáty, intermediální fáze) může být obsah měřeného prvku vyšší, než jeho objemová koncentrace (viz. výpočet promíšení Ni; Cr a Fe). Aplikací výpočtového vztahu **METODY A** je pak výsledek z oblasti záporných čísel.
- ✗ Pro každý chemický prvek, který je detekován v laserovém návaru, je možné stanovit hodnotu promíšení dle **METODY A**. Otázkou je pak způsob interpretace souboru hodnot promíšení a nalezení vyššího principu přenosu získaných hodnot do aplikační sféry.
- ✗ Časová náročnost.

Závěr:

Dle kompoziční definice promíšení laserového návaru se substrátem definovaného G. Bruckem v citačním zdroji [20] bylo výpočtem dle Vztahu 5-1 **METODA A** stanoveno promíšení na základě změny koncentrace molybdenu, niobu a křemíku v povrchové vrstvě návaru a v substrátu pro vzorek E1_2000/40 - dosažené hodnoty promíšení jsou následující: $D_{Mo} = 24 \%$; $D_{Nb} = 25 \%$; $D_{Si} = 56 \%$. Kvantifikace promíšení pro prvky Ni; Cr a Fe přinesla neplatný výsledek. Jelikož stanovení promíšení dle **METODY A** je časově náročné

(1 vorek = 20 min měření obsahu chemického složení + příprava metalografického výbrusu a leptání vzorku), byla tato kompoziční definice použita pouze na vzorek E1_2000/40. Měření ostatních vzorků z experimentální části 1 s využitím **METODY A** bude předmětem dalšího postdoktorandského výzkumu autorky předložené disertační práce.

5.6.2 Geometrická definice promíšení (METODA B)

Výpočet geometrické definice promíšení dle G. Brucka [20], **METODA B**, je založen na podílu plochy přetaveného substrátu k celkové ploše laserového návaru a substrátu. Měření ploch bylo provedeno za pomoci světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M s využitím softwaru Axiovision. Na Obr. 32; 33 jsou zachyceny ohraničené plochy přetaveného substrátu a návaru u vzorku E1_2000/40, které byly použity pro výpočet promíšení dle **METODY B**. Výpočtový vztah (Vztah 5-4) pro kvantifikaci promíšení s využitím **METODY B** je pak uveden následovně:

$$D = \frac{\text{plocha 2}}{\text{plocha 1} + \text{plocha 2}} \times 100 \text{ [%]} \quad (5-4)$$



Obr. 32: E1_2000/40; definování „Plochy 1“ pro výpočet promíšení



Obr. 33: E1_2000/40; definování „Plochy 2“ pro výpočet promíšení

Pro laserový návar E1_2000/40 je výsledná hodnota promíšení dána prostým dosazením hodnot *Plochy 1*, *Plochy 2* do Vztahu (5-4):

$$D = \frac{2475521}{2910712 + 2475521} \times 100 \text{ [%]} \quad (5-5)$$

$$D = 46 \text{ [%]}$$

Výše uvedená **METODA B** výpočtu promíšení laserového návaru se substrátem byla aplikována na celkem 142 vzorků, připravených v rámci experimentálního programu 1. V Příloze 3 jsou uvedena zdrojová data (naměřené plochy), sloužící k výpočtu promíšení dle **METODY B**. Výsledné hodnoty promíšení jsou pak uvedeny v Tab. 17; 18.

Tab. 17: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; promíšení bylo stanovené výpočtem dle **METODY B**; rozsah dat pro výkon laseru $P = 2000 - 5000 \text{ W}$ a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S = 40 - 160 \text{ g/m}$

Výkon laseru P [W]		Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m]						
		40	60	80	100	120	140	160
2000	Označení vzorku	E1_2000/40	E1_2000/60	E1_2000/80	E1_2000/100	E1_2000/120	E1_2000/140	E1_2000/160
	Promíšení [%]	46	44	35	32	23	21	20
2250	Označení vzorku	E1_2250/40	E1_2250/60	E1_2250/80	E1_2250/100	E1_2250/120	E1_2250/140	E1_2250/160
	Promíšení [%]	48	41	40	36	25	22	22
2500	Označení vzorku	E1_2500/40	E1_2500/60	E1_2500/80	E1_2500/100	E1_2500/120	E1_2500/140	E1_2500/160
	Promíšení [%]	54	44	44	40	29	27	27
2750	Označení vzorku	E1_2750/40	E1_2750/60	E1_2750/80	E1_2750/100	E1_2750/120	E1_2750/140	E1_2750/160
	Promíšení [%]	57	47	41	41	32	29	35
3000	Označení vzorku	E1_3000/40	E1_3000/60	E1_3000/80	E1_3000/120	E1_3000/120	E1_3000/160	E1_3000/180
	Promíšení [%]	62	46	42	40	34	31	31
3250	Označení vzorku	E1_3250/40	E1_3250/60	E1_3250/80	E1_3250/100	E1_3250/120	E1_3250/140	E1_3250/160
	Promíšení [%]	69	48	39	44	38	33	33
3500	Označení vzorku	E1_3500/40	E1_3500/60	E1_3500/80	E1_3500/100	E1_3500/120	E1_3500/140	E1_3500/160
	Promíšení [%]	63	48	42	38	39	35	33
3750	Označení vzorku	E1_3750/40				E1_3750/120	E1_3750/140	E1_3750/160
	Promíšení [%]	66	x	x	x	40	37	37
4000	Označení vzorku	E1/4000/40					E1/4000/140	E1/4000/160
	Promíšení [%]	69	x	x	x	x	40	39
4250	Označení vzorku	1E_4250/40					1E_4250/140	1E_4250/160
	Promíšení [%]	70	x	x	x	x	43	41
4500	Označení vzorku	1E_4500/40						
	Promíšení [%]	70	x	x	x	x	x	x
4750	Označení vzorku							
	Promíšení [%]	x	x	x	x	x	x	x
5000	Označení vzorku							
	Promíšení [%]	x	x	x	x	x	x	x

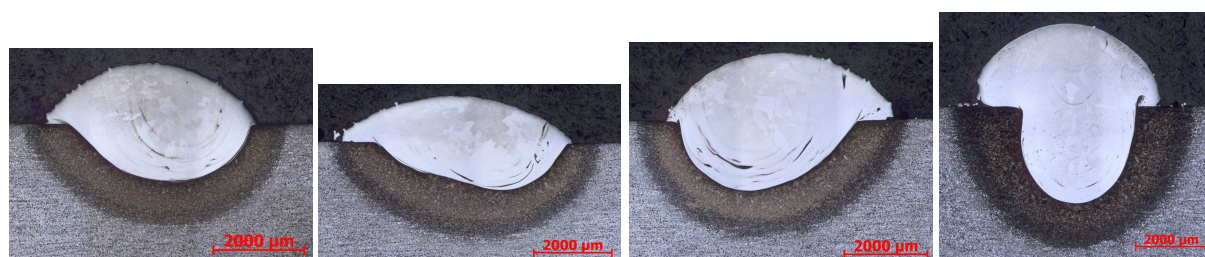
Tab. 18: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; promíšení bylo stanovené výpočtem dle **METODY B**; rozsah dat pro výkon laseru $P = 2000 - 5000 \text{ W}$ a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S = 180 - 300 \text{ g/m}$

Výkon laseru P [W]		Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m]						
		180	200	220	240	260	280	300
2000	Označení vzorku	E1_2000/180	E1_2000/200	E1_2000/220	E1_2000/240	E1_2000/260	E1_2000/280	E1_2000/300
	Promíšení [%]	18	14	15	12	11	8	10
2250	Označení vzorku	E1_2250/180	E1_2250/200	E1_2250/220	E1_2250/240	E1_2250/260	E1_2250/280	E1_2250/300
	Promíšení [%]	22	16	15	15	14	11	13
2500	Označení vzorku	E1_2500/180	E1_2500/200	E1_2500/220	E1_2500/240	E1_2500/260	E1_2500/280	E1_2500/300
	Promíšení [%]	23	17	19	15	16	13	14
2750	Označení vzorku	E1_2750/180	E1_2750/200	E1_2750/220	E1_2750/240	E1_2750/260	E1_2750/280	E1_2750/300
	Promíšení [%]	26	22	22	17	17	14	15
3000	Označení vzorku	E1_3000/180	E1_3000/200	E1_3000/220	E1_3000/240	E1_3000/260	E1_3000/280	E1_3000/300
	Promíšení [%]	28	23	30	20	18	16	17
3250	Označení vzorku	E1_3250/180	E1_3250/200	E1_3250/220	E1_3250/240	E1_3250/260	E1_3250/280	E1_3250/300
	Promíšení [%]	30	26	25	21	21	18	18
3500	Označení vzorku	E1_3500/180	E1_3500/200	E1_3500/220	E1_3500/240	E1_3500/260	E1_3500/280	E1_3500/300
	Promíšení [%]	31	28	27	23	24	19	19
3750	Označení vzorku	E1_3750/180	E1_3750/200	E1_3750/220	E1_3750/240	E1_3750/260	E1_3750/280	E1_3750/300
	Promíšení [%]	34	31	28	24	25	22	22
4000	Označení vzorku	E1/4000/180	E1/4000/200	E1/4000/220	E1/4000/240	E1/4000/260	E1/4000/280	E1/4000/300
	Promíšení [%]	36	34	31	26	26	24	22
4250	Označení vzorku	E1_4250/180	E1_4250/200	E1_4250/220	E1_4250/240	E1_4250/260	E1_4250/280	E1_4250/300
	Promíšení [%]	36	35	33	28	29	26	24
4500	Označení vzorku	x	E1_4500/200	E1_4500/220	E1_4500/240	E1_4500/260	E1_4500/280	E1_4500/300
	Promíšení [%]		37	36	32	33	29	27
4750	Označení vzorku	x	x	x	E1_4750/240	E1_4750/260	E1_4750/280	E1_4750/300
	Promíšení [%]				32	34	30	29
5000	Označení vzorku	x	x	x	x	x	E1_5000/280	E1_5000/300
	Promíšení [%]						34	30

Stanovení promíšení laserového návaru se substrátem využitím geometrické definice dle G. Brucka [20], **METODA B**, na první pohled poskytuje hodnoty promíšení, které zcela očekávaně vykazují níže uvedené závislosti:

- ▶ Se vzrůstajícím výkonem laseru P dochází, při zachování konstantního poměru F/S , k nárůstu hodnot promíšení.
- ▶ Se vzrůstajícím poměrem F/S dochází, při použití konstantního výkonu laseru P , ke snižování výsledné hodnoty promíšení.

Ačkoliv se výsledné hodnoty promíšení, stanovené dle **METODY B**, pohybují po křivkách očekávaných závislostí, následně hodnocené vazby promíšení versus geometrické parametry navařených housenek (především hloubka závaru b a úhel smáčivosti θ) nekorespondují s předpokládanými výsledky. Stejně tak, jako jsou si rovny plochy čtverce o straně $a = 2$ mm a obdélníka o stranách $a = 1$ mm, $b = 4$ mm, poskytuje **METODA B** totožné výsledky hodnot promíšení pro zcela odlišné charakteristiky laserem navařených housenek. Ukázkovými příklady jsou např. vzorky E1_2000/60; E1_2500/60; E1_2500/80 a E1_3250/100, které spojuje konstantní hodnota promíšení, stanovená dle **METODY B**, $D = 44$ %. Makroskopické snímky vzorků s totožným stupněm promíšení $D = 44$ % jsou uvedeny na Obr. 34; 35; 36; 37.



Obr. 34: E1_2000/60; $D=44$ %; leptáno; zvětšeno 50 x
Obr. 35: E1_2500/60; $D=44$ %; leptáno; zvětšeno 50 x
Obr. 36: E1_2500/80; $D=44$ %; leptáno; zvětšeno 50 x
Obr. 37: E1_3250/100; $D=44$ %; leptáno; zvětšeno 50 x

Na makroskopických snímcích na Obr. 34 ÷ 37 je dále možné pozorovat odlišnosti ve struktuře jednotlivých laserových návarů. Především návary vzorků E1_2000/60; E1_2500/60 a E1_2500/80 se vyznačují makrosegregačními pásmy opticky kopírujícími charakter hranice ztavení a zasahujícími až k povrchu návaru. Jedná se o chemicky i strukturně zcela odlišná pásma, která ve svém důsledku mají nesporný vliv na korozní odolnost povrchu laserového návaru. Bližší rozbor této chemické nestejnorodosti ve vazbě na strukturní uspořádání je uveden v Kapitole 6.5.2 experimentálního programu 2 předložené disertační práce.

Zhodnocení metody výpočtu promíšení (**METODA B**):

- ✓ Kvantifikace promíšení je založena na podílu plochy závaru („Plocha 2“) a celkové plochy návaru a závaru („Plocha 1“ + „Plocha 2“).
- ✓ **METODA B** jasně definuje „Plochy 1; 2“ a jejich hranici, která obě oblasti odděluje.
- ✓ Měření ploch je prováděno s využitím světelného optického mikroskopu při minimálním použitém zvětšení.
- ✓ Výsledek promíšení leží vždy v intervalu $D=(0:100)$ [%].

- ✘ Výpočet promíšení dle **METODY B** je založen pouze na porovnání ploch, metoda nereflexuje např. hodnotu výšky návaru h nebo hloubky závaru b .
- ✘ Totožné výsledné hodnoty promíšení vykazují geometricky zcela odlišné charaktery laserových návarů.
- ✘ Časová náročnost.

Závěr:

Dle geometrické definice promíšení laserového návaru se substrátem definovaného G. Bruckem v citačním zdroji [20] bylo výpočtem dle Vztahu 5-4 **METODA B** stanoveno promíšení pro 142 laserových návarů připravených v rámci experimentálního programu 1. Výpočtový vztah **METODY B** je založen na podílu plochy závaru („Plocha 2“) a celkové plochy návaru a závaru („Plocha 1“ + „Plocha 2“). Výsledné hodnoty promíšení korelují s očekávanými závislostmi poklesu stupně promíšení D při zvyšování poměru F/S (pro $P=konst.$) a nárůstu stupně promíšení D při zvyšování výkonu laseru P (pro $F/S=konst.$). Přesto, že výpočtem skrze **METODU B** jsou uplatňovány pouze dvě matematicky nenáročné operace, předchází kvantifikaci ploch, nutných pro výpočet promíšení, metalografická příprava výbrusu včetně leptání vzorků. Časová náročnost **METODY B** byla stanovena na 5 min/vzorek (zahrnující měření ploch návaru a závaru) + předchozí metalografická příprava a leptání vzorku.

5.6.3 Geometrická definice promíšení (METODA C)

Stanovení stupně promíšení pomocí geometrické definice dle kol. autorů Song, B., Hussain, B., Voisey, K. T. v [19] je definováno výpočtovým Vztahem 5-6. Matematická rovnice je založena na myšlence aproximace „Plochy 1“ (Obr. 32) a „Plochy 2“ (Obr. 33) kruhovou výsečí. Samotná definice výpočtu promíšení využívá hodnoty výšky návaru h , šířky návaru w a hloubky závaru b , které byly stanoveny měřením na příčném metalografickém výbrusu laserovým návarem (viz. Obr. 30, Kapitola 5.4). Měření výše uvedených geometrických charakteristik bylo provedeno za pomoci světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M s využitím softwaru Axiovision. Promíšení dle **METODY C** bylo stanoveno pro celkem 142 vzorků, připravených v rámci experimentálního programu 1. Zdrojová data pro výpočet promíšení dle **METODY C** jsou součástí Přílohy 2.

$$D = \frac{\frac{[(\frac{w}{2})^2 + b^2]^2}{bw} \sin^{-1}[\frac{bw}{(\frac{w}{2})^2 + b^2}] - [(\frac{w}{2})^2 - b^2]}{b \frac{[(\frac{w}{2})^2 + h^2]}{wh^2} \sin^{-1}[\frac{(\frac{w}{2})^2 + b^2}{(\frac{w}{2})^2 + h^2}] + \frac{(\frac{w}{2})^2 + b^2}{bw} \sin^{-1}[\frac{bw}{(\frac{w}{2})^2 + b^2}] - \frac{[(\frac{w}{2})^2 - hb][h+b]}{h}}}.100 [\%] \quad (5-6)$$

V následujícím Vztahu 5-7 je uveden příklad výpočtu promíšení dle **METODY C** pro vzorek E1_2500/40. Pro přehlednost jsou nezbytné vstupní údaje pro výpočet sumarizovány níže v Tab. 19.

Tab. 19: Geometrické parametry laserového návaru vzorku E1_2500/40

Označení vzorků	Experimentální program 1 - geometrické parametry laserových návarů		
	Šířka návaru w [μm]	Výška návaru h [μm]	Závar b [μm]
E1_2500/40	5616	823	945

Výpočet stupně promíšení dle **METODY C** pro návar E1_2500/40:

$$D = \frac{\left[\left(\frac{5616}{2} \right)^2 + 945^2 \right] \sin^{-1} \left[\frac{945 \cdot 5616}{\left(\frac{5616}{2} \right)^2 + 945^2} \right] - \left[\left(\frac{5616}{2} \right)^2 - 945^2 \right]}{945 \frac{\left[\left(\frac{5616}{2} \right)^2 + 823^2 \right] \sin^{-1} \left[\frac{5616}{\left(\frac{5616}{2} \right)^2 + 823^2} \right] + \frac{\left(\frac{5616}{2} \right)^2 + 945^2}{945 \cdot 5616} \sin^{-1} \left[\frac{945 \cdot 5616}{\left(\frac{5616}{2} \right)^2 + b^2} \right] - \frac{\left[\left(\frac{5616}{2} \right)^2 - 823 \cdot 945 \right] [823 + 945]}{823}} \quad (5-7)$$

$$D \notin (0; 100) \quad (5-8)$$

Prostým dosazením hodnot z Tab. 19 do Vztahu 5-6 je získán výsledek promíšení D , který nespadá do intervalu $D \in (0; 100)$. Z matematického hlediska je problematickým členem jmenovatel ve Vztahu 5-6. Právě argument funkce arcsin (**červená šipka** ve Vztahu 5-7) by se po dosazení hodnot z Přílohy 2 ve většině případů pohyboval mimo definiční obor cyklometrické funkce $\arcsin(x)$, kterým je interval $(-1; 1)$. Další slabinou výpočtového vztahu je poslední člen ve jmenovateli (označený **modrou šipkou** ve Vztahu 5-7), který nabývá vyšších hodnot, než jemu předcházející součty a násobky ve jmenovateli. Po odečtení posledního členu jmenovatele je výslednou hodnotou záporné číslo, které v podílu s čitatelem opět spadá do množiny záporných čísel. Tento způsob kvantifikace promíšení dle kol. autorů Song, B., Hussain, B., Voisey, K. T. [19] je prakticky nepoužitelný. Nejenom, že Vztah 5-6 vede k výsledku mimo reálný rozsah stupně promíšení, ale i samotný předpoklad výpočtu (aproximace plochy návaru a plochy závaru) kruhovou výsečí je značně od reality odtržený, viz. makrosnímky laserových návarů v Příloze 1 předložené disertační práce. Myšlenka aproximace plochy návaru a závaru analytickým vyjádřením by i při sebestpřesnější matematické definici přinesla stejný výsledek, jak výpočtový vztah dle Brucka, vědecky publikovaný v roce 1988.

Matematickou variaci Vztahu 5-6 také uveřejnil kol. autorů Zhang, K., Zhang, X., Liu, W. v citačním zdroji [58]. Nicméně i jejich výpočtový modul předpokládá aproximaci ploch návaru a závaru kruhovou výsečí. Jelikož se jedná o popis téhož, není v předložené disertační práci dále tato výpočtová **METODA C** detailněji rozebrána.

Zhodnocení metody výpočtu promíšení (**METODA C**):

- ✘ Výpočtový vztah **METODY C** neposkytuje výslednou hodnotu promíšení v jeho definičním oboru $D \in (0; 100)$.
- ✘ **METODA C** se snaží analytickým způsobem popsat totéž, co definice **METODY B**.
- ✘ Není možné aproximovat plochy návaru a závaru kruhovými výsečemi – ve skutečnosti jsou charaktery obou ploch složitější, rozdíl by se projevil v podobě chyby výpočtu.

- ✘ V **METODĚ C** nebyly stanoveny definiční obory dosazovaných hodnot výšky a šířky návaru a hloubky závaru – jelikož se jedná o matematicky komplikovanější výpočet s cyklometrickou funkcí \arcsin , jistě se musí hodnoty dosazované pohybovat v určitých intervalech, aby výsledné promíšení spadlo do $D \in (0; 100)$.
- ✘ **METODA C** nedefinuje, v jakých délkových jednotkách mají být proměnné dosazeny. Díky funkci \arcsin záleží, zda jsou jako jednotky zvoleny μm , mm či m . Různé jednotky vedou k odlišným výsledkům promíšení.
- ✘ Časová náročnost.

Závěr:

Výpočet promíšení dle **METODY C** za pomoci geometrické definice uveřejněné kol. autorů Song, B., Hussain, B., Voisey, K. T. v citačním zdroji [19], využívá myšlenku aproximace plochy návaru a závaru kruhovými výsečemi. Výpočtový Vztah 5-6 pro promíšení dle **METODY C** byl uplatněn na veškerých 142 vzorcích, připravených v rámci experimentálního programu 1. Výsledné hodnoty promíšení nespádaly do definičního oboru promíšení $D \in (0; 100)$ a většina výsledků se nepohybovala v množině kladných čísel. **METODA C** dále nedefinuje délkové jednotky, které mají být do Vztahu 5-6 dosazeny. Dále časová náročnost stanovení promíšení dle **METODY C** je značná – 5 min/vzorek (zahrnující pouze měření geometrických charakteristik). Do přípravy je nutné také zahrnout zadání výpočtového Vztahu 5-6 do příslušného softwaru pro kalkulaci, především v případě většího počtu měření. Samozřejmostí je dále pak nezbytná příprava metalografického výbrusu a leptání vzorku.

5.6.4 Geometrická definice promíšení (METODA D)

Další z teoretické rešerše převzatou matematickou definicí pro výpočet promíšení je Vztah 5-9 dle kol. autorů Wu, D., Guo, M., Ma, G., Niu, F., z citačního zdroje [21]. Jedná se o podíl hloubky závaru b a součet výšky návaru h a závaru b (viz. Obr. 6). Vstupní hodnoty pro výpočet promíšení dle **METODY D** jsou opět uvedeny v Příloze 2.

$$D = \frac{b}{b+h} \cdot 100 \quad [\%] \quad (5-9)$$

Výpočet stupně promíšení dle **METODY D** u vzorku E1_2000/40 je tedy následující:

$$D = \frac{761}{761+916} \times 100 \quad [\%] \quad (5-10)$$

$$D = 45 \quad \%$$

Výpočet promíšení dle **METODY D** byl uplatněn pro soubor naměřených dat s údaji o výšce návaru h a hloubce závaru b – viz. Příloha 2. Výsledné hodnoty promíšení stanovené podle definice kol. autorů Wu, D., Guo, M., Ma, G., Niu, F., [21] (**METODA D**) jsou uvedeny v Tab. 20; 21.

Tab. 20: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; promíšení bylo stanovené výpočtem dle **METODY D**; rozsah dat pro výkon laseru $P = 2000 - 5000 \text{ W}$ a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S = 40 - 160 \text{ g/m}$

Výkon laseru P [W]		Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m]						
		40	60	80	100	120	140	160
2000	Označení vzorku	E1_2000/40	E1_2000/60	E1_2000/80	E1_2000/100	E1_2000/120	E1_2000/140	E1_2000/160
	Promíšení [%]	45	50	44	41	36	32	31
2250	Označení vzorku	E1_2250/40	E1_2250/60	E1_2250/80	E1_2250/100	E1_2250/120	E1_2250/140	E1_2250/160
	Promíšení [%]	48	48	47	44	37	33	34
2500	Označení vzorku	E1_2500/40	E1_2500/60	E1_2500/80	E1_2500/100	E1_2500/120	E1_2500/140	E1_2500/160
	Promíšení [%]	53	51	51	49	40	37	38
2750	Označení vzorku	E1_2750/40	E1_2750/60	E1_2750/80	E1_2750/100	E1_2750/120	E1_2750/140	E1_2750/160
	Promíšení [%]	54	51	50	49	43	40	46
3000	Označení vzorku	E1_3000/40	E1_3000/60	E1_3000/80	E1_3000/120	E1_3000/120	E1_3000/160	E1_3000/180
	Promíšení [%]	59	51	49	44	45	41	41
3250	Označení vzorku	E1_3250/40	E1_3250/60	E1_3250/80	E1_3250/100	E1_3250/120	E1_3250/140	E1_3250/160
	Promíšení [%]	67	51	48	54	48	43	43
3500	Označení vzorku	E1_3500/40	E1_3500/60	E1_3500/80	E1_3500/100	E1_3500/120	E1_3500/140	E1_3500/160
	Promíšení [%]	61	48	48	49	49	45	43
3750	Označení vzorku	E1_3750/40				E1_3750/120	E1_3750/140	E1_3750/160
	Promíšení [%]	61	x	x	x	51	47	47
4000	Označení vzorku	E1/4000/40					E1/4000/140	E1/4000/160
	Promíšení [%]	68	x	x	x	x	50	47
4250	Označení vzorku	1E_4250/40					1E_4250/140	1E_4250/160
	Promíšení [%]	68	x	x	x	x	51	50
4500	Označení vzorku	1E_4500/40						
	Promíšení [%]	66	x	x	x	x	x	x
4750	Označení vzorku							
	Promíšení [%]	x	x	x	x	x	x	x
5000	Označení vzorku							
	Promíšení [%]	x	x	x	x	x	x	x

Tab. 21: Výsledné hodnoty promíšení vzorků z experimentálního programu 1; promíšení bylo stanovené výpočtem dle **METODY D**; rozsah dat pro výkon laseru $P = 2000 - 5000 \text{ W}$ a množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S = 180 - 300 \text{ g/m}$

Výkon laseru P [W]		Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m]						
		180	200	220	240	260	280	300
2000	Označení vzorku	E1_2000/180	E1_2000/200	E1_2000/220	E1_2000/240	E1_2000/260	E1_2000/280	E1_2000/300
	Promíšení [%]	29	24	26	22	22	16	19
2250	Označení vzorku	E1_2250/180	E1_2250/200	E1_2250/220	E1_2250/240	E1_2250/260	E1_2250/280	E1_2250/300
	Promíšení [%]	33	27	27	25	25	22	24
2500	Označení vzorku	E1_2500/180	E1_2500/200	E1_2500/220	E1_2500/240	E1_2500/260	E1_2500/280	E1_2500/300
	Promíšení [%]	35	29	31	28	27	25	25
2750	Označení vzorku	E1_2750/180	E1_2750/200	E1_2750/220	E1_2750/240	E1_2750/260	E1_2750/280	E1_2750/300
	Promíšení [%]	37	33	33	29	28	26	27
3000	Označení vzorku	E1_3000/180	E1_3000/200	E1_3000/220	E1_3000/240	E1_3000/260	E1_3000/280	E1_3000/300
	Promíšení [%]	40	35	42	32	30	28	29
3250	Označení vzorku	E1_3250/180	E1_3250/200	E1_3250/220	E1_3250/240	E1_3250/260	E1_3250/280	E1_3250/300
	Promíšení [%]	40	38	37	33	33	29	30
3500	Označení vzorku	E1_3500/180	E1_3500/200	E1_3500/220	E1_3500/240	E1_3500/260	E1_3500/280	E1_3500/300
	Promíšení [%]	43	40	39	37	37	32	31
3750	Označení vzorku	E1_3750/180	E1_3750/200	E1_3750/220	E1_3750/240	E1_3750/260	E1_3750/280	E1_3750/300
	Promíšení [%]	45	43	40	36	38	33	35
4000	Označení vzorku	E1/4000/180	E1/4000/200	E1/4000/220	E1/4000/240	E1/4000/260	E1/4000/280	E1/4000/300
	Promíšení [%]	45	45	43	39	39	36	36
4250	Označení vzorku	E1_4250/180	E1_4250/200	E1_4250/220	E1_4250/240	E1_4250/260	E1_4250/280	E1_4250/300
	Promíšení [%]	47	46	44	42	52	39	38
4500	Označení vzorku	x	E1_4500/200	E1_4500/220	E1_4500/240	E1_4500/260	E1_4500/280	E1_4500/300
	Promíšení [%]	x	48	47	44	44	42	40
4750	Označení vzorku	x	x	x	E1_4750/240	E1_4750/260	E1_4750/280	E1_4750/300
	Promíšení [%]	x	x	x	44	45	43	41
5000	Označení vzorku	x	x	x	x	x	E1_5000/280	E1_5000/300
	Promíšení [%]	x	x	x	x	x	45	42

Vypočítané hodnoty promíšení dle **METODY D** částečně korelují s očekávanými závislostmi:

- ▶ Se vzrůstajícím výkonem laseru P dochází, při zachování konstantního poměru F/S , k nárůstu hodnot promíšení.
- ▶ Se vzrůstajícím poměrem F/S dochází, při použití konstantního výkonu laseru P , ke snižování výsledné hodnoty promíšení.

Jelikož je výpočtový model promíšení **METODY D** založen pouze na podílu geometrických charakteristik ve vertikálním směru, vystihuje stanovený výpočet promíšení pouze poměr mezi hloubkou závaru b a celkovou výškou součtu návaru h a závaru b . Z makroskopických snímků vzorků E1_2250/40; E1_2250/60; E1_3500/60; E1_3250/80; E1_3500/80; E1_3250/120; E1_4500/200 na Obr. 38 ÷ 44 je patrné, jak se mění geometrické parametry šířky návaru w a úhlu smáčivosti θ při zachování konstantního poměru $b/(b + h) = D = 48 \%$. . Je-li výška návaru h rovna hloubce závaru b pak je $D = 50 \%$. Pokud je poměr množství přidaného prášku na jednotku délky návaru $F/S < 120 \text{ g/m}$, je úhel smáčivosti laserem navařené housenky $\theta < 90^\circ$. Šířka housenky w je pak závislá na výkonu laseru P a poměru F/S .



Obr. 38: E1_2250/40;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x



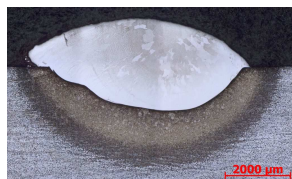
Obr. 39: E1_2250/60;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x



Obr. 40: E1_3500/60;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x



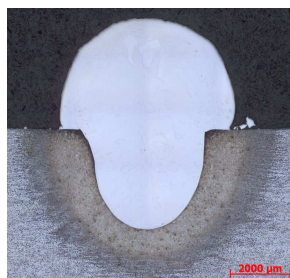
Obr. 41: E1_3250/80;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x



Obr. 42: E1_3500/80;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x



Obr. 43: E1_3250/120;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x



Obr. 44: E1_4500/200;
 $D=48 \%$; leptáno; zvětšeno
50 x

Zhodnocení metody výpočtu promíšení (**METODA D**):

- ✓ Kvantifikace promíšení je založena na podílu hloubky závaru b a součtu výšky návaru h a závaru b .
- ✓ **METODA D** jasně definuje výšku návaru h a hloubku závaru b a jejich hranici, která obě oblasti odděluje.
- ✓ Měření výšky návaru h a hloubky závaru b je prováděno s využitím světelného optického mikroskopu při minimálním použitém zvětšení.
- ✓ Výsledek promíšení leží vždy v intervalu od $D = 0-100 \%$.

- ✓ Kvantifikace promíšení dle **METODY D** se vyznačuje především jednoduchostí samotného výpočtu.
- ✗ Výpočet promíšení dle **METODY D** je založen pouze na poměru geometrických charakteristik ve vertikálním směru (osa y), **METODA D** zanedbává důležitost šířky laserového návaru w .
- ✗ Totožné výsledné hodnoty promíšení vykazují geometricky zcela odlišné charaktery laserových návarů.
- ✗ Časová náročnost.

Závěr:

Geometrická definice promíšení laserového návaru a substrátu definovaná kol. autorů Wu, D., Guo, M., Ma, G., Niu, F., [21], **METODA D**, je založena na principu poměru hloubky závaru b a součtu výšky návaru h a závaru b . Matematická definice výpočtu promíšení je uvedena ve Vztahu 5-9 a byla aplikována na 142 laserových návarů, připravených v rámci experimentálního programu 1. Výsledné hodnoty promíšení částečně korelují s očekávanými závislostmi poklesu stupně promíšení D při zvyšování poměru F/S (pro $P=konst.$) a nárůstu stupně promíšení D při zvyšování výkonu laseru P (pro $F/S=konst.$). Časová náročnost **METODY D** byla stanovena na 2 min/vzorek (čas měření geometrických charakteristik na optickém světelném mikroskopu) + předchozí příprava metalografického výbrusu a leptání vzorku.

5.7 Shrnutí výstupů – experimentální program 1

V rámci experimentálního programu 1 předložené disertační práce bylo připraveno celkem 142 jednostopých laserových návarů. Přídavným práškem pro laserové navařování byl prášek EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). Jako substrát byla použita ocel S355J2. Kombinace procesních parametrů, použitých pro navařování, ve vazbě na značení vzorků, jsou uvedeny v Tab. 11. Z laserem navařených jednostopých návarů byly připraveny příčné metalografické výbrusy.

Následně byly pořízeny metalografické snímky makrostruktury laserových návarů, jež jsou přehledně, ve vazbě na procesní parametry laserového navařování, uvedeny v Příloze 1. V návaznosti bylo provedeno měření základních geometrických charakteristik laserových návarů: šířka návaru $w [\mu m]$, výška návaru $h [\mu m]$, hloubka závaru $b [\mu m]$ a úhel smáčivosti $\theta [^\circ]$. Získané hodnoty (viz. Příloha 2) byly použity pro stanovení vzájemné závislosti mezi použitými procesními parametry technologie laserového navařování a geometrickými rozměry navařených housenek. Výše uvedeným se již zabýval De Oliveira [25] ve své disertační práci, který stanovil předpisy průběhu lineárních funkcí pro definované veličiny (viz. Tab. 2).

V rámci Kapitoly 5.5 bylo provedeno ověření, zda předpisy lineárních funkcí stanovených De Oliveirou v [25] lze aplikovat i na laserové návary, připravené za zcela odlišných podmínek (typ laseru, energetické rozložení paprsku, vlnová délka, $P > 2$ kW, atd.).

Kapitola 5.6 byla věnována kvantifikaci promíšení laserových návarů se substrátem. Promíšení bylo hodnoceno pomocí 4 odlišných metod (**METODA A; B; C; D**) zahrnujících jak kompoziční, tak geometrické definice promíšení.

5.7.1 Shrnutí analýzy geometrických charakteristik laserových návarů ve vazbě na použité procesní parametry technologie laserového navařování

V rámci experimentálního programu 1 předložené disertační práce bylo v Kapitole 5.5, věnované analýze geometrických charakteristik laserových návarů v závislosti na použitých procesních parametrech technologie laserového navařování, dosaženo následujících výstupů:

- ▶ Lineární předpisy funkcí (závislosti šířky návaru w , výšky návaru h , hloubky závaru b a úhlu smáčivosti θ [°] na použitém výkonu laseru P [W] a na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m]) stanovené De Oliveirou v [25] nelze aplikovat na laserové návary připravené na pevnolátkovém diskovém laseru Trumpf TruDisk 8002 za použití výkonu laseru $P > 2$ kW.
- ▶ Průběh závislosti výšky návaru h na množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S byl popsán pomocí logaritmické funkce.
- ▶ Byl prokázán exponenciální průběh funkce závislosti poměru výšky návaru h a hloubky závaru b k použitému výkonu laseru P .
- ▶ De Oliveirou v [25] navržený model výpočtu úhlu smáčivosti θ pomocí procesních parametrů byl upraven. Výsledkem je exponenciální závislost úhlu smáčivosti θ na podílu výkonu laseru P a množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S . Koeficient korelace výsledků byl zvýšen z $R = 0,9$ (dle De Oliveiry) na $R = 0,98$.
- ▶ Byla prokázána lineární závislost mezi výkonem laseru P a hloubkou závaru b .

5.7.2 Shrnutí výpočtu promíšení laserového návaru a substrátu dle 4 odlišných metod

Promíšení laserového návaru a substrátu bylo kvantifikováno pomocí kompoziční definice (**METODA A**) a geometrických definic (**METODA B; C; D**). Celkem byly ke stanovení stupně promíšení použity 4 výpočtové modely. Jednotlivé výpočtové vztahy promíšení byly podrobněji rozebrány s ohledem na poskytované výsledky. Závěry zjištěné při kvantifikaci promíšení lze popsat následovně:

- ▶ Stanovení stupně promíšení dle **METOD A; B; C; D** je založeno na destruktivním zkoušení materiálu.
- ▶ Odlišné metody stanovení výpočtu stupně promíšení vedou k odlišným výsledkům.
- ▶ Kompoziční definice promíšení poskytuje i přes značnou časovou náročnost spolehlivé údaje o lokálním chemickém složení návaru. Porovnáním chemického složení povrchu návaru a přídavného prášku pro laserové navařování lze bezpečně určit promíšení pro dílčí chemický prvek.
- ▶ Kompoziční definice promíšení (**METODA A**) je vhodná ke kvantifikaci promíšení u laserových návarů, jejichž aplikační potenciál je založen na chemických, popř. fyzikálních vlastnostech návaru (např. odolnost proti korozi).

- ▶ Geometrická definice promíšení (**METODA B**) je založena na podílu plochy závaru („*Plocha 2*“) k součtu celkové plochy návaru a závaru („*Plocha 1*“ + „*Plocha 2*“). Tato metoda kvantifikace promíšení by měla být uplatňována především v aplikačních sférách, v nichž je povrch laserového návaru vystaven vnějšímu mechanickému působení sil.
- ▶ Kvantifikace promíšení dle **METODY C** je založena na obdobné myšlence, jako princip výpočtu promíšení dle **METODY B**.
- ▶ Aproximace ploch laserového návaru a závaru pomocí matematické definice kruhové výseče a jejich následný výpočet skrze **METODU C** vede k výsledku promíšení, jež musí být zatížen značnou chybou. Dle závěrů kol. autorů Ocelík, V., Nenadl, O., Palavra, A., De Hosson, J. Th. M. v citační literatuře [26] je nejpřesnější interpretací křivky povrchu laserového návaru parabola.
- ▶ Geometrická definice promíšení (**METODA D**) je založena na podílu hloubky závaru b a součtu výšky návaru h a závaru b . I tato metoda kvantifikace promíšení je vhodná k využití především v průmyslu, kde je povrch laserového návaru vystaven vnějšímu mechanickému působení sil.

6 Experimentální program 2

Druhá část experimentálního programu předložené disertační práce byla koncipována za účelem posouzení korozní odolnosti laserového návaru Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu ve vazbě na promíšení laserového návaru a substrátu. Ve snaze zvýšit korozní odolnost laserem navařené slitiny Inconel 625 byl přídavný prášek EuTroLoy 16625.04 dodatečně legován molybdenem o vysoké čistotě. Dále byla sledována možnost posunutí hranice stupně promíšení laserového návaru a substrátu z teoreticky udávaných 5 ÷ 10 % na hodnotu 10 ÷ 20 %, za pomoci zvyšování hmotnostního podílu molybdenu v laserem navařené slitině Inconel 625 při zachování korozivzdorných vlastností laserového návaru v exponovaném prostředí. Korozivzdorné vlastnosti laserových návarů byly hodnoceny následujícími korozními zkouškami: Korozní zkouška solnou mlhou, Cyklická korozní zkouška a Potenciodynamická korozní zkouška.

V rámci experimentálního programu 2 byla u vybraných vzorků snímána teplota na čelní ploše substrátu za účelem monitorování ohřevu povrchové vrstvy základního materiálu, která se po přetavení laserovým svazkem stává nedílnou součástí slitiny laserového návaru.

Druhá část experimentálního programu byla doplněna o nezbytné metalografické hodnocení laserového návaru, měření mikrotvrdosti návarů a dále pak také měření mezidendritické vzdálenosti v oblasti 50 µm pod povrchem laserového návaru – vše ve vazbě na procentuální obsah molybdenu v přídavném prášku pro laserové navařování.

Koncepce experimentálního programu 2 byla rozdělena do několika vzájemně na sebe navazujících procesů, testů a měření:

- ▶ Definování procesních parametrů technologie laserového navařování, stanovení fixních a volitelných parametrů navařování. Vytvoření teoretického modelu použitých procesních parametrů navařování s logickou vzájemnou závislostí.
- ▶ Definování rozměrů základního materiálu pro potřeby experimentálního programu 2, úprava ploch pro navařování broušením.
- ▶ Realizace laserového navařování na pracovišti NTC ZČU v Plzni, za současného monitorování teploty ohřevu čelní plochy substrátu u vybraných vzorků.
- ▶ Rozřez vzorků. Obrábění povrchů vzorků pro testování korozní odolnosti frézováním.
- ▶ Příprava 4 metalografických výbrusů z každého laserem navařeného vzorku.
- ▶ Posouzení mikrostruktury a podílu makrosegregací v laserových návarech.
- ▶ Měření mikrotvrdosti a mezidendritické vzdálenosti laserových návarů v oblasti povrchu návaru.
- ▶ Testování korozní odolnosti: Korozní zkouška solnou mlhou, Cyklická korozní zkouška, Potenciodynamická korozní zkouška.
- ▶ Metalografické hodnocení detekovaných korozních vad.
- ▶ Závěr experimentálního programu 2 – shrnutí výstupů.

6.1 Definování procesních podmínek laserového navařování

V rámci experimentálního programu 2 byly definovány 3 kombinace procesních parametrů laserového navařování (pro $v=konst.$), které byly použity při povlakování vzorků. Jelikož je druhá část experimentálního programu zaměřena na komplexní posouzení korozní odolnosti laserem navařené slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu, byly (oproti jednostopým návarům v experimentálnímu programu 1) laserem povlakovány předem připravené substráty z oceli S355J2 o rozměrech 150 x 100 x 50 mm (\bar{s} x d x v), přičemž laserovým návarem byla opatřena horní plocha (100 x 150 mm). Každá ze zvolených kombinací procesních parametrů byla použita pro navařování 5 kusů vzorků, jež se lišily chemickým složením přídatného prášku. V Tab. 22 je přehledně uvedeno značení vzorků ve vazbě na hmotnostní procento přidaného molybdenu do práškové směsi EuTroLoy 16625.04 a na použité technologické podmínky navařování.

Variabilními procesními parametry pro laserové navařování experimentálního programu 2 byly: výkon laseru P [W] a množství přídatného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m]. Za fixní parametry byly zvoleny: procesní rychlost navařování v [cm/min] a průtok argonu jako hnacího a ochranného plynu (viz. Tab. 5).

Tab. 22: Označování vzorků v experimentálního programu 2 ve vazbě na použité procesní parametry laserového navařování - posledním údajem v označování vzorků je číslo představující hmotnostní procento molybdenu přidaného do práškové směsi pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625)

Procesní parametry laserového navařování	Legování práškové směsi EuTroLoy 16625.04 molybdenem [hm. %]				
	+ 0 % Mo	+ 2 % Mo	+ 4 % Mo	+ 6 % Mo	+ 8 % Mo
P = 2000 W F/S = 120 g/m	E2_2000/120/0	E2_2000/120/2	E2_2000/120/4	E2_2000/120/6	E2_2000/120/8
P = 2500 W F/S = 80 g/m	E2_2500/80/0	E2_2500/80/2	E2_2500/80/4	E2_2500/80/6	E2_2500/80/8
P = 2750 W F/S = 120 g/m	E2_2750/120/0	E2_2750/120/2	E2_2750/120/4	E2_2750/120/6	E2_2750/120/8

6.2 Příprava základního a přídatného materiálu pro laserové navařování

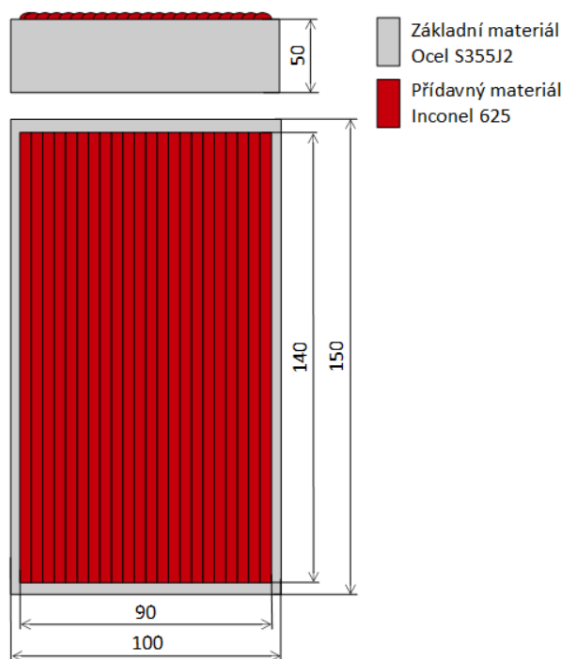
Bližší specifikace základního materiálu (ocel S355J2) a přídatných prášků pro laserové navařování (EuTroLoy 16625.04 – Inconel 625, molybden) jsou uvedeny v Kapitole 4.5.

Substrát z oceli S355J2, jež byl pro účely disertační práce nakoupen v pasovině o rozměrech 50 x 100 x 1000 mm, byl nadělen na 150 mm dlouhé kusy vzorků, které byly před realizací laserového navařování broušeny na horizontální magnetické brusce. Broušeny byly protilehlé plochy substrátu o rozměrech 100 x 150 mm. Po broušení následovalo očištění a odmaštění povrchu. Uvedeným postupem bylo připraveno celkem 15 kusů vzorků základního materiálu.

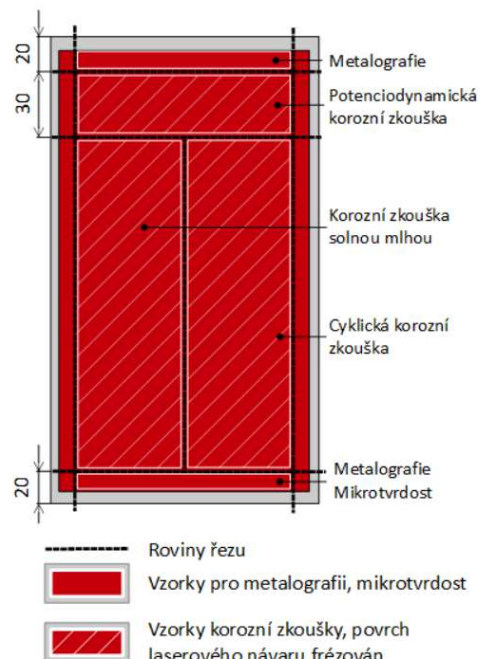
Paralelně s úpravou základního materiálu byly připravovány směsi přídatných prášků pro laserové navařování. Přídatný prášek EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) byl za pomoci digitálních laboratorních vah rozdělen do celkem 5-ti očištěných a vysušených plastových nádob, přičemž hmotnost prášku v každé nádobě byla 2000 g. Následně byly 4 z 5-ti takto vážením připravených směsí obohaceny o 40 g; 80 g; 120 g a 160 g molybdenu. Uvedeným postupem bylo dosaženo finálního chemického složení směsí pro laserové navařování

obsahující o 2; 4; 6 a 8 hmotnostních % molybdenu více, v porovnání s přidavným práškem EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). Zbylá 1 z 5-ti 2000 g směsí nebyla molybdenem dodatečně legována. Označování vzorků ve vazbě na přidané hm. % molybdenu je uvedeno v Tab. 22.

Schematické znázornění laserem navařeného vzorku, připraveného v rámci experimentálního programu 2, včetně uvedení rozměrů substrátu a povlakované plochy, je zachyceno na Obr. 45. Jednotlivé vzorky byly po navaření naděleny pomocí vodního paprsku – roviny řezu jsou vyznačeny na Obr. 46 černou přerušovanou čarou. Dále Obr. 46 schematicky zachycuje rozložení a rozměr experimentálních vzorků pro korozní testy, metalografické hodnocení a měření mikrotvrdomosti.



Obr. 45: Schematické znázornění a rozměry laserového návaru a substrátu - experimentální program 2



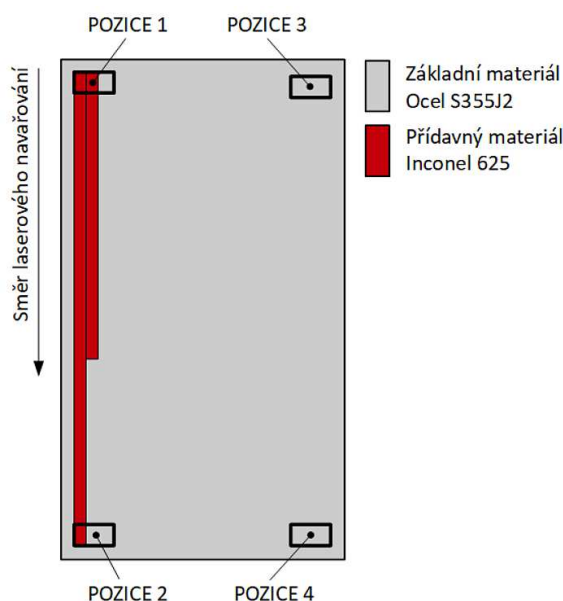
Obr. 46: Schematické znázornění rovin řezu; rozmístění a rozměr vzorků pro korozní zkoušky, metalografii a mikrotvrdomost

6.3 Realizace laserového navařování

Laserové navařování experimentálních vzorků bylo realizováno na pracovišti NTC ZČU v Plzni. Specifikace zařízení pro laserové navařování byla uvedena v Kapitole 4.3.1. Procesní parametry laserového navařování byly popsány v kapitole 6.1. Celkem bylo připraveno 15 kusů laserových návarů o celkové ploše 90 x 140 mm/návar. Na schematickém nákresu na Obr. 47 je definován směr laserového navařování, přičemž každá následující housenka začínala na téže straně vzorku. Překryv mezi jednotlivými housenkami byl 30 % z celkové šířky housenky w [mm].

Na Obr. 47 jsou rovněž vyznačeny 4 oblasti, které pro účely předložené disertační práce budou v následujícím textu vždy shodně značeny jako **POZICE 1; 2; 3; 4**.

Místem prvního kontaktu laserového paprsku se substrátem, jež je zároveň i místem, ve kterém byl zahájen proces laserového navařování, je **POZICE 1**. Následující **POZICE 2** představuje ukončení první housenky. **POZICE 3** reprezentuje začátek poslední housenky, tvořící laserový návar, a **POZICE 4** pak samotný konec jak poslední housenky, tak celého procesu navařování daného vzorku.



Obr. 47: Schematické znázornění směru kladení housenek při laserovém navařování; vyznačení **POZICE 1; 2; 3; 4**

6.4 Termografie

Během procesu laserového navařování byla u vybraných vzorků monitorována teplota ohřevu čelní plochy substrátu. Cílem termografického měření bylo stanovit rozložení teploty ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu. Termografie byla použita při povlakování celkem 6-ti kusů vzorků a to vždy u návarů s limitními hodnotami obsahu molybdenu v přídavném prášku (viz. žlutě označené vzorky v Tab. 23).

Tab. 23: Označení vzorků vybraných k termografickému měření průběhu teploty na čelní ploše substrátu během laserového navařování (+ 0 % Mo; + 8 % Mo)

Procesní parametry laserového navařování	Legování práškové směsi EuTroLoy 16625.04 molybdenem [hm. %]				
	+ 0 % Mo	+ 2 % Mo	+ 4 % Mo	+ 6 % Mo	+ 8 % Mo
P = 2000 W F/S = 120 g/m	E2_2000/120/0	E2_2000/120/2	E2_2000/120/4	E2_2000/120/6	E2_2000/120/8
P = 2500 W F/S = 80 g/m	E2_2500/80/0	E2_2500/80/2	E2_2500/80/4	E2_2500/80/6	E2_2500/80/8
P = 2750 W F/S = 120 g/m	E2_2750/120/0	E2_2750/120/2	E2_2750/120/4	E2_2750/120/6	E2_2750/120/8

K termografickému měření byla využita termovizní kamera FLIR A615 s FPA nechlazeným mikrobolometrickým detektorem s rozlišením 640 x 480 pixelů. Principem monitorování teplotního pole v čase je snímání dopadajícího infračerveného záření v rozsahu definovaných vlnových délek.

Bližší technická specifikace použité termovizní kamery je uvedena v Tab. 24.

Tab. 24: Termovizní kamera FLIR A615 – technická specifikace [60]

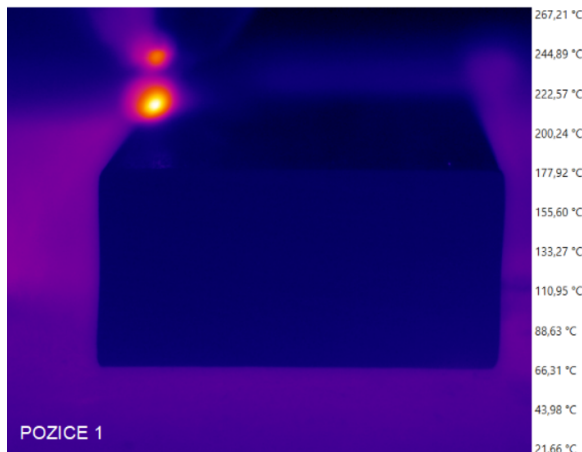
Termovizní kamera	FLIR A615
Detektor	Nechlazený mikrobolometrický
Rozsah vlnových délek	7,5 - 14 μm
Rozlišení	640 x 480 pixelů
Použitý teplotní rozsah měření	300 – 2000 $^{\circ}\text{C}$
Teplotní citlivost	< 0,05 $^{\circ}\text{C}$
Přesnost měření	± 2 $^{\circ}\text{C}$ nebo 2 %
Použitá vzorkovací frekvence	12,5 Hz
Použitý objektiv	F= 24,6 mm; 25° x 19° FOV

Čelní plocha substrátu, jež byla předem určena k monitorování teplotního pole, byla před samotným procesem laserevého navařování opatřena termostabilním nástřikem černé barvy, komerčně distribuovaným pod názvem ThermaSpray 800 o hodnotě emisivity $\varepsilon = 0,93$. Termovizní systém byl umístěn ve vzdálenosti 2 m od čelní plochy substrátu. K vyhodnocení naměřených dat rozložení teplotního pole v závislosti na čase na čelní ploše substrátu během laserevého navařování byl využit software pro základní analýzy termovizního měření LabIR®.

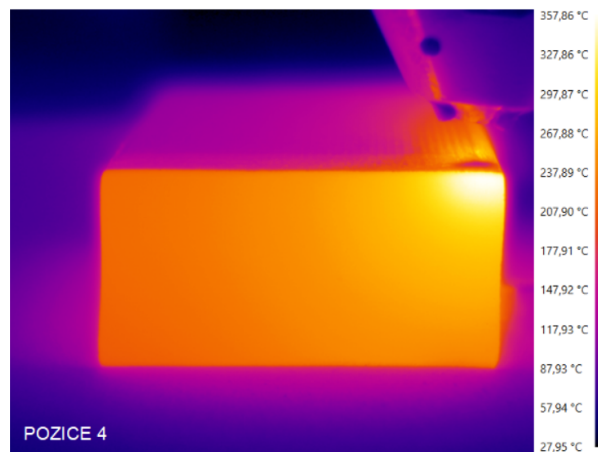
Díky definovanému rozměru substrátu a počtu pixelů, odpovídajících rozměru substrátu odměřených na termogramu, byl stanoven přepočítaný poměr mezi vzdáleností a rozlišením obrazu na 230 μm / pixel [61]. Na Obr. 48; 49 je zachycen průběh teplotního pole na čelní straně substrátu během navařování v **POZICI 1** (Obr. 48 – začátek navařování) a v **POZICI 4** (Obr. 49 – konec navařování).

POZICE 1, reprezentovaná termografickým snímkem na Obr. 48, není z vědeckého hlediska nijak zajímavá. Teplota substrátu v tuto chvíli odpovídá okolní atmosférické teplotě vzduchu a teplota na čelní straně povrchu substrátu i v podpovrchových vrstvách nepřesahuje 25 $^{\circ}\text{C}$.

Definovaná **POZICE 4** (viz. Obr. 49) představuje v procesu navařování poslední termokamerou zachycený okamžik kontaktu laserového paprsku se substrátem. V **POZICI 4** je tedy dosaženo maximální teploty ohřevu substrátu. I přes relativně dostatečnou výšku experimentálních vzorků, která činila 50 mm, vzniklé teplotní pole dosahuje svého maxima na teplotě cca 350 $^{\circ}\text{C}$. Tato teplota, odečtená z teplotní stupnice termogramu na Obr. 49, byla zaznamenána nejenom v definované vzdálenosti 230 μm (měřená vzdálenost od horní hrany čelní plochy substrátu), ale zasahuje až do oblastí podpovrchových vrstev základního materiálu, konkrétně do vzdálenosti 12 mm od povrchu. Vzniklé heterogenní, nestacionární teplotní pole vyvolané pohyblivým zdrojem tepla, jímž je bezesporu laserový paprsek, zásadně ovlivňuje deformačně-napěťové stavy v TOO a dále způsobuje nežádoucí změny mikrostruktury teplem ovlivněného substrátu, které se navenek projeví degradací mechanických a chemických vlastností, případně jejich kombinací.

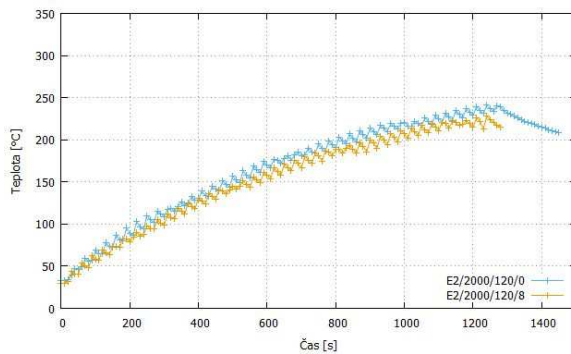


Obr. 48: E2_2000/120/0; **POZICE 1**; termografický snímek rozložení teplotního pole na čelní ploše substrátu během laserového navařování

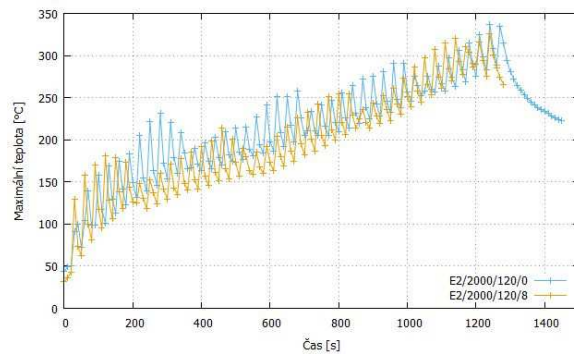


Obr. 49: E2_2000/120/0; **POZICE 4**; termografický snímek rozložení teplotního pole na čelní ploše substrátu během laserového navařování

Na následujících Grafech 13 a 14 jsou znázorněny průběhy teplot na čelní ploše substrátu ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany povrchu substrátu.



Graf 13: E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; grafický průběh průměrné teploty (měřené na čelní ploše substrátu ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu) v závislosti na čase



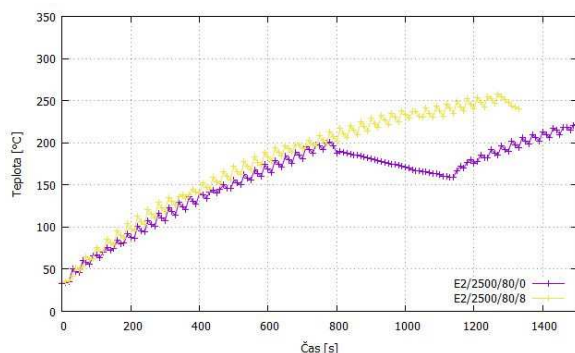
Graf 14: E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; grafický průběh maximální teploty (měřené na čelní ploše substrátu ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu) v závislosti na čase

V Grafu 13 jsou zachyceny průměrné teploty podél definované linie měření pro vzorky E2_2000/120/0 (modrá křivka) a E2_2000/120/8 (žlutá křivka). Obě křivky v Grafu 13 vykazují totožné průběhy průměrných teplot v závislosti na čase. Vzorek E2_2000/120/0, který svým chemickým složením odpovídá přídavnému prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625), vykazoval o 20 °C vyšší průměrnou teplotu, než vzorek E2_2000/120/8, který byl dodatečně legován 8 hm.% molybdenu o vysoké čistotě. Jelikož se jedná o zanedbatelný rozdíl v průměrných teplotách a charaktery křivek obou vzorků jsou totožné, nepřikládá autorka předložené disertační práce tomuto experimentálně potvrzenému faktu žádný zásadní význam.

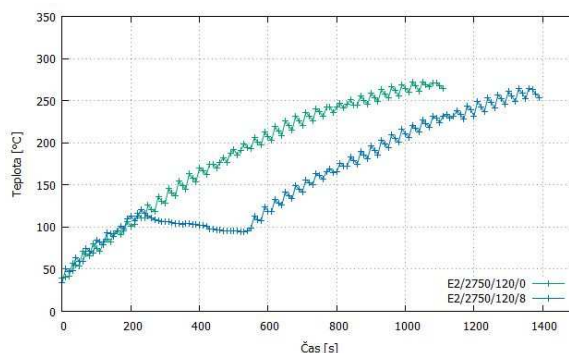
Grafické vyjádření průběhu maximální teploty v závislosti na čase (Graf 14) podél předem definované linie měření u vzorků E2_2000/120/0 (modrá křivka) a E2_2000/120/8 (žlutá křivka) jasně vystihuje cyklické teplotní zatěžování, kterému je substrát během laserového navařování vystaven. S pohybem tepelného zdroje (laserového svazku) po povrchu substrátu dochází k cyklickému ohřevu a chladnutí substrátu, přičemž každá navařená housenka

reprezentuje jeden teplotní cyklus ohřev-ochlazení. V rámci jednoho teplotního cyklického zatížení substrátu byly zaznamenány rozdíly v maximálních teplotách až 100 °C, přičemž s postupujícím ohřevem substrátu vlivem navařování docházelo ke zvyšování výchozí teploty cyklického teplotního zatížení. Z grafických průběhů maximálních teplot v závislosti na čase nebyly zaznamenány žádné výrazné rozdíly ve vazbě na odlišné chemické složení přidavného prášku pro laserové navařování u vzorků E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8.

Termografické měření teploty ohřevu čelní plochy substrátu během laserového navařování bylo dále provedeno u vzorků E2_2500/80/0; E2_2500/80/8 (viz. Graf 15) a E2_2750/120/0; E2_2750/120/8 (viz. Graf 16). Naneštěstí se během procesu navařování vzorků E2_2500/80/0 a E2_2750/120/8 vyskytly technické komplikace v podobě nenadálé poruchy podavače přidavného prášku. Graficky se pak toto nechtěné přerušení povlakovacího procesu projevilo poklesem průměrných teplot v časovém okamžiku technické závady a tudíž i získaná data rozložení teplotního pole na čelní ploše substrátu v závislosti na čase jsou nevypovídající. Proto těmto výsledkům nebude dále věnována v rámci předložené disertační práce pozornost.



Graf 15: E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; grafický průběh průměrné teploty (měřené na čelní ploše substrátu ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu) v závislosti na čase



Graf 16: E2_2750/120/0; E2_2750/120/8; grafický průběh průměrné teploty (měřené na čelní ploše substrátu ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu) v závislosti na čase

6.5 Metalografická analýza

Postup přípravy metalografických výbrusů v rámci experimentálního programu 2 byl totožný jako v případě předchozí části experimentálního programu 1. Bližší popis zvoleného postupu včetně uvedení chemického složení leptací směsi, sloužící ke zviditelnění struktury povrchu vzorků, je uveden v Kapitole 5.4.

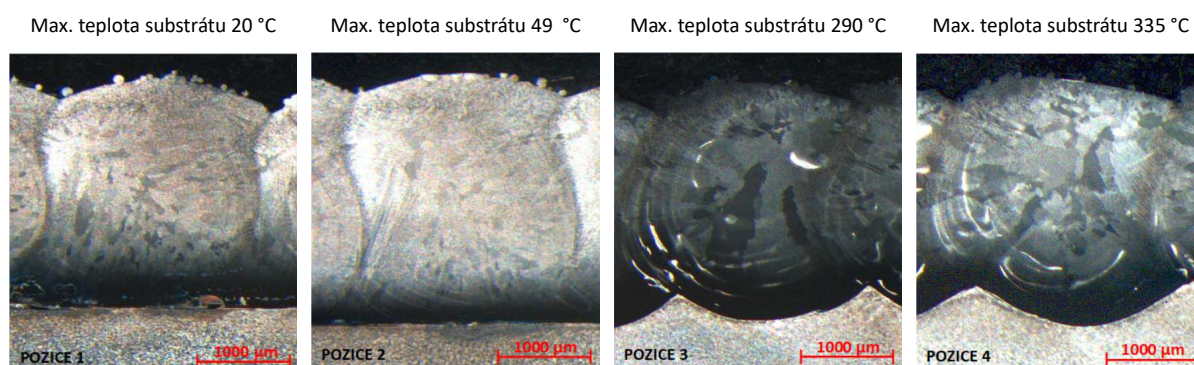
6.5.1 Makroskopické hodnocení laserových návarů

Metalografické hodnocení makrostruktury laserových návarů, připravených v rámci experimentálního programu 2 předložené disertační práce, bylo provedeno na vzorcích E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; E2_2750/120/0 a E2_2750/120/8. Nicméně díky technickým nedostatkům, spojeným s přerušením podávání prášku do místa návaru během procesu navařování u vzorků E2_2500/80/0 a E2_2750/120/8, by nebylo vypovídající hodnotit vzájemné vazby mezi ohřevem substrátu během navařování a makrostrukturou u dvojice vzorků E2_2500/80/0; E2_2500/80/8 a dvojice E2_2750/120/0; E2_2750/120/8. Dle grafického vyjádření průběhu teploty v závislosti na čase (viz. Graf 15; 16) měřeného na čelní ploše substrátu při navařování, byl ze získaných údajů

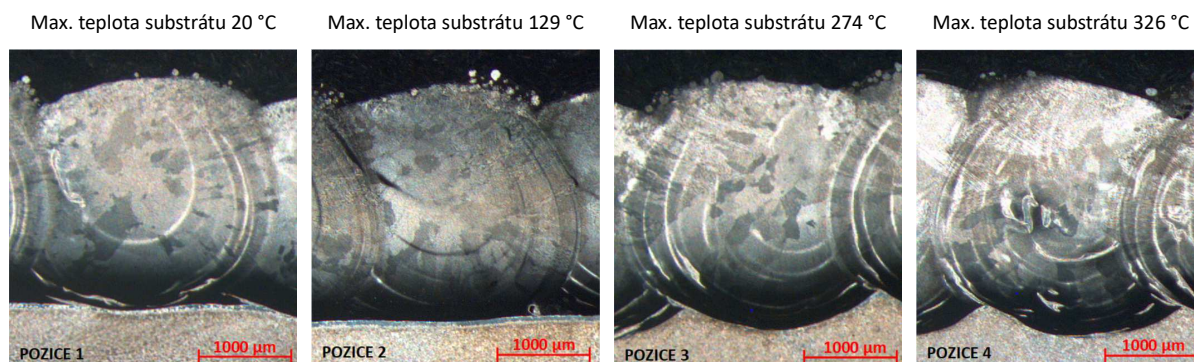
zjištěn pokles teploty ohřevu substrátu během přerušení navařování o 48 °C u vzorku E2_2500/80/0 a o 32 °C u vzorku E2_2750/120/8. Zaměřit se tedy na hodnocení makrostruktur, makrosegregací, případně promíšení laserového návaru se substrátem u uvedených vzorků považuje autorka předložené disertační práce za vědecky nekorektní.

Při následujícím hodnocení makrostruktur laserových návarů byla tedy primárně věnována pozornost vzorkům E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8, u nichž bylo možné s jistotou propojit údaje o ohřevu substrátu během navařování s metalografickým hodnocením.

Z výše uvedené dvojice vzorků laserových návarů byly ze 4 předem definovaných oblastí, schematicky vyznačených na Obr. 47, (**POZICE 1; 2; 3; 4**), zhotoveny metalografické výbrusy. Makrostruktury laserových návarů po naleptání a zachycení pomocí světelné optické Stereolupy Nikon SMZ 800 je možné pozorovat na Obr. 50 a 51.



Obr. 50: E2_2000/120/0; **POZICE 1; 2; 3; 4**; makroskopický snímek laserového návaru; leptáno; zvětšeno 10 x



Obr. 51: E2_2000/120/8; **POZICE 1; 2; 3; 4**; makroskopický snímek laserového návaru; leptáno; zvětšeno 10 x

Vzhledem k relativně nízké zvolené rychlosti laserového navařování ($v = 30 \text{ cm/min}$) v kombinaci s použitým výkonem laseru ($P = 2000 \text{ W}$) a s tím i souvisejícím tepelným příkonem vneseným do spoje, byly zaznamenány výrazné odchylky v promíšení laserového návaru se substrátem v rámci jednoho vzorku.

Daleko závažnějším nežádoucím jevem, kromě již zmíněného promíšení, který byl na makrosnímčích na Obr. 50; 51 zaznamenán, je výskyt makrosegregačních oblastí. V případě použité kombinace procesních parametrů $P = 2000 \text{ W}$, $F/S = 120 \text{ g/m}$, $v = 30 \text{ cm/min}$ a tedy laserem navařených vzorků E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8 je možné pozorovat výrazný vliv obsahu molybdenu v přídavném prášku pro laserové navařování na podíl makrosegregací ve struktuře laserového návaru. Ze srovnání makrostruktur návarů na Obr. 50 a 51 (**POZICE 1**) je patrná jednoznačná závislost mezi obsahem přidaného molybdenu a výskytem makrosegregací v samotném návaru. Zatímco laserový návar E2_2000/120/0 Inconel 625

(9 hm. % molybdenu – viz. Tab. 7; deklarováno výrobcem v [39]) neobsahoval během počáteční fáze navařování vzorku (**POZICE 1; 2**) žádné zaznamenané makrosegregační oblasti, laserový návar E2_2000/120/8 Inconel 625, jehož obsah molybdenu v přídatném prášku byl 17 hm. %, již v počáteční fázi tvorby housenky (**POZICE 1**) vykazoval určitý podíl přítomnosti makrosegregačních oblastí. Jelikož byly procesní podmínky navařování u vzorků E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8 totožné, rozdíly v makrostrukturách a výskytu makrosegregací v laserovém návaru E2_2000/120/8 musí bezpodmínečně souviset s odlišným chemickým složením v předchozí části již několikrát zmíněných návarů.

Dále byl zaznamenán zvýšený výskyt makrosegregací ve vazbě na teplotu ohřevu substrátu během laserového navařování (viz. porovnání Obr. 50 a 51 – **POZICE 1 ÷ 4**). Se zvyšující se teplotou ohřevu substrátu během laserového navařování dochází k výraznému nárůstu podílu makrosegregačních pásem ve struktuře laserového návaru.

Na Obr. 50; 51 (**POZICE 1 ÷ 4**) jsou vždy nad příslušným makrosnímčkem uvedeny maximální teploty substrátu, které byly termografickým měřením na čelní ploše základního materiálu ve vzdálenosti 230 μm zaznamenány během laserového navařování. Jelikož termografické měření probíhalo pouze na čelní ploše substrátu, byly spolehlivě odečteny příslušné teploty pro **POZICE 2; 4**. Teplota substrátu na **POZICI 1** byla stanovena na 20 °C, neboť v daném místě byl zahájen proces laserového navařování a základní materiál tudíž nebyl tepelně ovlivněn předchozí interakcí laserového svazku. Maximální teplota substrátu na **POZICI 3** byla odečtena z termografických dat měření, přičemž autorka předložené disertační práce předpokládá totožné rozložení teplotního pole v rámci směrované odchylky měření během navařování, díky symetrickému rozložení návaru na povrchu substrátu a jeho konstantní tloušťce.

Kvantifikace podílu makrosegregačních oblastí ve struktuře laserového návaru, hodnocená z příčného řezu pomocí metalografických analýz, nebyla provedena, neboť použité desetinásobné zvětšení dokumentující makrostruktury návarů nebylo možné považovat za dostatečné, k rozlišení přesných hranic mezi základní austenitickou maticí návaru a makrosegregacemi.

Nicméně z pohledu korozní odolnosti povrchu laserových návarů není vypovídající konkrétní hodnota podílu makrosegregací na příčném řezu návarem, ale spíše makrosegregace zasahující přímo k povrchu laserového návaru. Po obrobení laserem navařené plochy na užitnou výšku návaru je z hlediska zachování korozní odolnosti důležitá především homogenita chemického složení na povrchu návaru. Zde by bylo na místě provedení měření pomocí difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD metoda) na ploše povrchu laserového návaru k identifikaci kritických makrosegregací, které zasahují přes návar až k jeho povrchu a jsou předostním místem iniciace korozních procesů. Vzhledem však k omezenému rozsahu experimentálního programu disertační práce nebylo hodnocení povrchu laserových návarů pomocí EBSD provedeno a bude předmětem dalšího postdoktorandského výzkumu autorky disertační práce.

6.5.2 Mikroskopické hodnocení struktury laserových návarů

Mikroskopické hodnocení dendritické struktury laserových návarů bylo provedeno na vzorcích E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; E2_2750/120/0 a E2_2750/120/8. Nicméně výsledné dendritické struktury nevykazovaly sebemenší odlišnost v závislosti na rozdílných použitých procesních parametrech laserového navařování. Proto je následující rozbor zaměřen na popis struktury u vzorku E2_2000/120/0 v definovaných

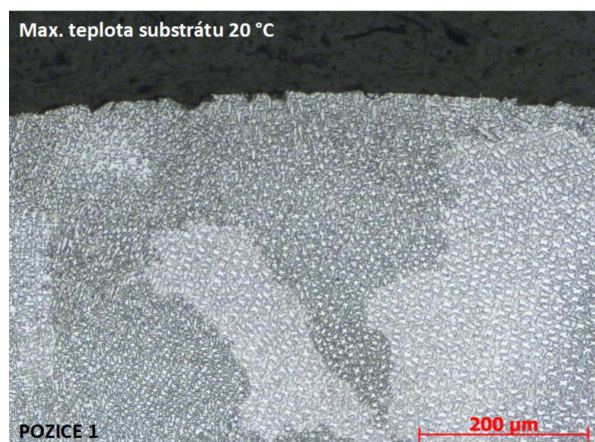
POZICÍCH 1; 2; 3; 4, schematicky zachycených na Obr. 47.

Mikroskopické hodnocení bylo provedeno s využitím optického světelného mikroskopu Carl Zeiss Z1M a řádkovacího elektronového mikroskopu Tescan MIRA3 GMU s EDS analyzátozem.

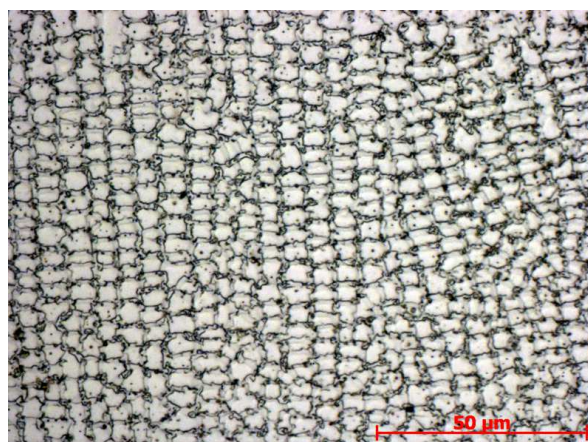
Autorka předložené disertační práce si je vědoma výskytu komplexních intermediálních fází, karbidů a precipitátů v základní nikl-chromové γ matici laserem navařené slitiny Inconel 625, které buď díky svému mikroskopickému rozměru $< \text{cca } 2 \mu\text{m}$ nelze za pomoci světelné mikroskopie detekovat, nebo je lze s využitím řádkovací elektronové mikroskopie zachytit, ale nelze vědecky podstatu těchto částic podložit. K detailnímu popisu uvedených komplexních struktur je nezbytné využití transmisní elektronové mikroskopie, která díky možnosti zobrazení v měřítku atomového rozlišení je s využitím elektronové difrakce schopna určit symetrii krystalové mřížky a v případě vybavení příslušnými spektrometry určit i chemické složení těchto částic. Jelikož je technologie laserového navařování spojena především vysokou rychlostí průběhu procesu a vysokým teplotním gradientem tavné lázně, nepředpokládá autorka disertační práce vznik rovnovážných struktur, které lze s využitím binárních a ternárních diagramů popsat.

Dle dostupných informací z citační literatury [62; 63] je matrice slitiny Inconel 625 tvořena tuhým roztokem γ s fcc krystalovou mřížkou. V tuhém roztoku γ jsou disperzně rozmístěny karbidy MC a M_6C na bázi niobu a molybdenu. Častý je i výskyt karbidů chromu $M_{23}C_6$, nicméně k jejich precipitaci je podmiňující krátkodobá expozice slitiny Inconel 625 při teplotě $700 \div 750 \text{ } ^\circ\text{C}$ [62]. Dále byla kol. autorů v literatuře [63] popsána precipitace Ni_3Nb δ fáze, krystalizující v ortorombické mřížce a vylučující se přednostně po hranici zrna, při teplotě $649 \text{ } ^\circ\text{C}$. V neposlední řadě dochází ve slitině Inconel 625 k formování Lavesových fází typu A_2B .

Na Obr. 52 \div 59 jsou znázorněny dendritické struktury povrchu laserového návaru vzorku E2_2000/120/0 (**POZICE 1 \div 4**). Jednotlivé snímky zachycují odlišné charakteristiky dendritů v závislosti na teplotě přehřevu substrátu. Na Obr. 52 je zobrazena celovárná struktura návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) jasně zachycující oblasti s odlišnou orientací růstu dendritů. Jedná se o určitý mezistupeň mezi rovinným povrchem ztuhlé taveniny a povrchem tvořeným dendrity. Celovárná, buněčná struktura (viz. Obr. 53), je tvořena vrcholky kolumnárních krystalů, které vznikají při konstitučním přechlazení ΔT_k vyvolaném hromaděním atomů příměsí před čelem krystalizační fronty [64].



Obr. 52: E2_2000/120/0; **POZICE 1**; celovárná (buněčná) struktura laserového návaru Inconel 625; leptáno; zvětšeno 100 x

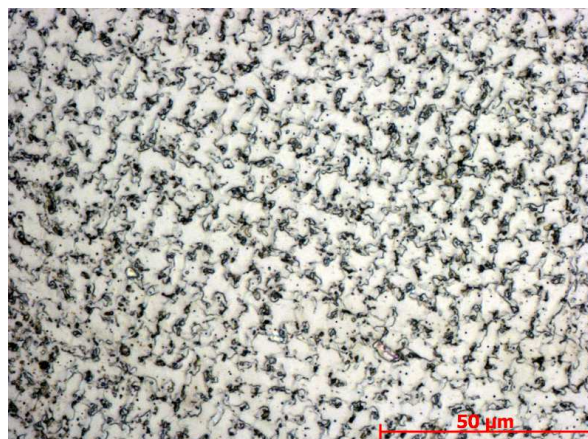


Obr. 53: E2_2000/120/0; **POZICE 1**; celovárná (buněčná) struktura povrchu laserového návaru Inconel 625; leptáno; zvětšeno 500 x

Na Obr. 54; 55 jsou zobrazeny dendritické struktury povrchu laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 2**). Zde již docházelo díky předchozí interakci laserového svazku s povrchem základního materiálu k jeho ohřevu. Zároveň se díky ohřevu substrátu mění poměr mezi teplotním gradientem tavné lázně G a změnou polohy křivky solidu V_n [1; 27]. Na Obr. 54 je díky pomalejší rychlosti ochlazování povrchu laserového návaru (v porovnání s Obr. 52 – **POZICE 1**) patrný rozdíl v orientaci směru růstu. Právě vzájemný poměr mezi G a V_n má zásadní vliv na směr růstu dendritů [1]. Na Obr. 55 je možné jasně detekovat počínající se formování hlavních os dendritů. Jedná se o přechod mezi celuární buněčnou a dendritickou strukturou.

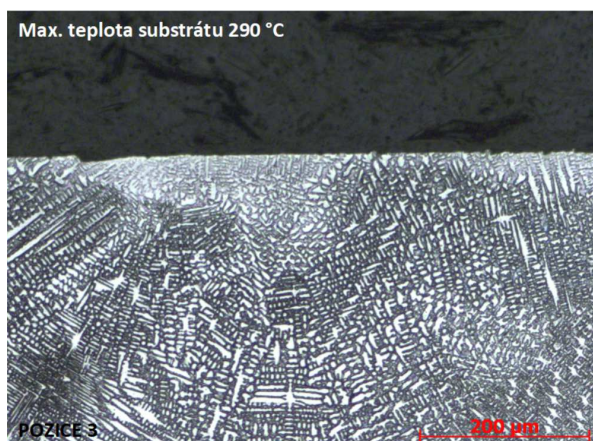


Obr. 54: E2_2000/120/0; **POZICE 2**; povrch laserového návaru Inconel 625; leptáno; zvětšeno 100 x



Obr. 55: E2_2000/120/0; **POZICE 2**; přechod mezi buněčnou a dendritickou strukturou u laserového návaru Inconel 625; leptáno; zvětšeno 500 x

Na Obr. 56 a 57 je zobrazena struktura povrchu laserového návaru E2_2000/120/0 na **POZICI 3**. Díky výraznému tepelnému ovlivnění substrátu během navařování dochází při formování housenky ke značnému snížení podílu G/V_n od spodní části tavné lázně až po její vrchol. Během tuhnutí se v této fázi začínají formovat rovnoosé dendrity s jasně patrnými hlavními a vedlejšími dendritickými osami (Obr. 57).

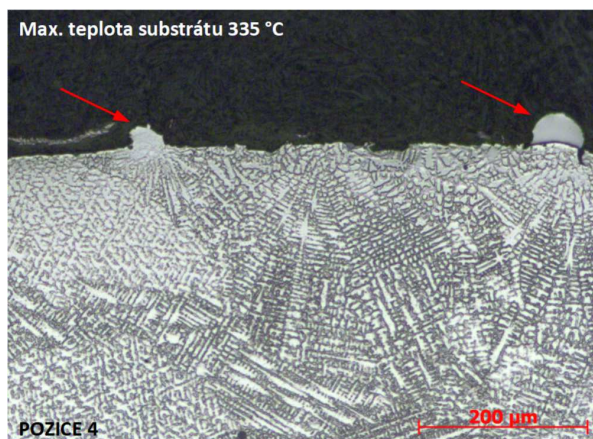


Obr. 56: E2_2000/120/0; **POZICE 3**; povrch laserového návaru Inconel 625; leptáno; zvětšeno 100 x

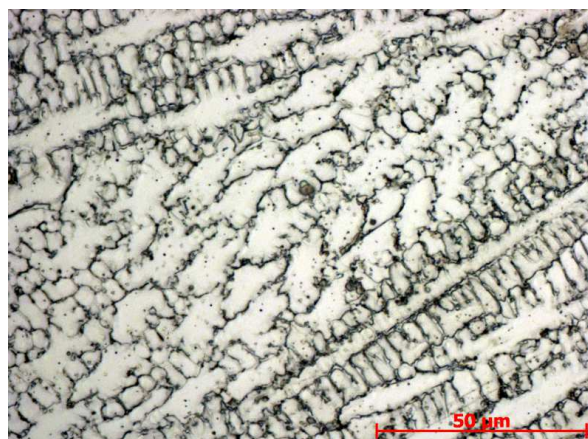


Obr. 57: E2_2000/120/0; **POZICE 3**; formování dendritů s primární a sekundárními osami; leptáno; zvětšeno 500 x

Konečná fáze formování dendritické struktury povrchu laserového návaru je zachycena na Obr. 58; 59. Z Obr. 58 je patrný růst primární osy dendritů kolmo na solidifikační fronu (červené šipky ukazují na nenatavené částice přídavného prášku, které v konečné fázi navařování ulpěly na povrchu laserového návaru). Díky rozdílu teplot mezi povrchem tuhnoucí svarové lázně a částicemi přídavného prášku, dopadlými na povrch až po ukončení interakce laserového svazku během navařování, dochází na rozhraní mezi povrchem návaru a nenatavenými částicemi přídavného prášku k předostnímu růstu dendritů kolmo k jejich vzájemnému rozhraní.



Obr. 58: E2_2000/120/0; **POZICE 4**; povrch laserového návaru Inconel 625; leptáno; zvětšeno 100 x



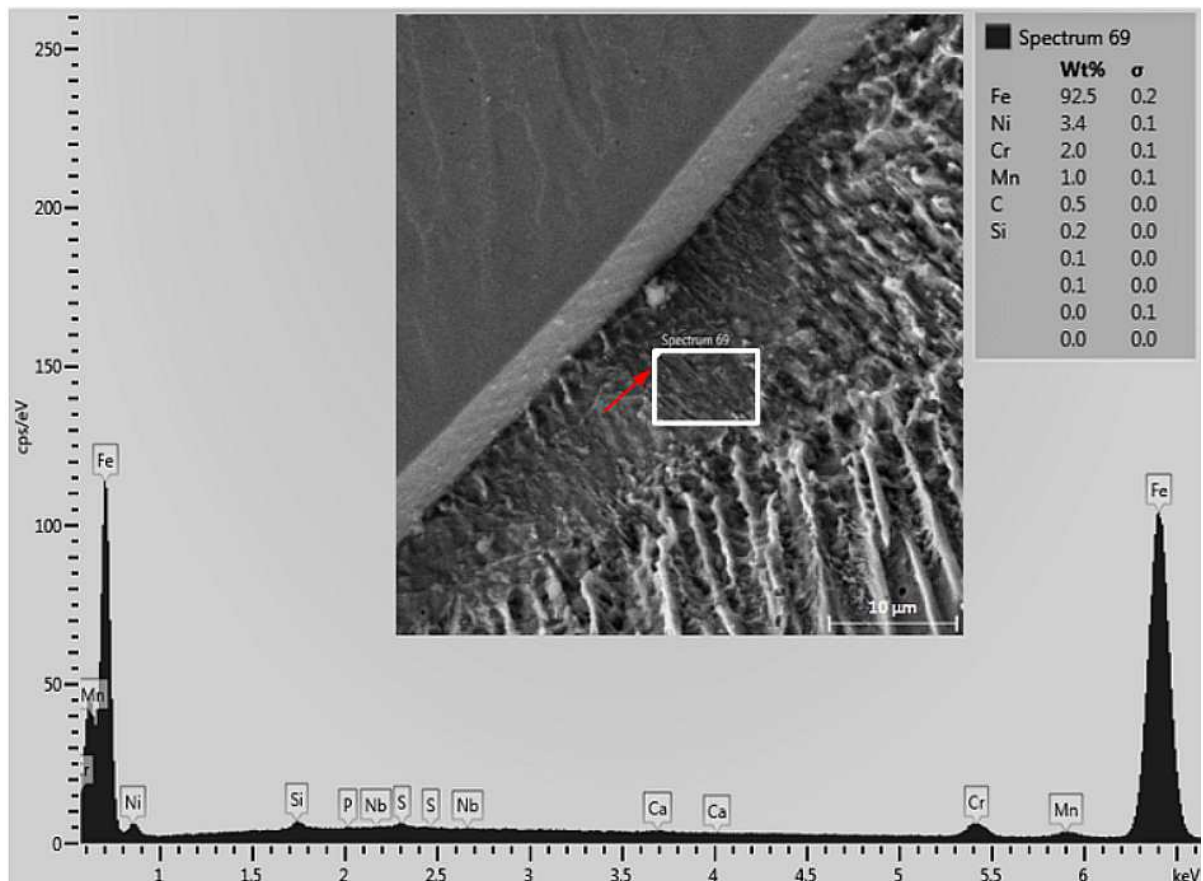
Obr. 59: E2_2000/120/0; **POZICE 4**; formování dendritů s primární a sekundárními osami; leptáno; zvětšeno 500 x

Metalografické hodnocení mikrostruktury povrchů laserových návarů E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; E2_2750/120/0 a E2_2750/120/8 neodhalilo přítomnost kolumnárních ani epitaxních dendritů případně jejich vzájemný přechod detailně popsany Hemmatim, I. v [1] v Kapitole 6.6.

Problematiku tuhnutí slitiny Inconel 625 výstižně popisuje např. Silva, C., C. a kol. v [65].

Z pohledu korozní odolnosti je významná především chemická homogenita laserového návaru Inconel 625. Právě podíl, rozmístění, a chemická a strukturní podstata makrosegregačních oblastí mají zásadní dopad na finální užité vlastnosti laserového návaru.

Na Obr. 60 je u laserového návaru E2_2750/120/2 (**POZICE 2**) zachyceno makrosegregační pásmo pomocí SEM. Z Obr. 60 je možné na snímku nejenom identifikovat odlišnou vnitřní strukturu makrosegregace od okolní γ matrice niklového návaru, ale zajímavé je také jejich vzájemné rozhraní. Právě bližší analýza tohoto rozhraní pomocí odpovídajících zobrazovacích metod je jedním z námětů autorky disertační práce pro další výzkum. Součástí Obr. 60 je i energetické spektrum EDX analýzy chemického složení a naměřený obsah chemických prvků v hm. % makrosegregace. Detekovaná makrosegregační oblast je tedy formována především železem, které se spolu s uhlíkem a dalšími prvky dostaly do laserového návaru ze substrátu z oceli S355J2.



Obr. 60: E2_2750/120/2; **POZICE 2**; makrosegregační pásma – definování oblasti náběru pro analýzu chemického složení; energetické spektrum chemického složení měřené na SEM pomocí EDX analýzy; chemické složení makrosegregace – obsah prvků uveden v hm. %

Komplexní hodnocení struktury laserem navařených vzorků E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8 s využitím TEM bude předmětem postgraduálního výzkumu autorky předložené disertační práce.

6.6 Analýza heterogenity laserového návaru

Technologie laserového navařování představuje dynamický proces, během kterého dochází v krátkém časovém intervalu k natavení přídavného materiálu a substrátu, formování tavné lázně a následně k její solidifikaci. Při souvislém navařování ploch je přilehlá housenka opět, v rámci překryvu mezi housenkami, natavena, za účelem vytvoření souvislé plochy laserového návaru. Nelze opomenout ani cyklické teplotní zatěžování substrátu a návaru, ke kterému nezbytně dochází s každou následující laserem navařovanou housenkou. Právě dynamika celého procesu laserového navařování má ve svém důsledku vliv na vznik nerovnovážných struktur a na chemickou heterogenitu návaru.

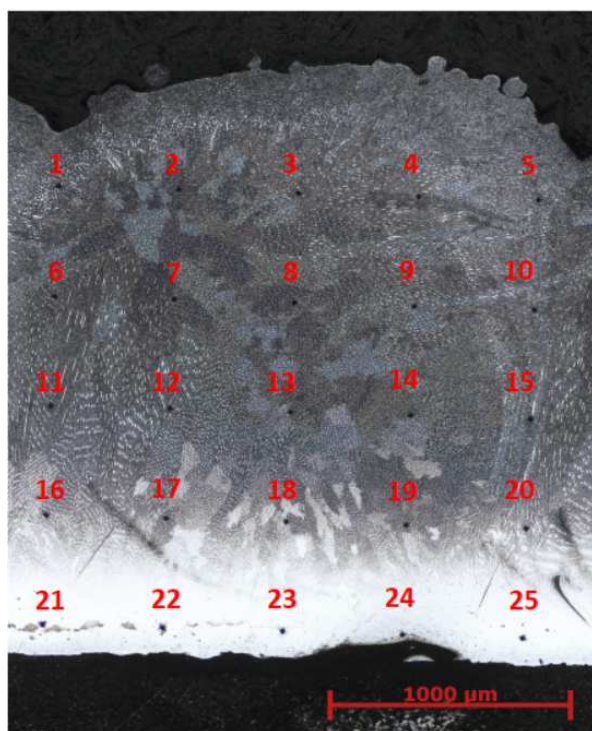
Cílem této kapitoly je pomocí vybraných experimentálních metod postihnout:

- ▶ Chemickou heterogenitu laserového návaru vzorku E2_2000/120/0 (**POZICE 1**).
- ▶ Odlišnosti v chemickém složení a případně rozložení chemických prvků u návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) a E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) a to vzájemným porovnáním získaných výsledků.

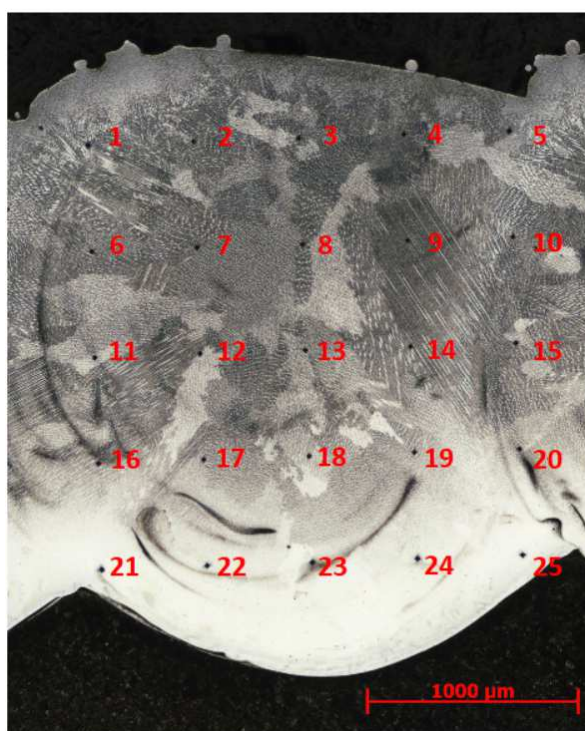
V návaznosti na metalografické hodnocení dendritické struktury laserového návaru Inconel 625 (viz. Kapitola 6.5.2), byly na vzorcích E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) a E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) provedeny následující analýzy a měření:

- ▶ Měření mikrotvrdosti HV 0,1 v předem definovaných rovnoměrně rozložených bodech na příčném řezu návarem.
- ▶ Analýza lokálního chemického složení v oblastech přilehlých k vtisku po měření mikrotvrdosti.
- ▶ Měření vzdálenosti primárních os dendritů v oblastech přilehlých k vtisku po měření mikrotvrdosti.

Měření mikrotvrdosti dle Vickerse při zatížení 0,1 kgf (0,98 N) bylo realizováno na automatickém tvrdoměru Struers Durascan 70 G5. Jednotlivé vtisky byly rovnoměrně rozloženy na příčném řezu jedné svarové housenky. Vzdálenost mezi vtisky byla v horizontálním i vertikálním směru 500 μm . Na makrosnímčích vzorků E2_2000/120/0 (**POZICE 1**); E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) na Obr. 61, resp. Obr. 62, je zachyceno rozložení vtisků po měření mikrotvrdosti včetně uvedení číselného označení vtisku, sloužícího pro snadnou orientaci v tabulkách s výslednými hodnotami (Tab. 25; 26).



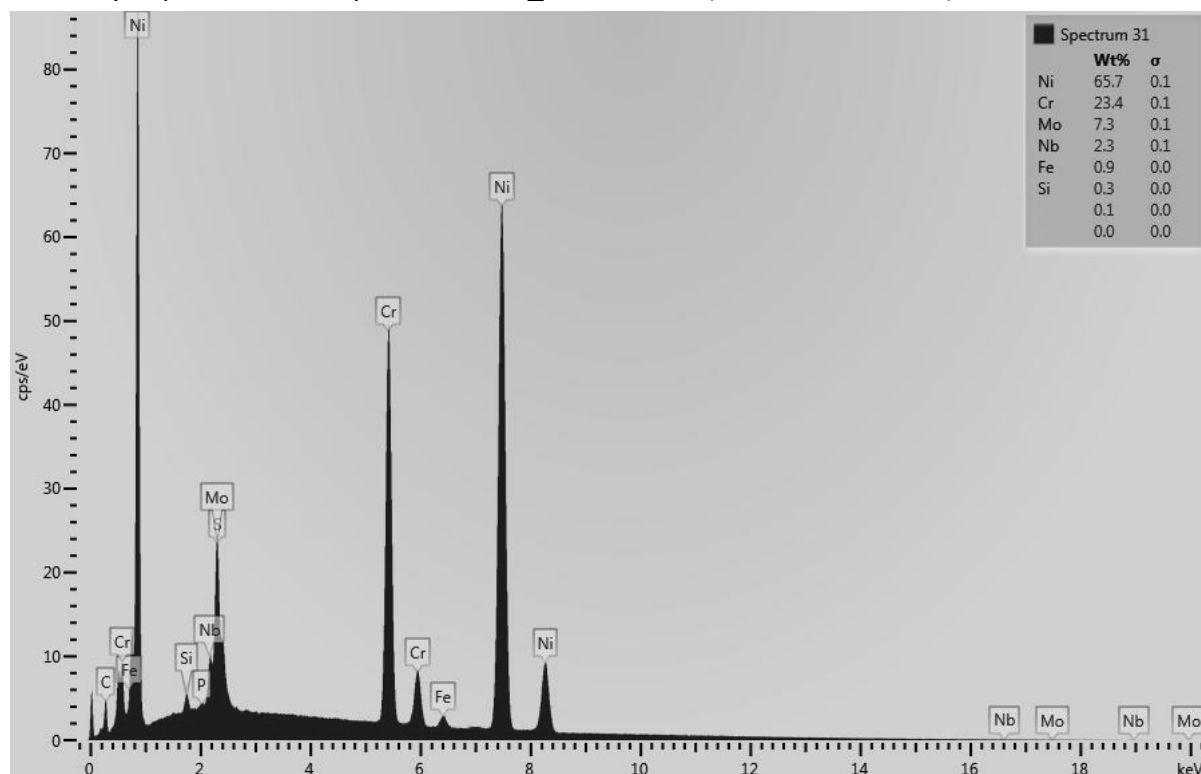
Obr. 61: E2_2000/120/0; **POZICE 1**; makroskopické zachycení housenky laserového návaru; vtisky po měření mikrotvrdosti včetně číselného označení vtisků; leptáno; zvětšeno 25 x



Obr. 62: E2_2000/120/0; **POZICE 4**; makroskopické zachycení housenky laserového návaru; vtisky po měření mikrotvrdosti včetně číselného označení vtisků; leptáno; zvětšeno 25 x

Následující analýzou bylo měření lokálního chemického složení s využitím řádkovacího elektronového mikroskopu Tescan MIRA3 GMU a EDX analyzátoru. Oblast, definovaná pro měření chemického složení, byla vždy umístěna do těsné blízkosti vtisku po měření mikrotvrdosti. Plocha pro náběr EDX spektra byla totožná pro všechna měření a byla rovna

2500 μm^2 . Na Obr. 63 je zachyceno rozložení EDX spektra včetně naměřeného obsahu chemických prvků v hm. % pro vzorek E2_2000/120/0 (**POZICE 1**; VTISK 1).



Obr. 63: Energetické spektrum EDX analýzy chemického složení vzorku E2_2000/120/0; **POZICE 1**; VTISK 1 včetně uvedení naměřeného obsahu chemických prvků v hm. %

Závěrečnou analýzou, která byla provedena pro detekci heterogenity laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) a E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) bylo měření mezidendritické vzdálenosti. Měřena byla vždy vzdálenost primárních os dendritů a to v oblasti přilehlé k vtisku po měření mikrotvrdomosti. Mezidendritická vzdálenost byla hodnocena za pomoci světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M s využitím softwaru Axiovision. Celkem bylo provedeno 5 měření vzdálenosti primárních os dendritů pro každou oblast a rovněž byla stanovena směrodatná odchylka měření.

Naměřené hodnoty mikrotvrdomosti HV 0,1, údaje o lokálním chemickém složení a mezidendritické vzdálenosti (včetně uvedení směrodatné odchylky měření) pro vzorky E2_2000/120/0 (**POZICE 1**); E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) jsou sumarizovány v Tab. 25, resp. Tab. 26.

Tab. 25: E2_2000/120/0; **POZICE 1**; mikrotvrдость HV 0,1; lokální chemické složení měřené pomocí EDX chemické analýzy – obsah prvků v hmotnostních procentech; mezidendritická vzdálenost primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření

E2_2000/120/0 (POZICE 1)									
Vtisk	Mikrotvrдость HV 0,1	Lokální chemické složení (v oblasti přilehlé k vtisku) měřené pomocí EDX analýzy – obsah prvků v hmotnostních %							Mezidendritická vzdálenost (v oblasti přilehlé k vtisku) primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření [μm]
		Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Si	Ostatní	
1	295	65,7	23,4	7,3	2,3	0,9	0,3	S 0,1	4,5 ± 0,6
2	275	64,6	23,3	7,4	3,1	1,1	0,4	S 0,1	6,4 ± 1,4
3	291	64,8	23,3	7,2	3,4	0,9	0,3	S 0,2	5,5 ± 1,3
4	300	65,7	23,4	7,2	2,5	0,9	0,3	S 0,1	6,8 ± 0,7
5	337	64,5	23,1	7,7	2,8	1,5	0,3	S 0,1	7,2 ± 1,2
6	277	64,6	23,1	7,6	3,5	0,8	0,3	S 0,2	7,5 ± 1,1
7	275	64,0	23,2	7,8	3,5	1,1	0,4	S 0,1	6,4 ± 1,4
8	280	65,2	23,3	7,5	2,7	0,9	0,3	S 0,1	5,0 ± 0,3
9	251	65,6	23,4	7,4	2,4	0,8	0,3	S 0,1	7,7 ± 0,1
10	269	65,6	23,3	7,2	2,1	1,5	0,3	S 0,1	6,9 ± 0,4
11	258	65,2	23,4	7,5	2,9	0,6	0,3	S 0,1	5,5 ± 0,9
12	290	66,1	23,7	6,9	1,9	0,9	0,3	S 0,1	6,3 ± 0,8
13	307	63,5	23,1	8,0	4,0	0,8	0,4	S 0,2	6,4 ± 0,8
14	266	63,5	22,9	8,0	4,2	0,8	0,4	S 0,2	6,3 ± 0,7
15	275	64,4	23,1	8,0	3,4	0,8	0,3	S 0,1	7,4 ± 0,6
16	255	64,2	23,1	8,2	3,4	0,5	0,4	S 0,1	9,8 ± 1,2
17	272	66,0	23,5	7,3	2,3	0,6	0,3	S 0,1	7,2 ± 0,6
18	283	66,0	23,2	7,1	2,4	0,8	0,3	S 0,1	6,7 ± 1,7
19	267	63,3	23,1	8,0	4,3	0,8	0,3	S 0,1	8,0 ± 0,4
20	281	64,7	23,4	7,7	3,4	0,5	0,3	S 0,1	9,3 ± 1,6
21	265	64,9	23,2	7,6	3,2	0,5	0,3	S 0,2	9,1 ± 0,8
22	260	60,9	21,4	7,0	2,5	7,8	0,3	S 0,1	9,6 ± 1,2
23	277	66,7	23,3	7,1	2,0	0,5	0,2	S 0,1	9,9 ± 0,9
24	272	66,7	23,4	6,9	2,0	0,5	0,3	S 0,2	9,5 ± 0,4
25	256	66,2	23,5	7,4	2,2	0,3	0,3	S 0,1	10,1 ± 1,2

K prokázání předpokládané chemické heterogenity laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) byla provedena podrobná analýza dat, naměřených a uvedených v Tab. 25. Jelikož není cílem autorky disertační práce hodnotit plochu laserového návaru jako celek, ale snahou je zejména postihnout především drobné nuance, jsou naměřená data z Tab. 25 interpretována samostatně a nikoliv jako celek s určitým vývojovým trendem.

Naměřené hodnoty mikrotvrđosti se dle výsledků uvedených v Tab. 25 pohybovaly v rozmezí od 251 HV 0,1 (VTISK 9) až po 337 HV 0,1 (VTISK 5). Rozdíl tedy v maximální

a v minimální experimentálně zjištěné hodnotě mikrotvrdosti dosahoval 86 jednotek Vickerse, přičemž průměrná hodnota mikrotvrdosti stanovená aritmetickým průměrem z 25 provedených měření byla 277 ± 18 HV 0,1. Široký interval naměřených hodnot mikrotvrdosti na ploše příčného řezu laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) vypovídá o strukturní a chemické heterogenitě návaru, nicméně nevysvětluje příčinu tohoto jevu. Zde existuje několik možných vysvětlení, z nichž pravá podstata je pravděpodobně kombinací několika níže uvedených faktorů:

- ▶ Nestacionární teplotní pole v tavné lázni během procesu tuhnutí způsobuje chemickou heterogenitu laserového návaru.
- ▶ V tavné lázni laserového návaru jsou uplatňovány zákony proudění kapalin.
- ▶ Do tavné lázně laserového návaru se vlivem promíšení dostávají chemické prvky substrátu.
- ▶ Nelze předpokládat vznik a stabilitu rovnovážných struktur, definovaných pomocí binárních a ternárních diagramů.
- ▶ Přítomnost karbidů, precipitátů, intermediálních fází ve struktuře laserového návaru.
- ▶ Cyklické teplotní zatěžování zhotoveného návaru, ke kterému dochází vlivem laserového navařování vedlejších housenek, v kombinaci s ohřevem substrátu, napomáhá nukleaci precipitátů ve struktuře.
- ▶ Mechanické zpevňování slitin na bázi niklu.

Ve snaze zachytit chemickou heterogenitu laserového návaru měřením lokálního chemického složení, byl za pomoci SEM a EDX analyzátoru stanoven obsah chemických prvků v oblastech přilehlých kvrtisku po předchozím měření mikrotvrdosti. I přesto, že zvolená metoda měření chemického složení je z vědeckého hlediska zatížena jistou nepřesností, jsou naměřené hodnoty obsahu chemických prvků v hm. % (Tab. 25) relevantní, o čemž svědčí jejich porovnání s údaji o chemickém složení přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) deklarovanými výrobcem (viz. Tab. 7). Z naměřených obsahů Ni; Cr; Mo; Nb a Si v laserovém návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**; VTISK 1 ÷ 25) nelze vyvodit žádné vypovídající závěry. Nicméně autorka disertační práce zde považuje za důležitou koncentraci Fe, která na povrchu laserového návaru (VTISK 1 ÷ 5) pohybuje v intervalu $0,9 \div 1,5$ hm. %. Jedná se až o 5 x vyšší koncentraci Fe, než je udávána v materiálovém listu výrobce přídatného prášku. Koncentrace Fe se dále lineárně snižuje se vzdáleností od hranice ztavení, kde dosahuje „tabulkových“ hodnot. Tento jev lze vysvětlit Marangoniho prouděním v tavné lázni, kdy se kapalina pohybuje podél fázového rozhraní (popsáno v teoretické rešerši předložené disertační práce v Kapitole 2.6).

Poslední sloupec v Tab. 25 zahrnuje naměřené hodnoty mezidendritické vzdálenosti primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření. Celkem bylo provedeno 5 měření vzdálenosti primárních os dendritů a to v oblasti přilehlé kvrtisku po měření mikrotvrdosti. Dosažené výsledky vypovídají o zvyšující se mezidendritické vzdálenosti primárních os dendritů se snižující se vzdáleností od hranice ztavení.

Tab. 26: E2_2000/120/0; **POZICE 4**; mikrotvrdość HV 0,1; lokální chemické složení měřené pomocí EDX chemické analýzy – obsah prvků v hmotnostních procentech; mezidendritická vzdálenost primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření

E2_2000/120/0 (POZICE 4)									
Vtisk	Mikrotvrdość HV 0,1	Lokální chemické složení (v oblasti přilehlé k vtisku) měřené pomocí EDX analýzy – obsah prvků v hmotnostních %							Mezidendritická vzdálenost (v oblasti přilehlé k vtisku) primárních os dendritů včetně směrodatné odchylky měření [μm]
		Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Si	Ostatní	
1	245	58,1	20,9	6,2	2,6	11,7	0,3	S 0,2	8,2 ± 1,1
2	231	58,3	20,9	6,7	1,8	11,9	0,3	S 0,1	5,5 ± 1,1
3	233	56,5	20,1	6,5	2,1	14,4	0,3	S 0,1	6,5 ± 0,8
4	252	58,1	21,2	7,3	2,8	10,3	0,3	S 0,1	5,2 ± 0,4
5	226	57,8	21,0	6,9	2,3	11,6	0,3	S 0,1	8,0 ± 1,1
6	234	57,9	20,8	7,6	2,9	10,2	0,4	S 0,2	6,0 ± 0,5
7	249	59,1	20,7	6,2	1,5	12,3	0,2	S 0,1	5,8 ± 0,4
8	253	54,1	19,4	5,8	1,9	18,5	0,2	S 0,1	8,1 ± 1,3
9	256	59,9	21,3	6,1	1,4	10,9	0,3	S 0,1	10,2 ± 1,0
10	240	56,1	20,6	7,0	3,6	12,2	0,3	S 0,1	7,4 ± 0,7
11	246	57,2	20,9	6,7	4,7	10,0	0,3	S 0,2	7,8 ± 2,3
12	249	56,4	21,0	7,2	5,2	9,7	0,4	S 0,1	7,2 ± 0,1
13	260	56,6	21,0	7,7	4,3	9,8	0,4	S 0,2	10,9 ± 2,3
14	254	56,3	20,7	7,4	3,4	11,6	0,4	S 0,2	8,1 ± 0,5
15	253	59,1	21,4	7,0	2,8	9,2	0,3	S 0,2	6,1 ± 0,2
16	247	57,5	20,3	6,2	1,9	13,7	0,3	S 0,1	5,6 ± 0,3
17	259	59,5	21,1	6,9	2,6	9,6	0,3	S 0,1	9,0 ± 0,7
18	265	53,4	20,2	7,5	4,1	14,3	0,4	S 0,2	9,8 ± 0,5
19	254	55,4	19,6	5,8	1,4	17,5	0,2	S 0,1	7,3 ± 1,2
20	246	59,1	21,6	7,0	2,1	9,8	0,3	S 0,3	9,9 ± 1,2
21	244	58,1	21,3	7,2	3,7	9,3	0,3	S 0,1	10,1 ± 0,3
22	239	56,8	20,7	6,3	1,9	13,4	0,3	S 0,1	10,9 ± 0,9
23	254	60,8	21,4	6,6	1,9	8,8	0,2	S 0,1	10,5 ± 0,7
24	259	58,2	21,5	7,5	3,7	8,7	0,4	S 0,1	9,9 ± 1,2
25	260	60,9	21,7	6,8	2,0	8,2	0,2	S 0,1	10,3 ± 0,6

Porovnáním experimentálně naměřených dat z Tab. 25 a 26 lze vyhodnotit rozdíly v mikrotvrdości, chemickém složení a vzdálenosti primárních os dendritů, které byly detekovány v počáteční (**POZICE 1**) a konečné oblasti (**POZICE 4**) tvorby laserového návaru E2_2000/120/0.

Průměrná hodnota mikrotvrdości včetně směrodatné odchylky měření dosahovala u vzorku E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) 248 ± 11 HV 0,1. Tato hodnota mikrotvrdości byla opět stanovena aritmetickým průměrem z 25 provedených měření. V porovnání s průměrnou hodnotou mikrotvrdości u laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) se jedná o rozdíl

celkem 29 jednotek Vickerse, nicméně při akceptování směrodatné odchylky měření jsou výsledky mikrotvrdosti totožné.

V oblasti měření lokálního chemického složení jsou odlišnosti mezi počáteční (**POZICE 1**) a konečnou (**POZICE 4**) fází formování laserového návaru E2_2000/120/0 již jednoznačné. S postupujícím procesem navařování dochází v laserovém návaru k navyšování obsahu Fe při současném snižování koncentrace Ni; Cr; Mo a Nb. Paradoxně obsah Si zůstává zachován.

Měření vzdálenosti primárních os dendritů bylo provedeno a vyhodnoceno totožně u vzorků laserových návarů E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) a E2_2000/120/0 (**POZICE 4**). Odlišnosti ve vzdálenosti primárních os dendritů lze zachytit především v oblasti povrchů návarů. Zvolená metoda měření mezidendritické vzdálenosti pomocí světelného optického mikroskopu umožnila detekovat rozdíly ve vzdálenostech primárních os dendritů v oblastech povrchu laserového návaru. Nicméně k přesnému a spolehlivému měření vzdáleností v řádech jednotek mikrometrů je nezbytné použít zobrazovací techniku s vyšším rozlišením obrazu. Jelikož zde použitý světelný optický mikroskop dosáhl svých limitů, je měření mezidendritické vzdálenosti zatíženo vysokou chybou, která, jak je patrné z údajů v Tab. 25 a 26, se zvyšuje se snižující se měřenou mezidendritickou vzdáleností.

Výše uvedená a prokázaná chemická heterogenita laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1; POZICE 4**) není ojedinělým jevem, ale lze ji zachytit v určité míře u jakéhokoliv plošného laserového návaru. Dopad chemické heterogenity laserových návarů na korozní odolnost povrchu laserových návarů je předmětem výzkumu následující Kapitoly 6.7 předložené disertační práce.

6.7 Korozní zkoušky

V rámci realizace experimentálního programu předložené disertační práce byly provedeny 3 druhy korozních zkoušek. Jednalo se o Korozní zkoušku solnou mlhou, Cyklickou korozní zkoušku a Potenciodynamickou korozní zkoušku. Cílem korozních zkoušek bylo posoudit korozní odolnost v daném expozičním prostředí ve vazbě na:

- ▶ Vnitřní strukturu laserového návaru.
- ▶ Procento přidaného molybdenu do přídatného prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625).
- ▶ Promíšení laserového návaru a substrátu.
- ▶ Výskyt makrosegregačních oblastí v návaru.

Schematické znázornění rozřezu experimentálních vzorků laserových návarů včetně uvedení rozměrů vzorků pro analýzy korozní odolnosti je zobrazeno na Obr. 46.

Testování korozní odolnosti laserových návarů, připravených v rámci druhé části experimentálního programu, předcházelo obrobení exponované plochy návarů frézováním. Celkový úběr z povrchu laserového návaru byl 0,2 mm. Cílem obrábění bylo vytvoření kompaktní rovinné plochy návaru, která koresponduje s tzv. užitnou výškou návaru. Drsnost povrchu po frézování byla měřena pomocí světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M s využitím softwaru Axiovision na vzorku E2_2000/120/0. Frézováním bylo dosaženo plošné drsnosti Rz 6,3.

6.7.1 Korozní zkouška solnou mlhou

Korozní zkouška solnou mlhou byla provedena dle normy ČSN EN ISO 9227 (viz. [66]) v korozní komoře Q-FOG – CCT 600. Testováno bylo celkem 15 vzorků (viz. Tab. 22) ze 3 sérií laserem navařených povrchů, připravených v rámci experimentálního programu 2. Rozměry jednotlivých vzorků byly 80 x 45 x 50 mm, přičemž exponovaná plocha laserového návaru byla 80 x 45 mm.

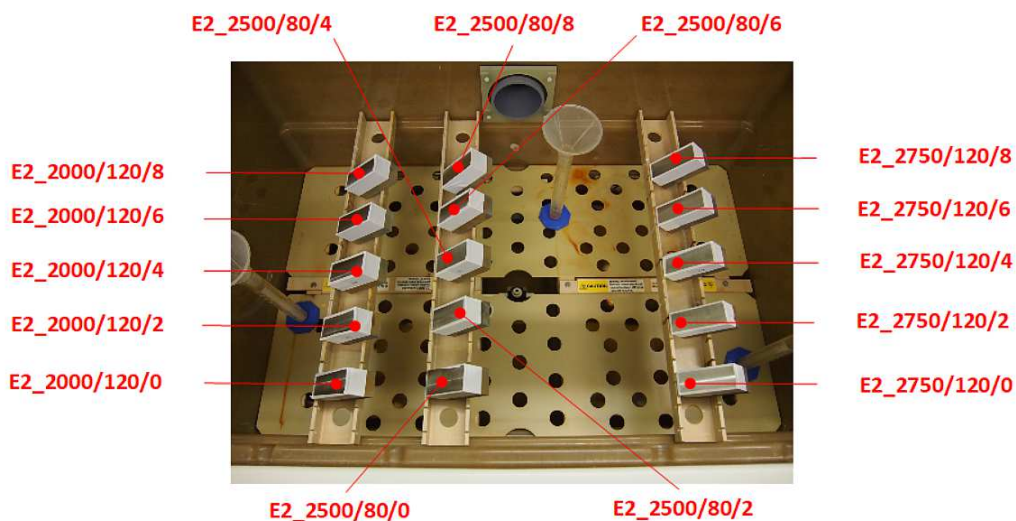
Celková výška vzorku byla 50 mm + výška návaru. Aby bylo zamezeno korodování substrátu především na rozhraní s návarem, byly boční plochy testovaných vzorků opatřeny teplotně odolnou lepicí páskou z PVC. Zároveň byla ochranná páska umístěna cca 3 - 4 mm od okraje korozně exponované plochy, za účelem zabránění kondenzace solného roztoku mezi páskou a vzorkem. Veškeré vzorky byly před začátkem testování očištěny ethanolem.

Obr. 64 zachycuje makrosnímek laserového návaru vzorku E2_2500/80/8 opatřeného ochrannou PVC páskou před expozicí v korozní komoře.



Obr. 64: E2_2500/80/8; úprava vzorku pomocí pásky z PVC

Na Obr. 65 jsou zobrazeny testované vzorky, umístěné v korozní komoře pod úhlem $30 \div 35^\circ$ ke svislé ose, před začátkem solného testu.



Obr. 65: Umístění vzorků v korozní komoře Q-FOG – CCT 600 před začátkem testování; popis vzorků

Podmínky Korozní zkoušky v solné mlze (včetně použitých volitelných parametrů) jsou detailně uvedeny v Tab. 27. Expozičním prostředím byl roztok chloridu sodného v deionizované vodě o koncentraci $50 \text{ g/l} \pm 5 \text{ g/l}$. Hodnota pH solného roztoku byla měřena indikátorovým papírkem s úzkým rozsahem pH, který umožňuje stanovení hodnoty pH s přesností 0,3. Rozprašování solné mlhy bylo realizováno pomocí stlačeného čistého vzduchu o automaticky regulované teplotě a vlhkosti. V průběhu korozního testu byla uvnitř komory umístěna 2 sběrná zařízení pro zachycení spadu solné mlhy. Během testování byla prováděna periodická kontrola stavu napadení povrchů vzorků korozi.

Tab. 27: Korozní zkouška solnou mlhou dle ČSN EN ISO 9227; parametry zkoušky

Parametry Korozní zkoušky solnou mlhou	Upřesnění parametrů	Kvantitativní vyjádření veličiny, parametru
Expoziční prostředí	Roztok chloridu sodného v deionizované vodě	5 ± 1 %
Hodnota pH	PH solného roztoku	6,5 – 7,2
Rozprašovací přetlak	Tlak stlačeného vzduchu	98 ± 10 kPa
Spad mlhy	Sběrací zařízení o ploše 80 cm ² sloužící k zachycování spadu mlhy solného roztoku	1,6 ml/h
Teplota	Teplota uvnitř korozní komory v průběhu testu	35 ± 2 °C
Doba trvání zkoušky	Doba expozice zkušebních vzorků v prostředí solné mlhy	240 h

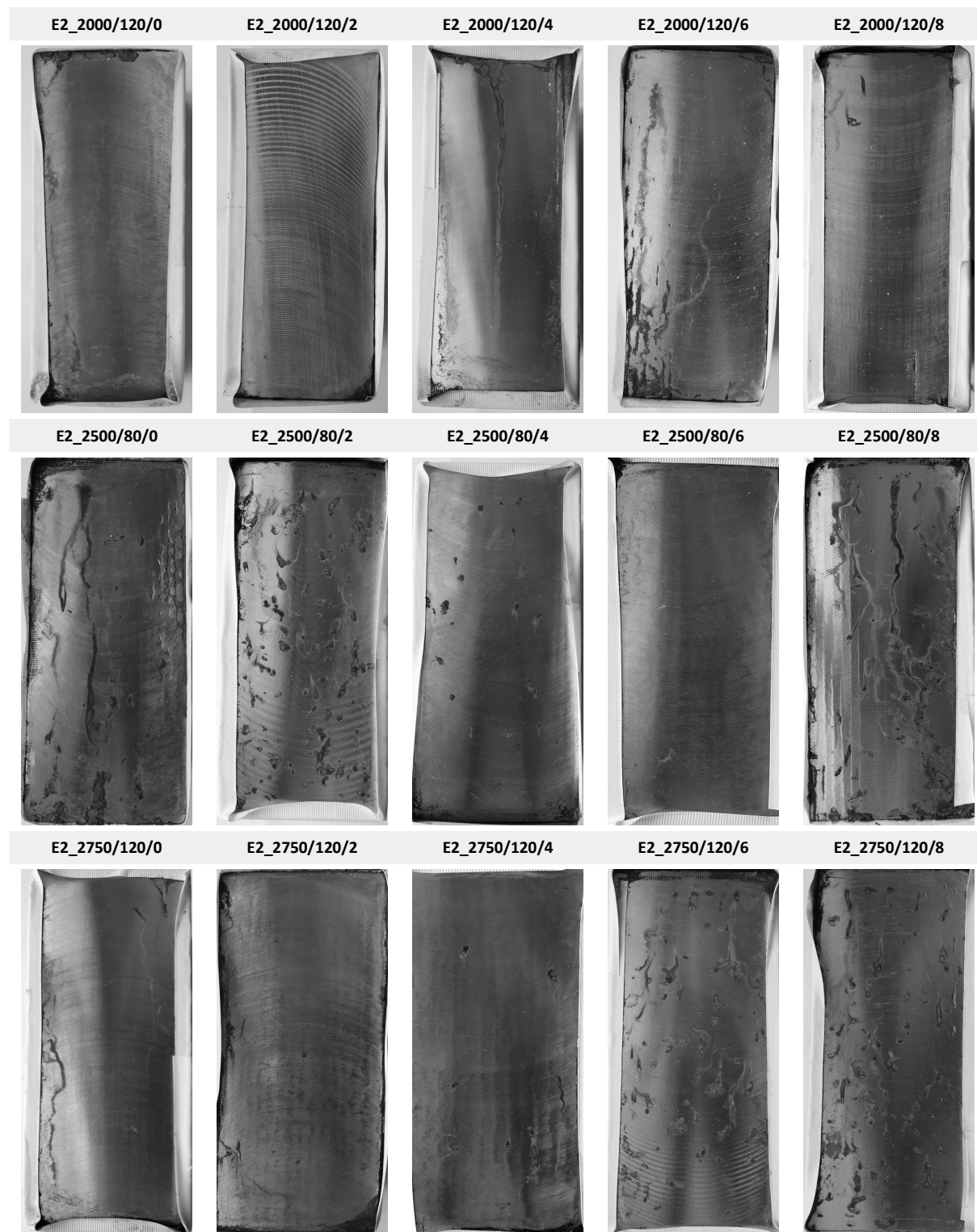
Po uplynutí doby trvání zkoušky byly testované vzorky z korozní komory vyjmuty, očištěny oplachem ve vlažné vodě a vysušeny proudem vzduchu.

Vyhodnocení korozního napadení povrchu laserových návarů bylo provedeno vizuálně kvantitativním vyjádřením procentuálního podílu exponované plochy napadeného korozí. Hodnocení probíhalo ve shodě s normou ČSN EN ISO 10289 - Metody korozních zkoušek kovových a jiných anorganických povlaků na kovových podkladech – Hodnocení vzorků a výrobků podrobených korozním zkouškám (viz. [67]). Vyhodnocení korozního napadení laserových návarů dle ČSN EN ISO 10289 je přehledně sumarizováno v Tab. 28.

Tab. 28: Vyhodnocení Korozní zkoušky solnou mlhou dle ČSN EN ISO 10289

Označení vzorku	Obsah přidaného molybdenu [hm. %]	Vyhodnocení dle ČSN EN ISO 10289		
		Podíl plochy vzorku napadené korozí [%]	Stupeň ochrany R _p	Typy vad zjištěné na základě vizuální kontroly
E2_2000/120/0	0	0,10	9	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2000/120/2	2	0,10	9	Korozní důlky
E2_2000/120/4	4	0,25	8	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2000/120/6	6	0,50	7	Korozní důlky
E2_2000/120/8	8	0,25	8	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2500/80/0	0	1,00	6	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2500/80/2	2	5,00	4	Korozní důlky
E2_2500/80/4	4	0,50	7	Korozní důlky
E2_2500/80/6	6	0,10	9	Korozní důlky
E2_2500/80/8	8	5,00	4	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/0	0	0,10	9	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/2	2	0,25	8	Korozní důlky
E2_2750/120/4	4	0,25	8	Korozní důlky
E2_2750/120/6	6	2,50	5	Korozní důlky
E2_2750/120/8	8	5,00	4	Korozní důlky

Makroskopické zachycení povrchů laserových návarů po provedené Korozní zkoušce v solné mlze je uvedeno na Obr. 66.

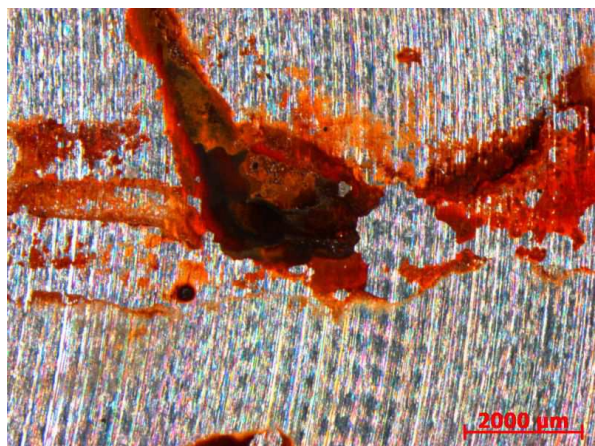


Obr. 66: Makrosnímky laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu po Korozní zkoušce v solné mlze; Zkouška byla provedena dle ČSN EN ISO 9227; doba trvání zkoušky 240 h

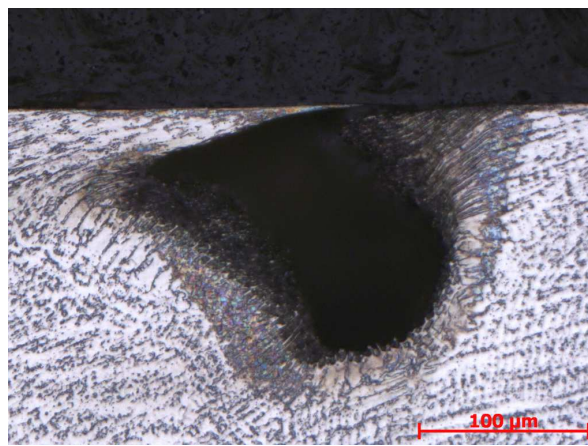
Metalografické hodnocení

Na testovaných laserových návarech Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu byly po Korozní zkoušce solnou mlhou při vizuálním hodnocení zachyceny 2 druhy vad. Jednalo se o korozní důlky a korozní praskliny. Pro popis mechanismu vzniku a šíření výše uvedených korozních vad v laserovém návaru bylo provedeno metalografické hodnocení v místě výskytu vady. Z makroskopického pohledu byly vzniklé vady zachyceny v rovině povrchu návaru pomocí stereolupy Nikon SMZ 800 (viz. Obr. 67; 69). Následně byly připraveny příčné metalografické výbrusy z detekovaných korozních vad a za pomoci světelného mikroskopu byly zkoumány charaktery a procesy postupu korozního napadení laserových návarů. V diskusi výsledků předložené disertační práce (viz. Kapitola 7) jsou dále dány do souvislosti technologické aspekty procesu laserového navařování experimentálních vzorků s materiálovou podstatou vzniku korozních důlků a korozních prasklin.

Metalografické hodnocení korozních důlků bylo provedeno na vzorku E2_2000/120/4. Příčný řez korozním důlkem je zachycen na Obr. 68. Z Obr. 68 je jasně patrná plastická deformace povrchu laserového návaru v oblasti iniciace koroze.

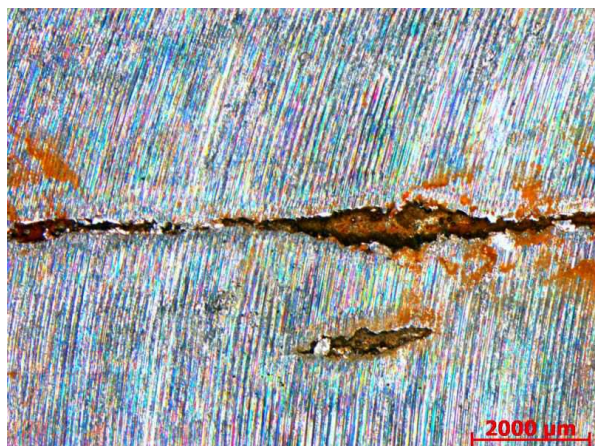


Obr. 67: E2_2000/120/4; korozní důlek; zvětšeno 10 x



Obr. 68: E2_2000/120/4; příčný řez korozním důlkem; plastická deformace povrchu laserového návaru; leptáno; zvětšeno 200 x

Metalografické hodnocení korozních prasklin bylo provedeno na vzorcích E2_2000/120/8 a E2_2500/80/8. Na Obr. 70 je zachycen příčný řez korozní prasklinou detekovanou na povrchu laserového návaru E2_2000/120/8. I přes použité 100 násobné zvětšení je z metalografického snímku jasně patrná deformačně ovlivněná oblast povrchu laserového návaru. Obdobný případ zachycující iniciaci a rozvoj korozní praskliny v oblasti plastické deformace povrchu laserového návaru E2_2500/80/8 je uveden na metalografických snímcích na Obr. 71 a 72.



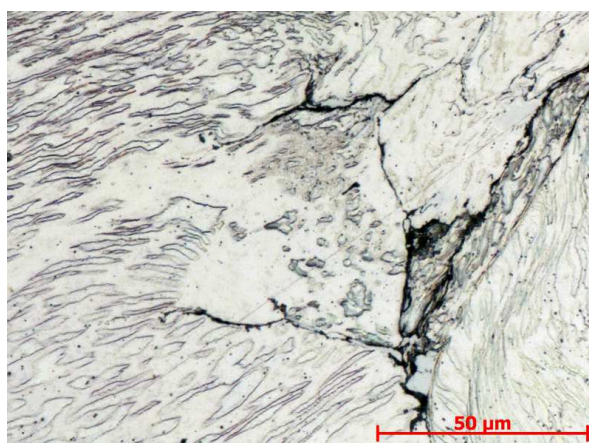
Obr. 69: E2_2000/120/8; korozní prasklina; zvětšeno 10 x



Obr. 70: E2_2000/120/8; příčný řez korozní prasklinou; deformace povrchu laserového návaru; leptáno; zvětšeno 500 x



Obr. 71: E2_2500/80/8; příčný řez korozní prasklinou na povrchu laserového návaru; leptáno; zvětšeno 200 x



Obr. 72: E2_2500/80/8; postup korozní praskliny do podpovrchových oblastí; leptáno; zvětšeno 500 x

Korozní zkouška solnou mlhou neprokázala jednoznačný trend vlivu obsahu molybdenu na korozní odolnost laserem navařené slitiny Inconel 625.

Série vzorků připravená za technologických podmínek laserového navařování ($P = 2000 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$) nevykazovala se zvyšujícím se obsahem molybdenu v přídatném prášku pro navařování výraznou odchylku v korozní odolnosti.

Série vzorků laserem navařená za podmínek $P = 2500 \text{ W}$; $F/S = 80 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$ byla korozi napadena bez zjevné závislosti mezi obsahem molybdenu ve struktuře návarů a korozní odolností laserem navařených povrchů.

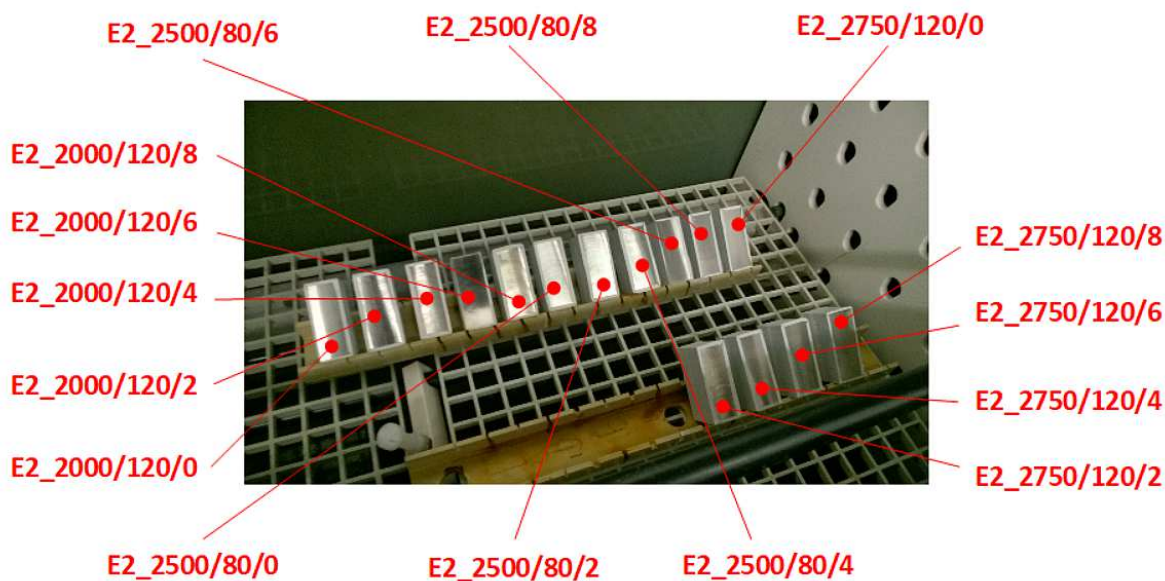
Série vzorků připravená za podmínek laserového navařování ($P = 2750 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$) vykazovala jednoznačný nárůst procentuálního napadení povrchů návarů korozi se zvyšujícím se obsahem molybdenu v přídatném prášku pro laserové navařování EuTroLoy (Inconel 625). Zjištěné korozní defekty (korozní důlky, korozní praskliny) se prokazatelně vyskytovaly v lokálně deformačně ovlivněném povrchu laserových návarů.

6.7.2 Cyklická korozní zkouška

V rámci Evropské unie není Cyklická korozní zkouška normována, nicméně existuje řada např. automobilových společností (Volkswagen, Nissan, Renault, Volvo, atd.), které si definují podmínky cyklické korozní zkoušky v interních normách.

Testování korozní odolnosti laserových návarů, připravených v rámci druhé části experimentálního programu, bylo realizováno v cyklické korozní komoře VLM ClimaCORR 1000-TL FR.

Obdobně, jako v případě Korozní zkoušky solnou mlhou, i zde bylo testováno celkem 15 vzorků laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu. Rozměry jednotlivých vzorků byly 80 x 45 x 50 mm, přičemž plocha, exponovaná v korozním prostředí, byla 80 x 45 mm. Výška vzorků byla opět 50 mm + výška návaru. Aby bylo zamezeno korodování substrátu především na rozhraní s laserovým návarem, byly znovu boční plochy testovaných vzorků opatřeny teplotně odolnou lepící páskou z PVC. Zároveň byla ochranná páska umístěna cca 3 ÷ 4 mm od okraje korozně exponované plochy, za účelem zabránění kondenzace solného roztoku mezi páskou a vzorkem (viz. Obr 64). Povrchy laserových návarů byly před začátkem testování očištěny ethanolem. Na Obr. 73 jsou zobrazeny testované vzorky, umístěné v cyklické korozní komoře VLM ClimaCORR 1000-TL FR pod úhlem 30 ÷ 35 ° ke svislé ose, před začátkem korozního testování.



Obr. 73: Umístění vzorků v Cyklické korozní komoře VLM ClimaCORR 1000-TL FR před začátkem testu;
popis vzorků

Podmínky Cyklické korozní zkoušky včetně definování použitých volitelných parametrů zkoušky jsou detailně uvedeny v Tab. 29. Expozičním prostředím byl roztok chloridu sodného v deionizované vodě o koncentraci 50 g/l ± 5 g/l. Hodnota pH solného roztoku byla měřena indikátorovým papírkem s úzkým rozsahem pH, který umožňuje stanovení hodnoty pH s přesností 0,3. Cyklická korozní zkouška byla realizována opakovaným střídáním cyklu působení solné mlhy na exponovaný povrch laserových návarů (t = 10 min; T = 23 °C) a cyklu sušení (t = 50 min; T = 35 °C).

Během testování byla prováděna periodická kontrola stavu napadení povrchů vzorků korozi.

Tab. 29: Cyklická korozní zkouška; parametry zkoušky

Parametry Cyklické korozní zkoušky	Upřesnění parametrů	Kvantitativní vyjádření veličiny, parametru
Expoziční prostředí	Roztok chloridu sodného v deionizované vodě	5 ± 1 %
Hodnota pH	PH solného roztoku	6,5 – 7,2
Cyklus solné mlhy	Působení solné mlhy o neutrálním pH na povrch exponovaných vzorků	10 min při T = 23 °C
Cyklus sušení	Sušení povrchu exponovaných vzorků	50 min při T = 35 °C
Doba trvání zkoušky	Doba expozice zkušebních vzorků	200 h

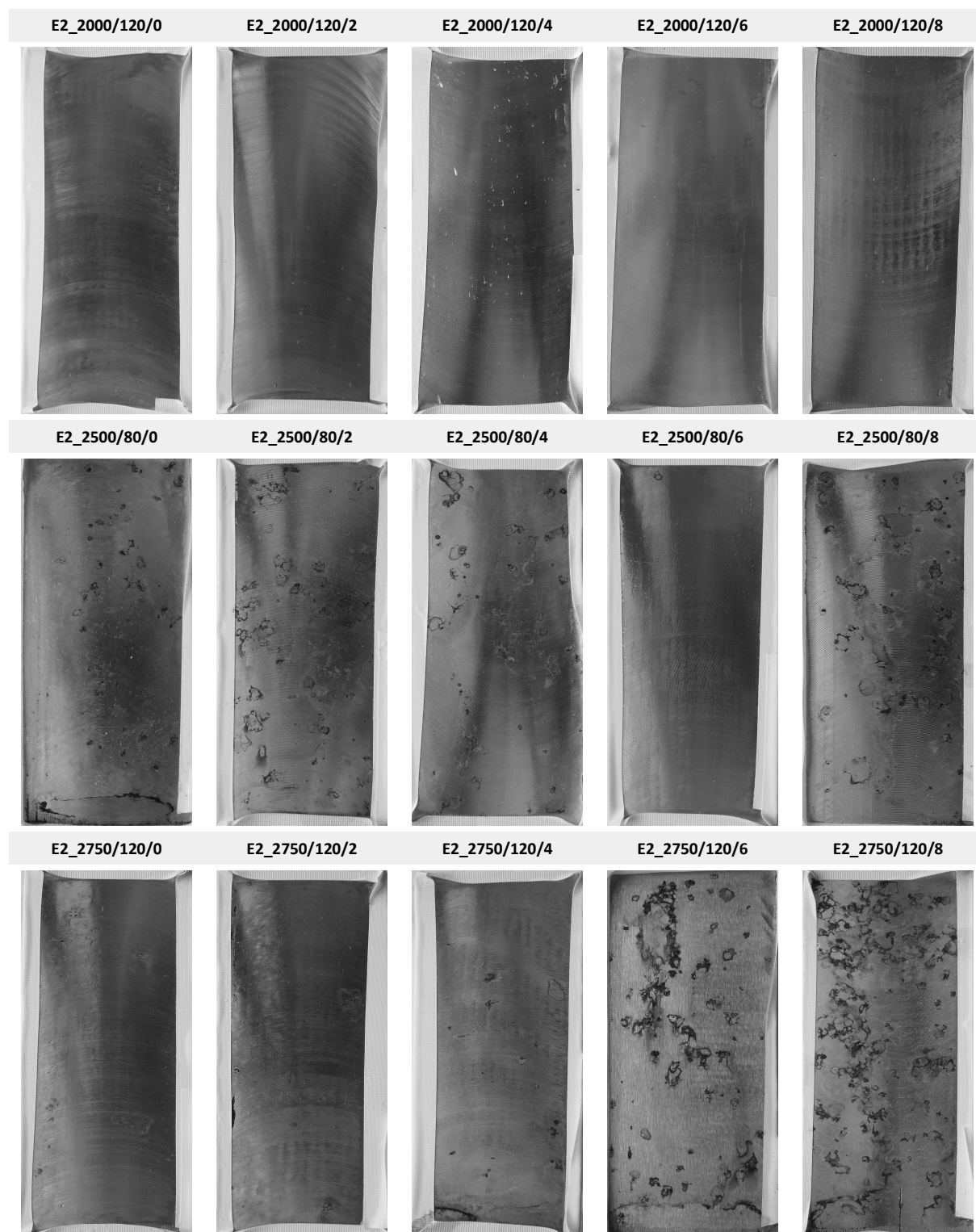
Po uplynutí doby trvání zkoušky byly testované vzorky z cyklické korozní komory vyjmuty, očištěny oplachem ve vlažné vodě a vysušeny proudem vzduchu.

Vyhodnocení korozního napadení povrchu laserových návarů bylo provedeno vizuálně kvantitativním vyjádřením procentuálního podílu exponované plochy napadené korozi. Jelikož, stejně tak jako samotná zkouška, není vyhodnocení cyklické korozní zkoušky normováno, bylo v rámci předložené disertační práce k hodnocení využito normy ČSN EN ISO 10289 - Metody korozních zkoušek kovových a jiných anorganických povlaků na kovových podkladech – Hodnocení vzorků a výrobků podrobených korozním zkouškám (viz. [67]). Vyhodnocení korozního napadení laserových návarů dle ČSN EN ISO 10289 je přehledně sumarizováno v Tab. 30.

Tab. 30: Vyhodnocení Cyklické korozní zkoušky dle ČSN EN ISO 10289

Označení vzorku	Obsah přidaného molybdenu [hm. %]	Vyhodnocení dle ČSN EN ISO 10289		
		Podíl plochy vzorku napadené korozi [%]	Stupeň ochrany R _p	Typy vad zjištěné na základě vizuální kontroly
E2_2000/120/0	0	0,10	9	Korozní důlky
E2_2000/120/2	2	0,10	9	Korozní důlky
E2_2000/120/4	4	0,25	8	Korozní důlky
E2_2000/120/6	6	0,10	9	Korozní důlky
E2_2000/120/8	8	0,10	9	Korozní důlky
E2_2500/80/0	0	1,00	6	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2500/80/2	2	1,00	6	Korozní důlky
E2_2500/80/4	4	0,50	7	Korozní důlky
E2_2500/80/6	6	0,10	9	Korozní důlky
E2_2500/80/8	8	0,50	7	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/0	0	0,10	9	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/2	2	0,10	9	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/4	4	0,25	8	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/6	6	10,00	3	Korozní důlky; vznik prasklin
E2_2750/120/8	8	25,00	2	Korozní důlky; vznik prasklin

Na Obr. 74 jsou zachyceny povrchy laserových návarů, které byly po dobu $t = 200$ h vystaveny Cyklické korozní zkoušce.

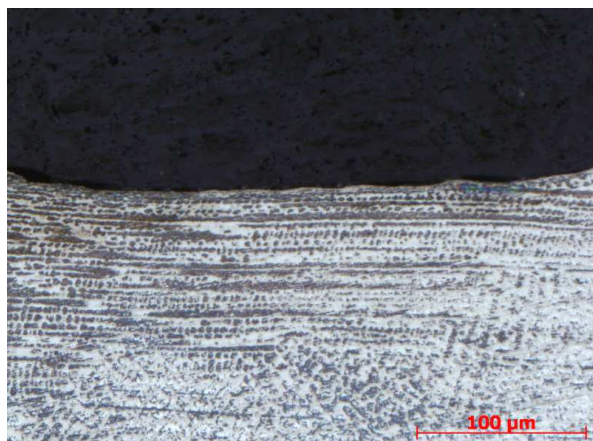


Obr. 74: Makrosnímky laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu po Cyklické korozní zkoušce; doba trvání zkoušky 200 h

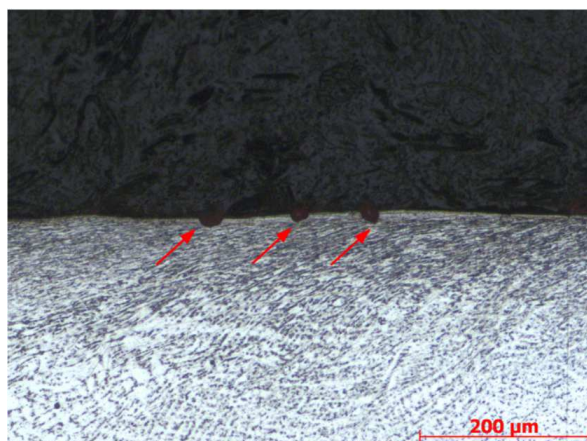
Metalografické hodnocení

Po ukončení Cyklické korozní zkoušky byly na povrchu exponovaných laserových návarů detekovány 2 druhy korozních vad: korozní důlky – tzv. bodová koroze (pitting) a korozní praskliny. Ze zjištěných korozních vad a zároveň ze vzorku E2_2000/120/0, kde bylo napadení povrchu korozí minimální, byly připraveny příčné metalografické výbrusy. Následně byly za pomoci světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M a řádkovacího elektronového mikroskopu Tescan MIRA3 GMU s EDX analyzátozem zachyceny zjištěné korozní vady a stav povrchu laserového návaru, který nebyl korozí nijak ovlivněn.

Obr. 75 dokumentuje stav povrchu vzorku E2_2000/120/0, který nebyl, i přes vystavení cyklicky korozně působícímu prostředí 5 % roztoku chloridu sodného, napaden korozí. Jedná se o atypický povrch laserového návaru tvořený kolumnárními dendrity s primárními osami dendritů orientovanými rovnoběžně s rovinou povrchu vzorku. Tento stav orientace primární osy dendritů je zapříčiněn předchozím obráběním povrchu laserového návaru, kdy byly za pomoci frézování odstraněny dendrity rostoucí kolmo na solidifikační frontu, tedy rostoucí ve směru kolmém k povrchu návaru.



Obr. 75: E2_2000/120/0; kolumnární dendrity na povrchu laserového návaru; leptáno; zvětšeno 200 x



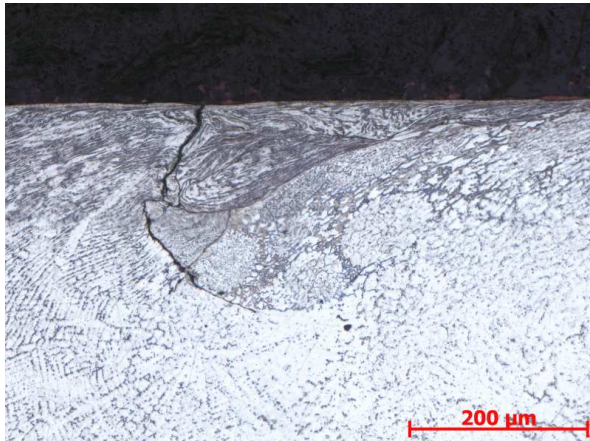
Obr. 76: E2_2750/120/2; příčný řez korozními důlky (viz. červené šipka); deformace povrchu laserového návaru; leptáno; zvětšeno 100 x

Jedním z detekovaných korozních defektů, který se vyskytoval na veškerých testovaných vzorcích laserových návarů byla bodová koroze. V zahraniční literatuře je tento druh koroze znám pod označení „pitting corrosion“.

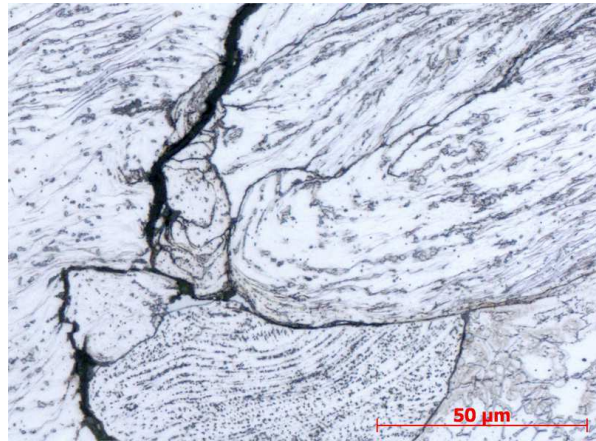
Jedná se o lokální napadení jinak odolného pasivního povrchu, vznikající za přítomnosti látek místně porušujících pasivní vrstvu. K iniciaci bodové koroze je zapotřebí dostatečná oxidační schopnost prostředí a přítomnost depasivujících iontů, nejčastěji chloridových [71]. Na Obr. 76 je zachycena bodová koroze povrchu laserového návaru vzorku E2_2750/120/2, která se iniciovala opět v místě deformačně ovlivnění povrchu laserového návaru.

Hodnocení korozních prasklin bylo provedeno taktéž na vzorku E2_2750/120/2. Snímky zachycující rozvoj a šíření korozní praskliny jsou uvedeny na Obr. 77; 78; 79. Iniciačním místem korozní praskliny byl samotný povrch laserového návaru, kde kombinace zbytkových tahových napětí, vyvolaných frézováním s příliš vysokou hloubkou řezu na 1 operaci, spolu s cyklickou korozní expozicí povrchu návaru, vyvolal v prvotní fázi bodovou korozi, která následně vlivem plastické deformace expandovala v korozní prasklinu. Přestože zachycené metalografické snímky korozní praskliny nevypovídají o interkrystalickém, popř. transkrystalickém šíření korozní praskliny, je možné na Obr. 78 jednoznačně pozorovat šíření

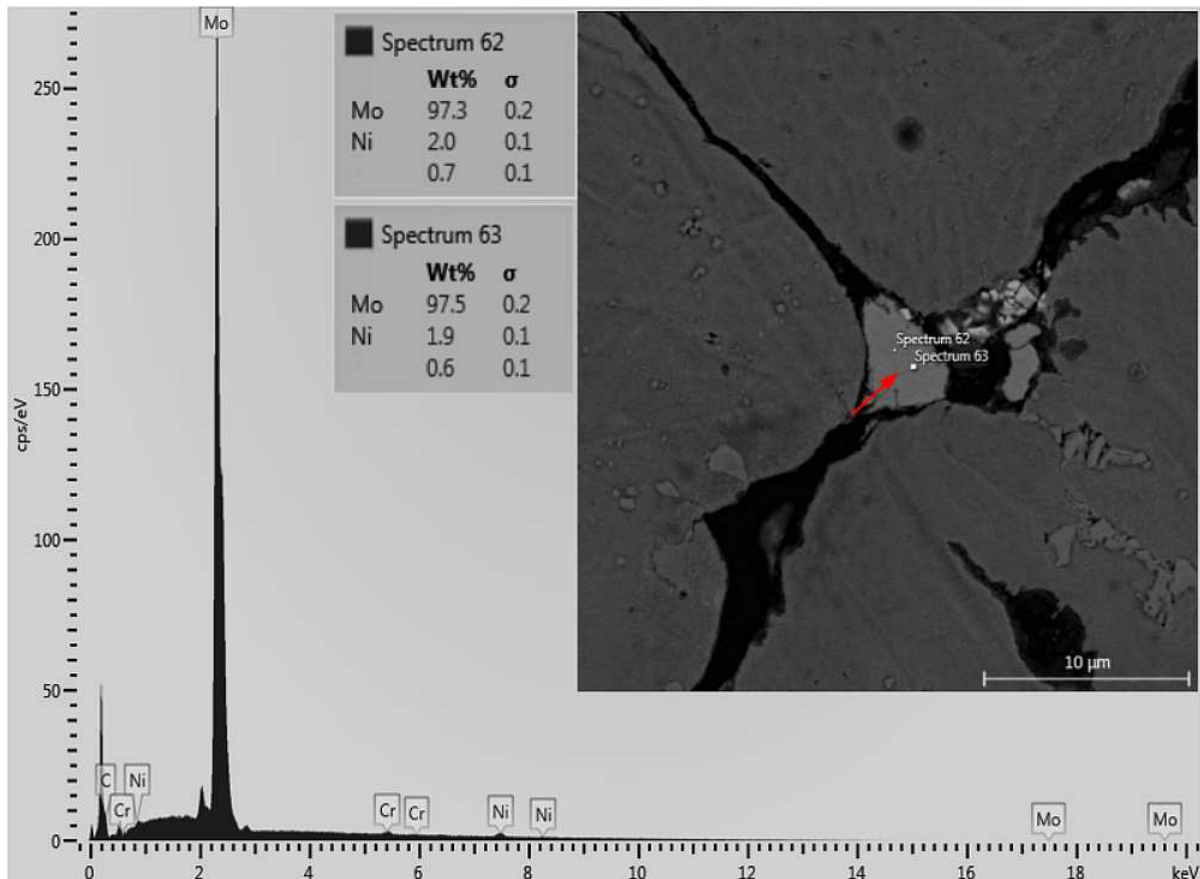
korozní praskliny podél hranic oblastí s rozdílnou plastickou deformací. S nejvyšší pravděpodobností byly po naleptání struktury takto zviditelněny oblasti s odlišným směrem růstu primární osy dendritů. V rámci budoucího výzkumu bude na vzorku E2_2750/120/2 provedena EBSD analýza pro potvrzení výše uvedené domněnky. Nicméně do předložené disertační práce nebylo možné, z důvodu její omezené kapacity, toto měření zařadit.



Obr. 77: E2_2750/120/2; korozní prasklina; plasticky deformovaný povrch laserového návaru; leptáno; zvětšeno 100 x



Obr. 78: E2_2750/120/2; rozvoj korozní praskliny v podpovrchových vrstvách laserového návaru; plastická deformace podpovrchových vrstev laserového návaru; leptáno; zvětšeno 500 x



Obr. 79: E2_2750/120/2; energetické spektrum (viz. červená šipka – Spectrum 63) EDX analýzy chemického složení částice molybdenu včetně uvedení naměřeného obsahu chemických prvků v hm. %

Na Obr. 79 je zachycen postup a rozvoj korozní praskliny v oblasti výskytu částice molybdenu. Dle energetického spektra EDX analýzy chemického složení (viz. Obr. 79) a citační literatury [39] je detekovaná částice pravděpodobně karbidem molybdenu, případně intermediální fází molybdenu, jež se přednostně vylučují po hranici zrna u Ni-Cr-Mo slitin.

Z provedené Cyklické korozní zkoušky nelze stanovit a potvrdit jakoukoliv závislost mezi obsahem molybdenu v laserovém návaru Inconel 625 a korozní odolností povrchů návarů.

U série laserem navařených vzorků za procesních podmínek ($P = 2000 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$) bylo napadení povrchů laserových návarů korozí minimální. Z detekovaných korozních vad byla u této série návarů zaznamenána přítomnost pouze bodové koroze (pitting).

Série vzorků, která byla laserem navařena za technologických podmínek procesu $P = 2500 \text{ W}$; $F/S = 80 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$, byla korozí napadena bez zjevné závislosti mezi obsahem molybdenu ve struktuře návarů a korozní odolností laserem navařených povrchů.

Poslední série cyklicky korozně testovaných laserových návarů Inconel 625 byla připravena za procesních podmínek $P = 2750 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$. Zde bylo pozorováno výrazné zhoršení korozní odolnosti laserových návarů Inconel 625 se zvyšujícím se obsahem molybdenu v přídatném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04.

6.7.3 Potenciodynamická korozní zkouška

Potenciodynamická korozní zkouška byla provedena na potenciostatu BioLogic SP-150. Naměřená data byla vyhodnocena s využitím softwaru EcLab 10.44. Při potenciodynamické korozní zkoušce byla nejprve měřena závislost ustáleného korozního potenciálu mezi pracovní (WE - „*WORKING ELECTRODE*“) a referenční elektrodou (RE - „*REFERENCE ELECTRODE*“) v závislosti na čase. Čas do ustálení hodnoty samovolného korozního potenciálu byl zvolen pro všechna měření totožně a to na $t_R = 30 \text{ min}$. Následně byla metodou lineární polarizace měřena závislost korozního proudu (přepočet na proudovou hustotu) na smíšeném korozním potenciálu zkušební vzorku v rozsahu intervalu E_i až E_L ($E_i = E_{corr} - 0,025 \text{ [V]}$; $E_L = E_{corr} + 0,025 \text{ [V]}$) vůči referenční elektrodě (RE). Extrapolací získaných Tafelových křivek a výpočtem s využitím softwaru EcLab 10.44 byly stanoveny polarizační odpor $R_p \text{ [mV]}$ a korozní rychlost $v_{corr} \text{ [}\mu\text{m/rok]}$.

Bývá zvykem uvádět hodnotu korozní rychlosti v jednotkách $[\text{mm/rok}]$, nicméně v případě laserem navařené slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu byly naměřené korozní rychlosti o 3 ÷ 4 řády nižší. Pro grafické znázornění a vzájemné porovnání korozní rychlosti u jednotlivých laserem navařených vzorků, připravených v rámci experimentálního programu 2, jsou tedy korozní rychlosti uváděny v $[\mu\text{m/rok}]$.

Podmínky potenciodynamické korozní zkoušky jsou přehledně sumarizovány v Tab. 31.

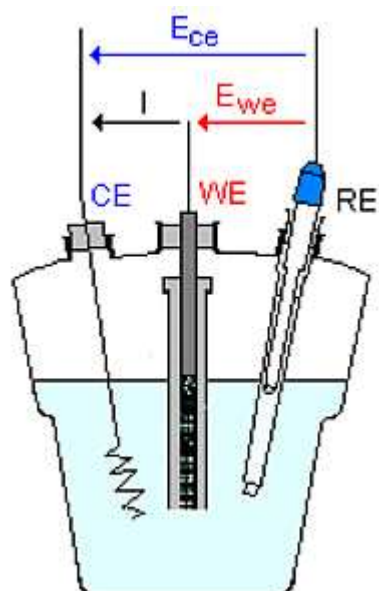
Tab. 31: Potenciodynamická korozní zkouška – podmínky měření

Vstupní parametry potenciodynamické korozní zkoušky	Kvantitativní vyjádření veličiny, parametru
Čas do ustálení hodnoty samovolného korozního potenciálu t_R	30 min
Rozsah měření korozního potenciálu E Range	-2;02 V
Zaznamenání hodnot elektrodového potenciálu E_{we} na pracovní elektrodě v závislosti na čase de/dt	0,166 $mV.s^{-1}$
Lineární polarizace v rozsahu ΔE	$\pm 0,025$ V
Plocha vzorku S	177 mm^2
Měrná hmotnost slitiny Inconel 625	8,4 $g.cm^3$
Ekvivalentní hmotnost slitiny Inconel 625	25,573 $g.ekvivalent^{-1}$

Schematické znázornění korozní cely potenciodynamické korozní zkoušky je uvedeno na Obr. 80. Analyzovaný vzorek laserového návaru byl zapojen jako pracovní elektroda WE. Referenční elektrodou RE byla kalomelová elektroda představující uzavřený systém rtuti pokryté chloridem rtuťnatým v roztoku chloridu draselného. Celý komplex je pak uložen ve skleněné baňce uzavřené gumovou čepičkou, zabraňující úniku roztoku a jeho vysychání.

Jako protielektroda CE („COUNTER ELECTRODE“) byl použit platinový drát o průměru 0,3 mm, jímž byl přiváděn do korozní cely proud vyvolávající změnu napětí mezi vzorkem a kalomelovou elektrodou.

Jako elektrolyt byl použit neutrální 3,5 % roztok NaCl v demineralizované vodě o hodnotě pH 7. Neutralita použitého roztoku elektrolytu byla vždy ověřena před každým měřením pomocí indikátorových papírků s úzkým rozsahem měření, umožňujících stanovit hodnotu pH s přesností 0,3.



- E_{ce} Smíšený korozní potenciál
- I Proud
- E_{we} Ustálený korozní potenciál
- CE Protielektroda – platinový drát
- WE Pracovní elektroda – vzorek laserového návaru
- RE Referenční kalomelová elektroda

Obr. 80: Schéma zapojení potenciodynamické korozní zkoušky [68]

Ke stanovení korozní odolnosti laserových návarů, připravených v rámci experimentálního programu 2, byly použity vzorky, jejichž umístění z pohledu celkové plochy návaru je schematicky vyznačeno na Obr. 46. Před samotným měřením byly povrchy laserových návarů aktivovány lehkým ručním broušením za pomoci brusného papíru. Poté byl povrch v oblasti umístění korozní cely řádně očištěn a osušen proudem vzduchu. Následovalo upnutí testovaného vzorku a korozní cely do upínacího přípravku, naplnění korozní cely elektrolytem a 3 elektrodové zapojení měřicího systému k potenciostatu.

Na každém vzorku laserového návaru byla provedena 3 měření, nicméně vzhledem k extrémě vysokým hodnotám odchylek výsledků měření nebyl jako závěr potenciodynamické korozní zkoušky vyhodnocen aritmetický průměr, nýbrž byly dílčí výsledky interpretovány samostatně, s ohledem na chemickou heterogenitu laserových návarů.

Výsledná impedanční data s údaji o naměřených hodnotách smíšeného korozního potenciálu E_{corr} , polarizačního odporu R_p (včetně uvedení $R_p \cdot S [Ohm.cm^2]$) a korozní rychlosti v_{corr} jsou shrnuta v Tab. 32; 34; 35.

U testovaný vzorků E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6 a E2_2000/120/8 se pohybovala hodnota ustáleného korozního potenciálu mezi pracovní a referenční elektrodou E_{corr} v intervalu od -379 mV do +97 mV. Hodnota potenciálu představuje míru oxidační schopnosti korozního prostředí [69].

I přes zdánlivě široké rozpětí intervalu naměřených korozních potenciálů se jedná o odchylky řádově ve stovkách milivoltů, které nemají pro následnou lineární polarizaci, průběh potenciodynamických křivek a stanovení hodnoty polarizačního odporu R_p a korozní rychlosti v_{corr} význam. Vypočtená hodnota polarizačního odporu se pro výše uvedené vzorky pohybovala v intervalu od 5.660Ω do 870.000Ω . Jelikož je výpočet polarizačního odporu (stejně tak jako korozní rychlosti) založen na znalosti hodnoty korozního proudu, je i výsledná korozní rychlost úměrná polarizačnímu odporu. Nejvyšší naměřená korozní rychlost byla $6,357 \mu m/rok$ a to u vzorku E2_2000/120/8. Obecně se za zanedbatelné korozní rychlosti u niklových slitin považují hodnoty korozních rychlostí $v_{corr} < 5 \mu m/rok$. I přes fakt, že tuto podmínku splňovalo 14 z 15 provedených měření u série laserem navařených vzorků při procesních podmínkách $P = 2000 W$; $F/S = 120 g/m$; $v = 30 cm/min$, lze v grafickém vyjádření v Grafu 18 pozorovat exponenciální nárůst korozní rychlosti v závislosti na procentu přidaného molybdenu v přídatném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). Dále je možné v Grafu 18 i v Tab. 32 vzájemně porovnat 3 stanovené hodnoty korozních rychlostí pro jednotlivé vzorky E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6 a E2_2000/120/8. Zde potenciodynamická zkouška svým lokálním měřením postihuje a znovu potvrzuje chemickou heterogenitu laserových návarů. Vzájemným porovnáním polarizačního odporu a korozní rychlosti u 3 měření v rámci jakéhokoliv z výše uvedených vzorků je více než jasně patrná odlišnost v průběhu elektrochemických reakcí korozních dějů v závislosti na umístění korozní cely na povrchu návaru. Pouze pro ilustraci jsou v Tab. 33 uvedeny aritmetické průměry včetně směrodatné odchylky měření korozních rychlostí laserových návarů ze série použitých procesních parametrů $P = 2000 W$; $F/S = 120 g/m$; $v = 30 cm/min$.

Tab. 32: E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6; E2_2000/120/8; naměřené a vypočtené hodnoty smíšeného korozního potenciálu E_{corr} polarizačního odporu R_p , polarizačního odporu vztahového na plochu měření $R_{p,S}$ a korozní rychlosti v_{corr}

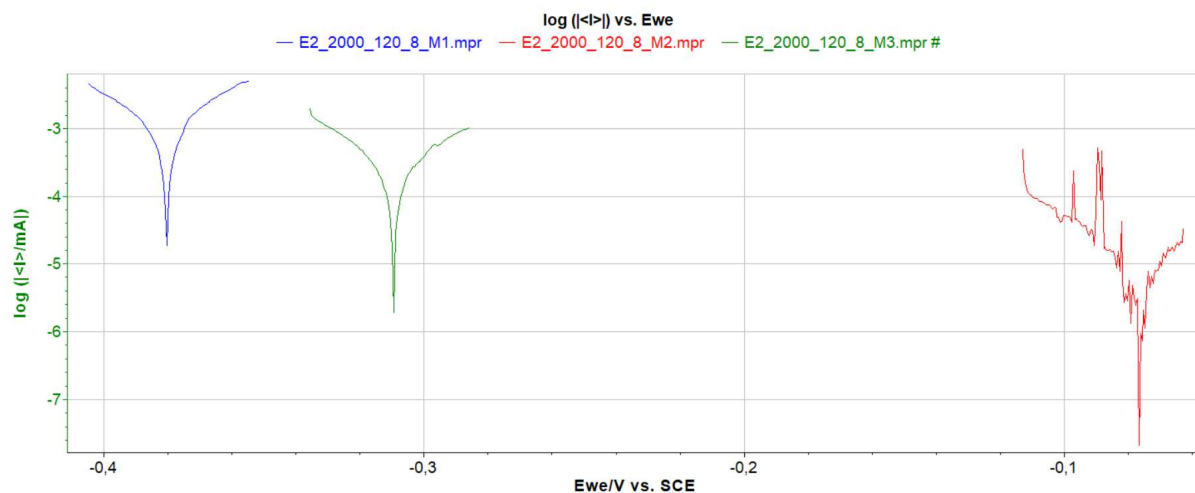
Označení vzorku	Počet měření	Korozní potenciál E_{corr} [mV vs Ref]	Polarizační odpor R_p [Ω]	Polarizační odpor $R_{p,S}$ [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	Korozní rychlost v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$]
E2_2000/120/0	1	72	430000	761100	0,115
	2	39	870000	1539900	0,019
	3	4	800650	141715	0,045
E2_2000/120/2	1	-14	410002	725704	0,037
	2	-12	485593	859500	0,166
	3	-14	410891	727277	0,038
E2_2000/120/4	1	-338	205522	363774	0,026
	2	25	715373	1266210	0,045
	3	-143	276408	489242	0,134
E2_2000/120/6	1	-269	18880	33418	2,125
	2	-243	22262	39404	1,430
	3	97	261168	462267	0,191
E2_2000/120/8	1	-379	5660	10018	6,357
	2	-88	727947	1288466	0,070
	3	-311	22411	39667	1,659

Tab. 33: Korozní rychlost vzorků E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6 a E2_2000/120/8 včetně směrodatné odchylky měření

Označení vzorku	Korozní rychlost v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$]; aritmetický průměr včetně směrodatné odchylky měření
E2_2000/120/0	0,060 \pm 0,040
E2_2000/120/2	0,080 \pm 0,060
E2_2000/120/4	0,068 \pm 0,047
E2_2000/120/6	1,249 \pm 0,800
E2_2000/120/8	2,695 \pm 2,669

Statisticky dosahovala směrodatná odchylka měření od 67 % (vzorek E2_2000/120/0) do 99 % (vzorek E2_2000/120/8) hodnoty aritmetického průměru korozní rychlosti. Autorka předložené disertační práce zde popírá možnost neplatnosti některých provedených z potenciodynamických měření. Jako důkaz jsou v následujícím grafickém vyjádření (Graf 17) uvedeny polarizační křivky 3 měření u vzorku E2_2000/120/8. Charaktery extrapolovaných polarizačních křivek dosahují očekávaného lokálního minima v hodnotě naměřeného korozního potenciálu. U měření 1 (modrá křivka) a měření 3 (zelená křivka) vykazovala anodická i katodická část křivky závislosti elektrodový potenciál vs proud hladý, exponenciální

průběh. U měření 2, které je v Grafu 17 znázorněno křivkou červené barvy, byly zaznamenány drobné výkyvy závislosti Ewe-I především v oblasti katodické (redukční) reakce. Výskyt těchto peaků lze vysvětlit právě lokální chemickou nestejnorodostí laserového návaru. Umístění korozní cely na povrchu laserového návaru pravděpodobně zasáhlo oblast, kde se v základní niklové matici laserového návaru vyskytovaly i další fáze (např. na bázi železa, Lavesovy fáze, precipitáty s vysokým obsahem molybdenu, atd), které měly za následek vznik nerovnoměrné formy koroze (pitting).



Graf 17: E2_2000/120/8; potenciodynamické křivky závislosti Ewe na log I pro 3 provedená měření;
modrá křivka – měření 1; červená křivka – měření 2, zelená křivka – měření 3

V Tab. 34 jsou sumarizována impedanční data, naměřená metodou lineární polarizace, pro vzorky E2_2500/80/0; E2_2500/80/2; E2_2500/80/4; E2_2500/80/6 a E2_2500/80/8. Uvedené vzorky byly připraveny za použití procesních parametrů laserového navařování $P = 2500 \text{ W}$; $F/S = 80 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$. Ustálený korozní potenciál zde bez výjimky nabýval záporných hodnot v intervalu od -397 mV do -102 mV . Polarizační odpor se pak pohyboval od 2.282Ω (vzorek E2_2500/80/0; měření 3) do 586.234Ω (vzorek E2_2500/80/6; měření 2). Pozoruhodný je zde trend změny hodnoty polarizačního odporu a korozní rychlosti v závislosti na procentu přidaného molybdenu do prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). Statisticky zde docházelo ke snižování korozní rychlosti se zvyšujícím se obsahem molybdenu v laserovém návaru. Jedná se tedy o zcela opačnou závislost, než v případě laserových návarů, připravených za procesních podmínek $P = 2000 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$. Teorií vysvětlující tento rozpor může být několik:

- ▶ Tepelný příkon vnesený do spoje (návaru) je vyšší, díky vyššímu použitému výkonu laseru.
- ▶ Tepelný příkon vnesený do spoje (návaru) je vyšší, díky nižší hodnotě podílu prášku přidávaného na jednotku délky návaru.
- ▶ Nižší užitná výška návaru.
- ▶ Mikrostruktura – fázové složení, distribuce molybdenu v rámci návaru.
- ▶ Odlišný charakter korozních dějů.

► Pasivace povrchu návaru.

Konkrétní příčina zjištěných výše uvedených rozporuplných trendů závislosti korozní rychlosti na obsahu molybdenu v laserem navařené slitině Inconel 625 bude předmětem postgraduálního výzkumu autorky předložené disertační práce.

Tab. 34: E2_2500/80/0; E2_2500/80/2; E2_2500/80/4; E2_2500/80/6; E2_2500/80/8; naměřené a vypočtené hodnoty smíšeného korozního potenciálu E_{corr} , polarizačního odporu R_p , polarizačního odporu vztáženého na plochu měření $R_{p,S}$ a korozní rychlosti v_{corr}

Označení vzorku	Počet měření	Korozní potenciál E_{corr} [mV vs Ref]	Polarizační odpor R_p [Ω]	Polarizační odpor $R_{p,S}$ [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	Korozní rychlost v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$]
E2_2500/80/0	1	-275	13560	24001	2,795
	2	-384	3135	5549	11,851
	3	-397	2282	4039	17,078
E2_2500/80/2	1	-348	5773	10218	6,274
	2	-370	4259	7538	9,375
	3	-359	4816	8524	7,837
E2_2500/80/4	1	-322	8677	15358	4,353
	2	-293	16329	28902	2,355
	3	-308	23000	40710	1,596
E2_2500/80/6	1	-257	75202	133108	0,472
	2	-104	586234	1037634	0,051
	3	-102	531926	941509	0,140
E2_2500/80/8	1	-252	7148	12652	4,901
	2	-304	10622	18801	3,504
	3	-173	67238	119011	0,491

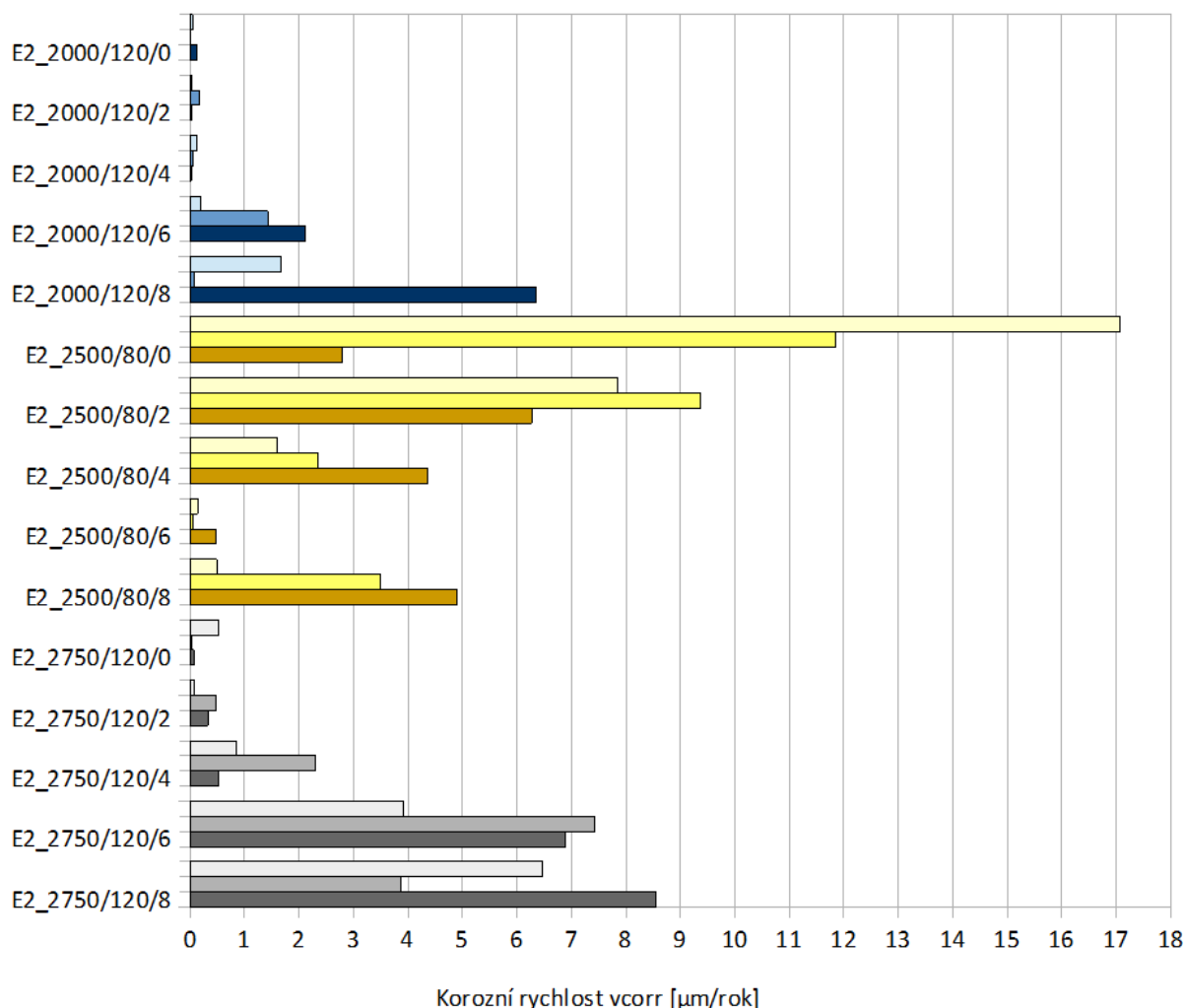
Poslední série vzorků, která byla laserem navařena za procesních podmínek $P = 2750 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$ a $v = 30 \text{ cm/min}$, byla reprezentována vzorky E2_2750/120/0; E2_2750/120/2; E2_2750/120/4; E2_2750/120/6 a E2_2750/120/8. Naměřené hodnoty korozního potenciálu, polarizačního odporu a korozní rychlosti jsou uvedeny v Tab. 35. Korozní potenciál zde stejně tak jako v předchozím případě nabýval pouze záporných hodnot a pohyboval se v intervalu od -391 mV do -84 mV. Nejnižší naměřená hodnota polarizačního odporu byla 3.317Ω u vzorku E2_2750/120/6 (měření 1). Naopak nejvyšší hodnotu polarizačního odporu vykazoval vzorek E2_2750/120/0 (měření 2) s $R_p = 1.170.000 \Omega$. Se zvyšujícím se obsahem molybdenu ve struktuře laserového návaru Inconel 625 byla zjištěna exponenciálně narůstající korozní rychlost.

Tab. 35: E2_2750/120/0; E2_2750/120/2; E2_2750/120/4; E2_2750/120/6; E2_2750/120/8; naměřené a vypočtené hodnoty smíšeného korozního potenciálu E_{corr} , polarizačního odporu R_p , polarizačního odporu vztáženého na plochu měření $R_{p,S}$ a korozní rychlosti v_{corr}

Označení vzorku	Počet měření	Korozní potenciál E_{corr} [mV vs Ref]	Polarizační odpor R_p [Ω]	Polarizační odpor $R_{p,S}$ [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	Korozní rychlost v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$]
E2_2750/120/0	1	-84	715649	1266699	0,077
	2	-95	1170000	2070900	0,026
	3	-217	72534	128385	0,530
E2_2750/120/2	1	-184	129161	228615	0,300
	2	-205	85417	151188	0,472
	3	-119	474464	839801	0,083
E2_2750/120/4	1	-185	63000	111510	0,517
	2	-346	15919	28177	2,304
	3	-292	46393	82116	0,855
E2_2750/120/6	1	-360	3317	5871	6,899
	2	-391	4550	8054	7,422
	3	-340	10000	17700	3,912
E2_2750/120/8	1	-375	4345	7691	8,552
	2	-324	9428	16688	3,880
	3	-377	5695	10080	6,446

Následující Graf 18 znázorňuje vzájemné porovnání korozních rychlostí v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$] stanovených metodou lineární polarizace u potenciodynamické korozní zkoušky.

Výsledné korozní rychlosti se liší nejenom v závislosti na technologických podmínkách laserového navařování a na obsahu molybdenu v přídavném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625), ale především jsou hodnoty korozní rychlosti rozdílné při porovnání 3 měření v rámci jednoho vzorku. Nicméně, u slitin na bázi niklu je obecně za přijatelnou korozní rychlost považována hodnota $v_{corr} < 5 \mu\text{m}/\text{rok}$. Stanovenou podmínku bez výjimky splňují vzorky E2_2000/120/0; E2_2000/120/2; E2_2000/120/4; E2_2000/120/6; E2_2500/80/4; E2_2500/80/6; E2_2500/80/8; E2_2750/120/0; E2_2750/120/2 a E2_2750/120/4. U zbylých vzorků laserových návarů E2_2000/120/8; E2_2500/80/0; E2_2500/80/2; E2_2750/120/6 a E2_2750/120/8 přesahuje alespoň jedno z provedených potenciodynamických měření výše stanovený limit korozní rychlosti.



Graf 18: Grafické znázornění korozní rychlosti v_{corr} [$\mu\text{m/rok}$] stanovené metodou lineární polarizace potenciodynamické korozní zkoušky

6.8 Shrnutí výstupů – experimentální program 2

V rámci experimentálního programu – část 2 bylo připraveno 15 vzorků laserových návarů o celkové ploše 90 x 140 mm/návar. Vzorky byly napovlakovány za procesních podmínek laserového navařování blíže specifikovaných v Kapitole 6.1, Tab. 22. Celkem byly pro navařování použity 3 kombinace procesních parametrů, přičemž každá zvolená kombinace byla uplatněna při realizaci 5 kusů vzorků laserových návarů. Přídavným práškem pro laserové navařování byl stejně jako v předchozí části experimentálního programu prášek EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). Před samotným procesem laserového navařování byla prášková směs EuTroLoy 16625.04 dolegována molybdenem o vysoké čistotě o obsahu $2 \div 8$ hm. % (viz. Tab. 22). Během procesu laserového navařování bylo u vybraných vzorků monitorováno rozložení teplotního pole na čelní ploše substrátu pomocí termovizní kamery. Sledována byla především závislost ohřevu povrchu a podpovrchových vrstev substrátu během navařování s cílem vyhodnotit vliv ohřevu substrátu na stupeň promíšení laserového návaru a substrátu. V návaznosti na navařovací proces bylo provedeno metalografické hodnocení připravených vzorků jak z pohledu makrostruktury, tak mikrostruktury. Pozornost byla věnována především chemické a strukturální heterogenitě návarů, projevující se

přítomností ojedinělých makrosegregací nebo kontinuálních makrosegregačních pásem. Experimentální program 2 je zakončen Kapitolou 6.7, která je věnována testování korozní odolnosti připravených vzorků laserových návarů s využitím 3 odlišných druhů korozních zkoušek.

6.8.1 Shrnutí výstupů – termografie

V rámci experimentálního programu 2 předložené disertační práce bylo monitorováním ohřevu čelní plochy substrátu pomocí termovizní kamery během laserového navařování vzorků E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; E2_2750/120/0 a E2_2750/120/8 dosaženo následujících výstupů:

- ▶ Během laserového navařování bylo na čelní ploše substrátu monitorováno heterogenní nestacionární teplotní pole vyvolané pohybem laserového paprsku po povrchu substrátu při povlakování.
- ▶ Byl vyhodnocen průběh maximální a průměrné teploty ohřevu substrátu v horizontálně umístěné linii ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu.
- ▶ Naměřená maximální teplota ohřevu čelní plochy substrátu postihovala dle dostupných termogramů povrchové i podpovrchové vrstvy substrátu a to do vzdálenosti cca 12 mm od horní hrany substrátu.
- ▶ Maximální naměřená teplota ohřevu substrátu v definované vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu byla 337 °C u vzorku E2_2000/120/0.
- ▶ Při navařování dochází cyklickému teplotnímu zatěžování substrátu – maximální zaznamenaný výkyv teploty v časovém intervalu mezi začátkem a koncem jedné svarové housenky byl 100 °C.
- ▶ Nebyl zjištěn vliv obsahu molybdenu v přídavném prášku pro laserové navařování na rozložení teplotního pole monitorovaného na čelní ploše substrátu při laserovém navařování.

6.8.2 Shrnutí výstupů – metalografie

Metalografické hodnocení laserových návarů vzorků E2_2000/120/0; E2_2000/120/8; E2_2500/80/0; E2_2500/80/8; E2_2750/120/0 a E2_2750/120/8 bylo provedeno z pohledu makroskopie a mikroskopie. Výstupy lze shrnout následovně:

- ▶ I přes dostatečnou tloušťku substrátu ($t = 50 \text{ mm}$) docházelo k výraznému nárůstu promíšení v rámci jednoho vzorku (viz. **POZICE 1 ÷ 4** na Obr. 50; 51).
- ▶ Se vrůstající teplotou ohřevu substrátu během laserového navařování byl zaznamenán vyšší podíl makrosegregačních pásem ve struktuře laserového návaru.
- ▶ Obsah molybdenu v přídavném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) má zásadní vliv na podíl makrosegregačních pásem ve struktuře laserového návaru.

- ▶ Zvolené 3 kombinace procesních parametrů, použité k laserovému navařování vzorků v experimentálním programu 2, nevykazovaly při vzájemném porovnání dendritických struktur na metalografických snímcích jakékoliv odlišnosti
- ▶ Teplota ohřevu substrátu během laserového navařování má zásadní vliv na orientaci růstu a typ dendritů.
- ▶ V počáteční fázi navařování (vzorek E2_2000/120/0; **POZICE 1**) byl povrch laserového návaru formován celuárními dendrity.
- ▶ V počáteční fázi navařování (vzorek E2_2000/120/0; **POZICE 1**) je možné při mikroskopickém pozorování odlišit oblasti s různou orientací směru růstu dendritů.
- ▶ Se zvyšující se teplotou ohřevu substrátu dochází v laserových návarech k růstu dendritů, s jasně formovanou primární a sekundárními osami.
- ▶ Makrosegregační pásma detekovaná u vzorku laserového návaru E2_2750/120/2; **POZICE 2** obsahovala dle analýzy chemického složení v 92,5 % Fe.

6.8.3 Shrnutí výstupů – analýza heterogenity laserového návaru

Analýza chemické heterogenity laserových návarů, připravených v rámci experimentálního programu 2, byla provedena na vzorcích E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) a E2_2000/120/0 (**POZICE 4**) a to pomocí vybraných experimentálních metod: měření mikrotvrdosti HV 0,1; měření lokálního obsahu chemického složení pomocí EDX analýzy na SEM; měření mezidendritické vzdálenosti primárních os dendritů. Dosažené výsledky, potvrzující výraznou chemickou heterogenitu laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1**; **POZICE 4**) lze shrnout následovně:

- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** – mikrotvrdost. Rozdíl mezi maximální a minimální experimentálně zjištěnou hodnotou mikrotvrdosti HV 0,1 dosahoval 86 jednotek Vickerse.
- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** – chemické složení. Z naměřených obsahů Ni; Cr; Mo; Nb a Si nelze vyvodit žádné vypovídající závěry.
- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** – chemické složení. Na povrchu laserového návaru byla naměřena až 5x vyšší koncentrace Fe, než je údaj o obsahu železa deklarovaný výrobcem [53]. Koncentrace Fe se dále lineárně snižuje se snižující se vzdáleností od hranice ztavení.
- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** – mezidendritická vzdálenost. Dosažené výsledky vypovídají o zvyšující se mezidendritické vzdálenosti primárních os dendritů se snižující se vzdáleností od hranice ztavení.
- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** vs **POZICE 4** – mikrotvrdost. Při porovnání průměrných hodnot mikrotvrdosti (aritmetický průměr z 25 měření) a při akceptování směrodatné odchylky měření jsou výsledné průměrné hodnoty mikrotvrdosti HV 0,1 vzorků totožné.

- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** vs **POZICE 4** – chemické složení. S postupujícím procesem navařování dochází v laserovém návaru k navýšování obsahu Fe při současném snižování koncentrace Ni; Cr; Mo a Nb. Obsah Si zůstává zachován.
- ▶ E2_2000/120/0; **POZICE 1** vs **POZICE 4** – mezidendritická vzdálenost. Odlišnosti ve vzdálenosti primárních os dendritů lze zachytit především v oblasti povrchů návarů. Měření mezidendritické vzdálenosti pomocí světelného optického mikroskopu bylo zatíženo vysokou chybou, která, jak je patrné z údajů v Tab. 25 a 26, se zvyšuje se snižující se měřenou mezidendritickou vzdáleností.

6.8.4 Shrnutí výstupů – korozní zkoušky

Pro hodnocení korozní odolnosti laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu, připravených v rámci experimentálního programu 2, byly provedeny následující zkoušky: Korozní zkouška solnou mlhou, Cyklická korozní zkouška, Potenciodynamická korozní zkouška. Výstupy z korozních zkoušek lze formulovat následovně:

- ▶ Korozní zkouška solnou mlhou neprokázala jednoznačný trend vlivu obsahu molybdenu na korozní odolnost laserem navařené slitiny Inconel 625. Na površích laserových návarů byly detekovány korozní vady v podobně korozních důlků a korozních prasklin. Metalografické hodnocení prokázalo lokální plastickou deformaci laserových návarů v oblastech povrchu napadených korozí.
- ▶ Z výsledků cyklické korozní zkoušky nelze stanovit jakoukoliv závislost mezi obsahem molybdenu v laserovém návaru Inconel 625 a korozní odolností povrchů návarů. Z detekovaných korozních vad byla zaznamenána poškození: bodová koroze a korozní praskliny. Metalografické hodnocení znovu potvrdilo napadení povrchů laserových návarů korozí v místech výrazné plastické deformace povrchů návarů.
- ▶ Výstupem potenciodynamické korozní zkoušky bylo stanovení korozní rychlosti v_{corr} [$\mu\text{m}/\text{rok}$] laserových návarů (viz. Graf 18). Statisticky 67 % vzorků laserových návarů splnilo podmínku přijatelné korozní rychlosti $v_{corr} < 5 \mu\text{m}/\text{rok}$. U zbylých 33 % vzorků laserových návarů byla vypočtená korozní rychlost vyšší než 5 [$\mu\text{m}/\text{rok}$], a to vždy alespoň u jednoho ze tří provedených potenciodynamických měření. Potenciodynamická korozní zkouška neodhalila žádný prokazatelný trend závislosti korozní odolnosti laserových návarů na obsahu molybdenu v přídatném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625).

7 Diskuse výsledků

Literární rešerše předložené disertační práce byla vypracována za účelem vytipování vědecky zajímavé problematiky, která navazuje na předchozí výzkum pracoviště Katedry materiálu a strojírenské metalurgie, Fakulty strojní Západočeské univerzity v Plzni a zároveň jejímž řešením budou získány cenné výstupy s vysokým aplikačním potenciálem.

Literární rešerše byla rozdělena do dvou samostatných tématicky odlišně zaměřených kapitol. První kapitola je věnována technologii laserového navařování a byla vypracována s cílem definovat základní pojmy z oblasti laserového navařování. Následně jsou v teoretické rešerši uvedeny specificky zaměřené podkapitoly, v nichž je detailně rozvinuta problematika promíšení laserových návarů se substrátem a proces solidifikace laserového návaru. Rešeršní činností byly autorkou disertační práce zjištěny celkem 4 odlišné způsoby výpočtu stupně promíšení, které byly ve světových citačních databázích Web of Science, Scopus a ostatní vědecké literatuře publikovány v rozmezí let 1988 až 2016. Jelikož jsou jednotlivé matematické definice založeny na různém principu výpočtu promíšení, vede jejich aplikace k rozdílným výsledkům, jejichž interpretace a implementace do praxe je značně problematická. Dále je v první kapitole teoretické rešerše věnována pozornost lineárním předpisům funkcí, pomocí nichž byly v [25] popsány závislosti mezi procesními parametry laserového navařování a výstupními geometrickými charakteristikami laserového návaru.

Druhá část literární rešerše byla zpracována na téma „Koroze“. Pozornost je zde věnována základním pojmům z oblasti korozního inženýrství nicméně hlavní důraz je kladen na stručný, avšak komplexní a vědecky korektní popis elektrochemické koroze kovů a stanovení korozní rychlosti pomocí potenciodynamické korozní zkoušky metodou lineární polarizace.

Následující diskuse výsledků, dosažených v rámci experimentálního programu 1 a 2, byla koncipována s ohledem na propojení zjištěných výstupů a uvedení vzájemných vazeb mezi technologickými podmínkami a materiálovými aspekty laserového navařování a jejich dopadem na korozní odolnost návarů. Zcela samostatně je dále vyhodnocen vliv zvýšeného obsahu molybdenu v přídatném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) na korozní odolnost laserového návaru.

7.1 Experimentální program 1

V rámci experimentálního programu 1 bylo připraveno celkem 142 jednostopých laserových návarů z niklové slitiny Inconel 625. Procesní parametry byly koncipovány s cílem vytvořit statisticky optimální počet vzorků, jejichž vyhodnocením bylo možné získat relevantní údaje pro stanovení vzájemných vazeb mezi použitými technologickými parametry navařování a výstupními geometrickými charakteristikami laserem navařených housenek. Ze 142 jednostopých návarů byly připraveny příčné metalografické výbrusy, na nichž byly měření za pomoci optického metalografického mikroskopu Carl Zeiss Z1M s využitím softwaru Axiovision stanoveny šířka návaru w [μm], výška návaru h [μm], hloubka závaru b [μm] a úhel smáčivosti θ [$^\circ$].

Struktura materiálu laserových návarů byla následně zviditelněna pomocí leptacího roztoku Adler za účelem odhalení přítomnosti makrosegregačních oblastí v návarech. Makroskopické zachycení laserových návarů, koncipované totožně se zvolenými procesními

parametry laserového navařování (Tab. 11), je uvedeno v samostatné Příloze 1 předložené disertační práce.

Úvodní část experimentálního programu 1 navazuje na výzkumný program De Oliveiry v [25]. Autor zde stanovil lineární předpisy funkcí, pomocí nichž lze predikovat výsledné geometrické charakteristiky laserových návarů v závislosti na použitých procesních parametrech. Výzkum De Oliveiry [25] byl proveden na kontinuálním 2 kW Rofin Sinar ND:YAG laseru s koaxiálním uspořádáním, s laserovým paprskem s „top-hat“ energetickým uspořádáním a průměrem laserového svazku v ohnisku $d = 3,2$ mm. Předložená disertační práce autorky navazuje na maximální hodnotu výkonu laseru ($P = 2000$ W), použitou De Oliveirou v [25], ve snaze ověřit, zda je možné lineární funkce závislostí (Tab. 2) aplikovat i na laserové návary připravené při výkonu laseru $P > 2$ kW na pevnolátkovém diskovém laseru Trumpf TruDisk 8002.

V rámci experimentálního programu 1 byla provedena analýza následujících závislostí:

- ▶ Výšky návaru h [μm] na množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m].
- ▶ Podílu h/b [-] (výška návaru h [μm] a hloubka závaru b [μm]) na použitém výkonu laseru P [W].
- ▶ Úhlu smáčivosti θ [$^\circ$] jako funkci výkonu laseru P [W], množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m] a procesní rychlosti navařování v [cm/min].
- ▶ Hloubky závaru b [μm] na použitém výkonu laseru P [W].

Dosažené výstupy autorky disertační práce popisují závislost výšky návaru h [μm] na množství přidaného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m] jako logaritmickou. Koeficient korelace výsledků byl pro $P = 2000$ W a $F/S = 40\text{--}300$ g/m stanoven na $R = 0,99$.

Dále byla zjištěna a potvrzena exponenciální závislost podílu výšky návaru a závaru h/b [-] na použitém výkonu laseru P [W] (pro $P = 2000\text{--}5000$ W; $F/S = 300$ g/m; $v = 10$ cm/min). Koeficient korelace výsledků stanovené exponenciální závislosti dosahoval hodnoty $R = 0,99$.

Vzájemná vazba mezi úhlem smáčivosti θ [$^\circ$] a podílem výkonu laseru P [W] k množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m] (pro $P = 3500$ W; $F/S = 40\text{--}300$ g/m; $v = 10$ cm/min) byla znovu zjištěna a potvrzena exponenciálním průběhem funkce, při hodnotě korelace výsledků $R = 0,98$.

V neposlední řadě byla autorkou disertační práce věnována pozornost závislosti hloubky závaru b [μm] na výkonu laseru P [W]. Výstupy experimentálního programu 1 jednoznačně prokázaly lineárně zvyšující se hloubku závaru b [μm] se vzrůstajícím použitým výkonem laseru P [W]. Uvedená závislost byla ověřena pro $P = 2000\text{--}5000$ W; $F/S = 300$ g/m; $v = 10$ cm/min a byl stanoven koeficient korelace výsledků definované lineární funkce na $R = 0,99$.

Experimentálně ověřené logaritmické a exponenciální průběhy výše uvedených závislostí nekorelují s výstupy dosaženými De Oliveirou v [25]. Existuje nespočet možností, jakými lze neshodu výsledků vysvětlit (odlišný druh použitého laseru; rozdílné procesní parametry navařování; materiálová podstata laserem navařené slitiny, či samotný průběh křivek, které při nižších použitých výkonech laseru P [W] mohou vykazovat lineární závislosti a následně, se zvyšujícím se výkonem laseru P [W], vykazovat průběh nelineární). Nicméně autorka

předložené disertační nepřikládá faktu nelinearity průběhu závislosti výšky návaru h [μm] na množství prášku přidaného na jednotku délky návaru F/S [g/m] nijak zásadní význam.

Za podstatné považuje vyvrácení De Oliveirovi teorie, která v [25] popírá závislost mezi použitým výkonem laseru P [W] a výškou návaru h [μm]. Z provedeného výzkumu předložené disertační práce je již pouhým vizuálním porovnáním jednotlivých makrostruktur laserových návarů, uvedených v Příloze 1, jasně patrná snižující se výška laserového návaru h [μm] se vzrůstajícím výkonem laseru P [W]. V ideálním případě by měla být energie laserového svazku, aplikovaná na jednotku délky návaru, $E1$ rovna energii nutné k natavení přídavného prášku a povrchu substrátu $E2$ (opět na jednotku délky návaru). Je-li však $E1 > E2$, dochází vlivem nadbytečné interakce laserového paprsku s formovaným povrchem návaru ke snižování výšky návaru h [μm], což má za následek nárůst šířky laserového návaru w [μm] a hloubky závaru b [μm]. Použitý výkon laseru P [W] přímo souvisí s výškou laserového návaru h [μm] a závarem b [μm].

Dalším cenným výstupem disertační práce je definování výpočtu úhlu smáčivosti θ [$^\circ$]. De Oliveira stanovil v [25] závislost úhlu smáčivosti θ [$^\circ$] na S/F [m/g] opět jako lineární s koeficientem korelace výsledků $R = 0,90$. Je-li však výška návaru h [μm] ovlivněna výkonem laseru P [W], musí být nutně i úhel smáčivosti θ [$^\circ$] závislý na P [W]. Úhel smáčivosti θ [$^\circ$] byl tedy autorkou disertační práce definován jako podíl výkonu laseru P [W] k množství přídavného prášku na jednotku délky návaru F/S [g/m]. Koeficient korelace takto definované exponenciální funkce (viz. Graf 11) byl stanoven na $R = 0,98$.

Analýzou dat s údaji o naměřených geometrických charakteristikách jednostopých laserových návarů ve vazbě na použité procesní parametry byla popsána lineární závislost mezi použitým výkonem laseru P [W] a hloubkou závaru b [μm] s koeficientem korelace výsledků $R = 99$. Zde dochází k propojení navazující části experimentálního programu 1, která byla zaměřena na výpočet stupně promíšení laserového návaru a substrátu pomocí 4 odlišných matematických definic (v disertační práci zjednodušeně označováno jako **METODA A; B; C; D**). Jelikož je bezesporu pomíšení způsobeno objemem přetaveného kovu substrátu, který se následně promísí s materiálem laserového návaru v tavné lázni, je matematicky korektní vyjádřit stupeň promíšení buď pomocí plochy závaru („*Plocha 2*“ – viz. Obr. 8) anebo pomocí hloubky závaru b [μm]. Znalost vlivu procesních parametrů laserového navařování na hloubku závaru b [μm] je neodmyslitelnou součástí výpočtu promíšení.

V úvodní teoretické řešeršní části předložené disertační práce jsou popsány 4 odlišné matematické definice, pomocí nichž lze kvantifikovat stupeň promíšení laserového návaru a substrátu. První způsob výpočtu promíšení pomocí kompoziční definice (**METODA A**) byl popsán G. Bruckem v [20] a matematicky jej lze vyjádřit pomocí Vztahu 2-1. Zdrojová data pro výpočet promíšení dle **METODY A** [20] byla získána měřením chemického složení laserového návaru a substrátu (pomocí EDX analýzy na SEM; resp. využitím optické emisní spektroskopie GDO-ES) a z údajů o chemickém složení a měrné hustotě přídavného prášku pro laserové navařování deklarovaných výrobcem. Posledním, nezbytným údajem pro kvantifikaci promíšení dle **METODY A**, je znalost měrné hustoty substrátu.

Druhá metoda stanovení stupně promíšení (**METODA B**) byla taktéž formulována G. Bruckem v [20] a to pomocí Vztahu 2-2. Jedná se o geometrickou definici výpočtu promíšení, založenou na podílu plochy závaru a součtu celkové plochy návaru a závaru (definice ploch návaru a závaru – viz. Obr. 8 - „*Plocha 1; Plocha 2*“).

Třetím způsobem výpočtu pomíšení (**METODA C**) je geometrická definice autorů Song, B., Hussain, T., Voisey, K. T. [19], matematicky vyjádřená Vztahem 2-3. Jedná se

o výpočet založený na aproximaci „*Plochy 1*“ a „*Plochy 2*“ z Obr. 8 planimetrickým vyjádřením kruhových výsečí, jež mají reprezentovat geometrický tvar plochy návaru a plochy závaru. Jako zdrojová data jsou pro výpočet promíšení dle **METODY C** použity údaje o výšce návaru h [μm], šířce návaru w [μm] a hloubce závaru b [μm].

Poslední, v pořadí čtvrtou definicí výpočtu promíšení, je **METODA D**, popsána autory Wu, D., Guo, M., Ma, G., Niu, F. v citačním zdroji [23] a vyjádřená pomocí Vztahu 2-4. Matematicky se jedná o prostý podíl hloubky závaru b [μm] a součtu výšky návaru h [μm] a závaru b [μm].

V Kapitole 5.6 experimentálního programu 1 jsou detailně popsány okrajové podmínky výpočtu promíšení dle příslušných **METOD A; B; C; D** přičemž každý způsob stanovení stupně promíšení byl samostatně interpretován z pohledu poskytovaných výsledků, základních výhod a nevýhod výpočtové metody a možnosti uplatnění v průmyslové sféře.

Nicméně hlavním problémem není kvantifikace stupně promíšení a získání jedné, všeříkající hodnoty promíšení, jako ukazatele jakosti laserových návarů. I v případě velmi nízkých hodnot promíšení $D < 5 \%$ (laserový návar E2_2000/120/0; **POZICE 1**; Kapitola 6.6) byla prokázána měřením chemického složení povrchu laserového návaru Inconel 625 až 5-ti násobně vyšší koncentrace Fe v porovnání s údaji o chemickém složení přidavného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625) deklarovanými výrobcem. Jelikož je předložená disertační práce zaměřena na korozní odolnost laserem navařené slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu, je chemické složení povrchů návarů a výskyt lokálních makrosegregačních oblastí v návaru daleko více vypovídajícím ukazatelem jakosti návaru, než stanovení samotného promíšení.

Existuje několik teorií příčin vzniku makrosegregací v laserových návarech, z nichž žádná nekoreluje s výsledky dosaženými v této disertační práci.

Například podle kolektivu autorů Liu, J., Li, J., Cheng, X., Wang, H. v citačním zdroji [23], je přítomnost makrosegregací způsobena nedostatečným promícháním tavné lázně tuhnutí laserového návaru. K minimalizaci výskytu makrosegregačních oblastí autoři v [23] doporučují úpravu procesních podmínek navařování zvýšením výkonu laseru P [W] za současného snížení rychlosti navařování v [cm/min]. Tuto teorii eliminace výskytu makrosegregací je možné vyvrátit prostým vizuálním porovnáním makrostruktur laserových návarů uvedených v Příloze 1. Např. porovnáním makrostruktur v prvním sloupci Přílohy 1 je bezesporu jasně patrný nárůst podílu makrosegregačních oblastí v jednostopých laserových návarech Inconel 625 při zvyšování výkonu laseru P [W]. Pokud by byla ještě současně snížena procesní rychlost navařování v [cm/min], výsledný efekt by se projevil nárůstem hloubky závaru b [μm], zvýšením celkového objemu přetaveného substrátu a následným navýšením podílu makrosegregací ve struktuře laserového návaru.

Dle autorky předložené disertační práce má na vznik a celkový podíl makrosegregačních oblastí v laserových návarech hlavní vliv délka fázového rozhraní tuhnutí návaru (hodnoceno z pohledu příčného řezu návarem). Právě prouděním v tavné lázni podél fázového rozhraní jsou distribuovány nežádoucí chemické prvky ze substrátu přímo k povrchu návaru. Tato hypotéza bude předmětem navazujícího postdoktorandského výzkumu autorky disertační práce.

Dále nelze opomenout přítomnost difúzních dějů na hranici ztavení substrátu a laserového návaru formující se tavné lázně. Difúzní procesy jsou bezesporu urychleny ohřevem substrátu během laserového navařování (viz. experimentální program 2).

7.2 Experimentální program 2

V rámci druhé části experimentálního programu bylo technologií laserového navařování připraveno celkem 15 kusů vzorků laserových návarů. Vzorky byly rozděleny do 3 sérií, přičemž pro každou sérii pěti vzorků byly definovány odlišné procesní podmínky navařování. Jelikož je druhá část experimentálního programu zaměřena na komplexní posouzení korozní odolnosti laserem navařené slitiny Inconel 625, byly (oproti jednostopým návarům v experimentálnímu programu 1) laserem povlakovány předem připravené substráty z oceli S355J2 o tloušťce 50 mm. Laserovými návarů byla následně opatřena horní plocha substrátu o rozměrech 150 x 100 mm.

Přídavným materiálem pro laserové navařování byl prášek EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625), který byl za účelem zvýšení korozní odolnosti návarů dodatečně legován práškovým molybdenem o vysoké čistotě. Pro posouzení vlivu obsahu molybdenu na korozní odolnost laserem navařené slitiny Inconel 625, byl pro porovnání jeden vzorek z každé série povlakován pouze práškem EuTroLoy 16625.04 (bez dodatečného legování molybdenem). V Tab. 22 je přehledně uvedeno značení vzorků ve vazbě na hmotnostní procento přidaného molybdenu do práškové směsi EuTroLoy 16625.04 a ve vazbě na použité technologické podmínky navařování.

Během procesu navařování byla u vybraných vzorků monitorována teplota ohřevu čelní plochy substrátu pomocí termovizního systému FLIR A615 s FPA detektorem. Monitorování teplotního pole v závislosti na čase bylo během procesu navařování provedeno celkem u šesti vzorků a to vždy u vzorků s limitními hodnotami koncentrace molybdenu v přídavném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). Následně byly vyhodnoceny rozložení průměrné a maximální teploty podél definované linie, umístěné ve vzdálenosti 230 μm od horní hrany substrátu. Jelikož bylo monitorování teplotního pole během procesu navařování vzorků E2_2500/80/0; E2_2750/120/8 ovlivněno nenadálým technickým výpadkem zařízení, umožňující transfer přídavného prášku do povlakovací hlavy, byl proces laserového navařování přibližně na 6 min pozastaven. Během uplynulé doby došlo k poklesu monitorované teploty ohřevu substrátu u vzorku E2_2500/80/0 o 48 $^{\circ}\text{C}$ a u vzorku E2_2750/120/8 o 32 $^{\circ}\text{C}$. Pro studium dopadu teploty ohřevu povrchových a podpovrchových vrstev substrátu během navařování na vzniklou chemickou heterogenitu laserových návarů, byly tedy použity pouze vzorky E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8. Chemická heterogenita laserových návarů byla hodnocena pomocí vybraných experimentálních metod: měření mikrotvrdosti HV 0,1; měření lokálního chemického složení pomocí EDX analýzy na SEM a měření mezidendritických vzdáleností primárních os dendritů. Experimentální program 2 rovněž doplňují metalografické analýzy laserových návarů E2_2000/120/0 a E2_2000/120/8, zaměřené na vyhodnocení přítomnosti makrosegregačních oblastí (makroskopie) a na popsání dendritických struktur laserových návarů (mikroskopie).

Monitorování heterogenního nestacionárního teplotního pole na čelní ploše substrátu během procesu laserového navařování umožnilo stanovit maximální teplotu ohřevu substrátu v definované linii měření (vzdálenost 230 μm od horní hrany substrátu). Maximální naměřená teplota ohřevu substrátu byla 337 $^{\circ}\text{C}$ u vzorku E2_2000/120/0. Analýzou příslušných termogramů průběhu teplotního pole v závislosti na čase byl zaznamenán výskyt maximální teploty i v podpovrchových vrstvách substrátu vzdálených 12 mm od horní hrany substrátu. Při laserovém navařování dochází zároveň k cyklickému teplotnímu zatěžování substrátu a již navařených housenek. Experimentálně byl u vzorků E2_2000/120/0; E2_2000/120/8

potvrzen výkyv teploty, měřený v časovém intervalu mezi začátkem a koncem jedné svarové housenky, dosahující hodnoty až 100 °C. Z dosažených výsledků nebyl zjištěn vliv obsahu molybdenu v přidávném prášku pro laserové navařování Inconel 625 na rozložení teplotního pole monitorovaného na čelní ploše substrátu při laserovém navařování.

Pro posouzení závažnosti dopadu ohřevu substrátu, během procesu laserového navařování, na výsledné užité vlastnosti povrchů návarů, je především nezbytné přihlídnout k charakteru a chemickému složení laserem navařované slitiny. V případě předložené disertační práce byla jako přidávný materiál pro laserové navařování zvolena slitina Inconel 625. Přítomnost Mo; Nb; Fe a případně C, který se dostává do tavné lázně laserového návaru při promíšení návaru a substrátu, vede k formování karbidů, intermendiálních fází a precipitátů, které se přednostně vylučují po hranici zrna. V citačním zdroji [62] byl podrobně popsán a experimentálně prokázán vliv vylučování karbidů a δ fáze při $T > 700$ °C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti slitiny Inconel 625. Obecně známým faktem je také formování Lavesových fází a precipitátů s vysokým obsahem Mo a Nb při teplotách $T > 850$ °C. Jelikož je při laserovém navařování vždy přetavena vedlejší housenka v rámci překryvu (nejčastěji se jedná o překryv dosahující 30 % šířky housenky), je téměř se 100 % jistotou možné předpokládat u laserem navařené slitiny Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu přítomnost těchto metastabilních fází. Vzhledem ke značnému rozsahu a počtu experimentálních vzorků, vytvořených v rámci experimentálního programu 2, bude detailní strukturní analýza provedena pomocí TEM v navazujícím postdoktorandském výzkumu autorky disertační práce.

Z makroskopického hodnocení laserových návarů E2_2000/120/0 (**POZICE 1 ÷ 4**) a E2_2000/120/8 (**POZICE 1 ÷ 4**) zachycených pomocí stereolupy Nikon SMZ 800 je možné na Obr. 50; 51 pozorovat nárůst promíšení způsobený ohřevem substrátu během navařování. Zde není nezbytné stanovovat konkrétní hodnotu promíšení uplatněním dříve popsaných matematických definic, neboť (jak již bylo uvedeno výše) promíšení laserového návaru a substrátu je způsobeno pouze objemem kovu přetaveného substrátu. Již při vizuálním porovnání makrosnímků laserového návaru E2_2000/120/0 na Obr. 50, je zaznamenán nárůst ploch závaru (viz. Obr. 8 – „*Plocha 2*“) s postupujícím procesem navařování vzorku. Naprosto logickým důsledkem je tedy zvyšující se podíl makrosegregačních oblastí ve struktuře návaru (**POZICE 1** vs **POZICE 4**). Zajímavým zjištěním je dále závislost mezi obsahem molybdenu v přidávném prášku pro laserové navařování Inconel 625 a podílem makrosegregací. Vzájemným porovnáním materiálových struktur návarů E2_2000/120/0; E2_2000/120/8 na **POZICI 1** je možné bezesporu potvrdit zásadní vliv molybdenu v přidávném prášku pro laserové navařování Inconel 625 na narůstající podíl makrosegregačních oblastí v návaru.

Mikroskopické hodnocení laserových návarů provedené pomocí světelného optického mikroskopu Carl Zeiss Z1M nepřineslo z pohledu vědy žádné revoluční závěry. Struktura laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1** až **POZICE 4**) je formována nejprve celuárními dendrity (**POZICE 1**) s postupným přechodem ke kolumnárním dendritům (**POZICE 4**) rostoucím kolmo na solidifikační frontu. Součástí mikroskopického hodnocení laserových návarů byla i analýza chemického složení vybrané makrosegregační oblasti vzorku E2_2750/120/2 (**POZICE 2**) pomocí EDX analýzy na SEM TESCAN MIRA3 GMU. Na Obr. 60 je možné identifikovat odlišnou vnitřní strukturu makrosegregace od okolní γ matrice niklového návaru. Zajímavé je zde také jejich vzájemné rozhraní. Právě bližší analýza tohoto rozhraní pomocí odpovídajících zobrazovacích metod je jedním z námětů autorky disertační práce pro

další výzkum. Součástí Obr. 60 je i energetické spektrum EDX analýzy chemického složení a naměřený obsah chemických prvků v hm. % makrosegregace. Detekovaná makrosegregační oblast je tedy formována především železem, které se spolu s uhlíkem a dalšími prvky dostaly do laserového návaru ze substrátu z oceli S355J2.

Analýza heterogenity laserového návaru E2_2000/120/0 (**POZICE 1; POZICE 4**) byla provedena pomocí zvolených experimentálních metod: měření mikrotvrdosti HV 0,1; měření lokálního obsahu chemického složení pomocí EDX analýzy na SEM; měření mezidendritické vzdálenosti primárních os dendritů. Na příčných metalografických výbrusech (Obr. 61; 62) byla rovnoměrně rozmístěna mapa 25 bodů, ve kterých byly výše uvedené experimentální metody měření aplikovány. Analýza chemické heterogenity laserových návarů E2_2000/120/0 (**POZICE 1; POZICE 4**) byla prokázána především měřením mikrotvrdosti HV 0,1 a měřením lokálního obsahu chemického složení. Naměřené hodnoty mikrotvrdosti HV 0,1 u vzorku E2_2000/120/0 (**POZICE 1**) se mezi maximální a minimální zjištěnou hodnotou lišily o 89 jednotek Vickerse. Vypovídající je zde i naměřená hodnota koncentrace železa, která u výše uvedeného vzorku dosahovala až 5 x vyšší hodnoty, než je údaj deklarovaný výrobcem přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625). S postupujícím procesem laserového navařování docházelo vlivem ohřevu substrátu k lineárně se zvyšující kontaminaci laserového návaru chemickými prvky substrátu. Obsah železa, experimentálně naměřený na povrchu vzorku E2_2000/120/0 (**POZICE 4**), v oblasti přilehlé k VTISKU 3 (viz. Obr. 62), byl EDX analýzou stanoven na 14,4 hm. %. Jedná se o maximální naměřenou hodnotu železa v tomto návaru, která tímto potvrzuje teorii Marangoniho proudění, včetně směru pohybu likvidu v tavné lázni návaru. Výše uvedenými experimentálně stanovenými hodnotami koncentrace železa na povrchu laserových návarů E2_2000/120/0 (**POZICE 1; POZICE 4**) byla bezesporu prokázána vzájemná vazba mezi ohřevem substrátu během laserového navařování a objemem kovu substrátu, který se díky tomuto nechtěnému ohřevu substrátu přetaví a kontaminuje tavnou lázeň návaru.

Chemická heterogenita laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu, připravených v rámci experimentálního programu 2, byla ověřována pomocí korozních zkoušek. Celkem byly na laserových návarech provedeny 3 druhy korozních zkoušek: Korozní zkouška solnou mlhou, Cyklická korozní zkouška a Potenciodynamická korozní zkouška. Za expoziční prostředí byl v případě Korozní zkoušky solnou mlhou a Cyklické korozní zkoušky zvolen 5 % roztok chloridu sodného v demineralizované vodě. V případě Potenciodynamické korozní zkoušky byl elektrolytem 3,5 % roztok chloridu sodného opět v demineralizované vodě. Výše uvedené korozní zkoušky se vzájemně lišily především odlišným charakterem působení expozičního prostředí laserových návarů a blíže byly popsány v Kapitolách 6.7.1; 6.7.2; 6.7.3. Nicméně cílem diskuse výsledků není interpretovat výsledky jednotlivých provedených korozních testů samostatně, ale zaměřit se zejména na korozní odolnost celého systému zahrnující jak laserový návar Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu, tak substrát z oceli S355J2.

Nejnižší procento napadení povrchu laserových návarů korozi, připravených v rámci experimentálního programu 2, vykazovaly vzorky připravené za procesních podmínek laserového navařování $P = 2000 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$. U této první série připravených laserových návarů, byly po provedených korozních testech identifikovány na exponovaných površích laserových návarů korozní důlky, korozní praskliny a bodová koroze. V porovnání s laserovými návary, připravenými za odlišných procesních podmínek laserového navařování, bylo však napadení povrchu korozi minimální a dle metalografického hodnocení

korozních vad byla koroze vždy iniciována na povrchu laserového návaru ovlivněného plastickou deformací. Potenciodynamická korozní zkouška odhalila zvyšující se korozní rychlost se vzrůstajícím obsahem molybdenu v přidavném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625).

Druhá série laserových návarů, přiravená za technologických podmínek laserového navařování $P = 2500 \text{ W}$; $F/S = 80 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$, nevykazovala po provedené korozní zkoušce solnou mlhou a cyklické korozní zkoušce jednoznačně interpretovatelné výsledky. Nejvyšší výskyt korozních defektů v podobě korozních důlků, korozních prasklin a bodové koroze byl zaznamenán u vzorků E2_2500/80/0; E2_2500/80/2 a E2_2500/80/8. Naopak minimální napadení povrchu laserového návaru koroze vykazoval vzorek E2_2500/80/6. Potenciodynamická korozní zkouška však oproti výše uvedeným výsledkům prokázala jednoznačný trend nárůstu korozní odolnosti povrchů laserových návarů Inconel 625 ve vazbě na zvyšující se koncentraci molybdenu v přidavném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04.

Poslední série laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu byla připravena za procesních podmínek laserového navařování $P = 2750 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$. Zde všechny tři druhy korozních zkoušek prokázaly výrazně se zhošující korozní odolnost exponovaných povrchů laserových návarů Inconel 625 se zvyšujícím se obsahem molybdenu v přidavném prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04. Charaktery korozního poškození zahrnovaly vznik korozních důlků, korozních prasklin a bodové koroze.

Nesourodost a nejednoznačnost provedených korozních testů byla dle autory disertační práce způsobena napětově-deformačními stavy v laserových návarech, ke kterým zcela nechtěně došlo při obrábění povrchů návarů frézováním. Tuto teorii potvrzuje i vznik korozních prasklin, neboť při zvolených korozních zkouškách nebyly testované vzorky vystaveny působení mechanického namáhání. Jelikož je vznik a šíření korozních prasklin výhradně spojen s působením tahových napětí (i zbytkových) v kombinaci s expozicí povrchu v korozně aktivním prostředí, je teorie deformačně-napětových stavů jediným logickým vysvětlením.

7.3 Náměty pro další výzkum

Řešením experimentálního programu 1, 2 předložené disertační práce byly vytipovány potenciálně zajímavé objekty výzkumu pro navazující vědeckou činnost:

- ▶ Měření chemického složení dle Brucka, G. [20] (**METODA A**) u zbývajících vzorků laserových návarů, připravených v rámci experimentálního programu 1.
- ▶ EBSD analýza makrosegregačních oblastí.
- ▶ Potvrzení (případně vyvrácení) hypotézy autorky disertační práce o teorii vzniku a podílu makrosegregačních oblastí v laserových návarech v závislosti na délce fázového rozhraní tavné lázně návaru a substrátu.
- ▶ Analýza rozhraní makrosegregace s okolní γ maticí niklového návaru.
- ▶ Hodnocení a popis materiálových struktur laserových návarů Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu pomocí TEM.

- ▶ EBSD analýza vzorku E2_2750/120/2 v příčném řezu korozní prasklinou.
- ▶ Ověření teorie přítomnosti deformačně-napěťových stavů v laserových návarech Inconel 625 se zvýšeným obsahem molybdenu.
- ▶ Potenciodynamická korozní zkouška – série laserem navařených vzorků, připravených za procesních podmínek navařování $P = 2000 \text{ W}$; $F/S = 120 \text{ g/m}$; $v = 30 \text{ cm/min}$ vykazovala při jednotlivých měřeních střídavě kladnou a zápornou hodnotu korozního potenciálu E_{corr} . Vysvětlení příčiny této anomálie.

8 Závěr

Předložená disertační práce byla vypracována na téma „*Odolnost proti degradaci laserem navařených austenitických vrstev*“.

Po zpracování teoretické rešerše, která mapuje současný stav poznání vědy v oblasti laserového navařování austenitických vrstev, byly definovány okrajové podmínky, zvolené materiály a cíle experimentálního programu.

Disertační práce reaguje na výzkumné programy předních vědeckých pracovišť. Základní myšlenka experimentálního programu, založená na zvyšování korozní odolnosti laserem navařené slitiny Inconel 625 legováním přídavného prášku pro laserové navařování EuTroLoy 16625.04 molybdenem o vysoké čistotě, vhodně doplňuje prázdné místo na poli vědy.

Za přínos disertační práce lze považovat navázání spolupráce s vědecko-výzkumnými centry v ČR, Vysokou školou chemicko-technologickou v Praze a zahraničními univerzitami v Holandsku (University of Groningen) a v Polsku (Silesian University of Technology).

Z provedeného experimentálního programu vyplynula řada dalších, potenciálně zajímavých námětů pro budoucí výzkum .

Vytyčené cíle disertační práce byly zcela naplněny a část výsledků byla již prezentována na vědeckých konferencích s mezinárodní účastí.

9 Literatura

- [1] HEMMATI, I. Laser-deposited metallic coatings. Ph.D. Thesis. Zernike Institute: 2013-17. ISBN 978-90-77172-94-0
- [2] TOYSERKANI, E., KHAJEPOUR, A., CORBIN, S. Laser cladding. CRC Press LLC: 2005. ISBN 0-8493-2172-7
- [3] OCELÍK, V., DE HOSSON, J. T. M. Thick metallic coatings by coaxial and side laser cladding: processing and properties. *In Advances in laser materials processing technology*, Woodhead Publishing Ltd. and CRS Press: Oxford: 2010. p. 426-458. ISBN 978-1-84569-474-6
- [4] ION, J. C. Laser processing of engineering materials: Principles, procedure and industrial application, Elsevier: Boston, 2005. ISBN 9780750660792
- [5] FARNIA, A., MALEK GHAINI, F., RAO, J. C., OCELÍK, V., DE HOSSON, J. T. M. Tantalum-modified Stellite 6 thick coatings: microstructure and mechanical performance. *In Journal of Material Science*. Vol. 48. 2013. ISSN 0022-2461
- [6] NĚMEČEK, S. Laser metal deposition. *In Využití laserů v průmyslu*. Tribun EU, s.r.o. 2013. str. 15-24
- [7] firemní podklady společnosti SANDVIK [cit. 25-04-2018] (<http://www.smt.sandvik.com>)
- [8] firemní podklady společnosti HÖGANÄS [cit. 25-04-2014] (<http://www.hoganas.com>)
- [9] firemní podklady společnosti SULZER. [cit. 27-04-2014] (<http://www.sulzer.com>)
- [10] CASTOLIN EUTECTIK. [cit. 30-04-2014] (<http://www.castolin.com>)
- [11] CHUA, C. K. LEONG, K. F., LIM, C. S. Rapid prototyping: Principles and applications. Published by World Scientific Publishing Co Pte Ltd. USA 2009. ISBN 9812381201
- [12] SULZER. Materiálový list Co-Cr-Si-C slitin
- [13] Podklady od společnosti SERVIS ARMATUR. HVOF kobaltových slitin
- [14] LASERTHERM. [cit. 12-02-2014] (<http://www.lasertherm.cz/ukazky-aplikaci>)
- [15] ALABAMA LASER. [cit. 03-01-2014] (<http://www.alspi.com/lasercladding-applications>)
- [16] SANTOS, C. E., SHIOMINI, M., OSAKADA, O., LAOUI, T. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. *In International journal of machine tools & manufacture*. 2006. Vol. 48. p. 1459-1468. ISSN: 0890-6955
- [17] rapid prototyping. [cit. 14-02-2017] (<https://qualitymachinedproducts.com>)
- [18] Moosa, A. A., Kadhim, M. J., Subhi, A. D.. Dilution effect during laser cladding of Inconel 617 with Ni-Al powders. *In Modern Applied Science*. Vol. 5. No. 1. 2011. ISSN 1913-1844
- [19] Song, B., Hussain, T., Voisey, K. T.. Laser cladding of Ni50Cr: A parametric and dilution study. *In Physic Procedia*. Vol. 83. 2016. ISSN 1875-3892

- [20] Bruck, G., Fundamentals and industrial applications of high power laser beam cladding. 1988 Dearborn Symposium. International Society of Optics and Photonics. doi: 10.1117/12.947699
- [21] Wu, D., Guo, M., Ma, G., Niu, F. Dilution characteristics of ultrasonic assisted laser clad yttria-stabilized zirconia coating. *In Materials Letters*. Vol. 141. 2015. ISSN: 0167-577X
- [22] Fan, Z.; Jambunathan, A.; Sparks, T. E.; Ruan, J.; Yang, Y.; Bao, Y.; Liou, F. Numerical simulation and prediction of dilution during laser deposition. *In Solid Freeform Fabrication Proceedings*. s. 532-545. University of Texas at Austin: 2006. ISSN 1053-2153
- [23] Kim, J. D.; Peng, Y.. Melt pool shape and dilution of laser cladding with wire feeding. *In Journal of Materials Processing Technology*. Vol.104. 2000. s. 284-293. ISSN: 0924-0136
- [24] Liu, J.; Li, J.; Cheng, X.; Wang, H.. Effect of dilution and macrosegregation on corrosion resistance of laser clad AerMet100 steel coating on 300M steel substrate. *In Surface & Coatings*. Vol. 325. 2017. p. 352-359. ISSN: 0257-8972
- [25] DE OLIVEIRA, U. O. B. Laser treatment alloys, *Ph.D. thesis*, University of Groningen, 2007
- [26] NENANDL, O., OCELÍK, V., PALAVRA, A., DE HOSSON, J. TH. M. The Prediction of Coating Geometry from Main Processing Parameters in Laser Cladding. *In Physics Procedia*. Vol. 56.2014 p. 220-227. ISSN 875-3892
- [27] HOADLEY, A. F. A., RAPPAZ, M. A thermal model of laser cladding by powder injection. *In Metallurgical Transactions B*. p. 631–642. 1992. ISSN 1073-5615
- [28] ZHAO, G., CHO, C., KIM, J. D. Modeling of phase transformations of Ti6Al4 V during laser metal deposition. *In International Journal of Mechanical Science*. Vol. 45, p. 777-796, 2003. ISSN 1875-3892
- [29] TOYSERKANI, E., KHAJEPOUR, A., CORBIN, S. 3-D finite element modeling of laser cladding by powder injection: effects of laser pulse shaping on the process. *In Optics and Lasers in Engineering*. Vol. 41. p. 849-867, 2004. ISSN: 0143-8166
- [30] KURZ, W., TRIVEDI, R. Rapid Solidification Processing and Microstructure Formation. *In Materials Science and Engineering A*. 1994. p. 46-51. ISSN: 0921-5093
- [31] KOU, S. *Welding Metallurgy*, 2nd ed.; Wiley-Interscience:Hooboken, N.J. 2002. ISBN: 978-0-471-43491-7
- [32] BONTHA, S., KLINGBEIL, N. W., KOBRYN, P. A. FRASER, H. L. Effects of Process Variables and Size-scale on Solidification Microstructure in Beam-based Fabrication of Bulky 3D Structures. *In Materials Science and Engineering: A* 2009, p. 311–318. ISSN: 0921-5093
- [33] JENDRZEJEWSKI, R., SLIWINSKI, G., KRAWCZUK, M., OSTACHOWICZ, W. Temperature and Stress During Laser Cladding of Double-layer Coatings. *In Surface and Coatings Technology* 2006, vol. 201, p. 3328–3334. ISSN: 0257-8972
- [34] VŠČHT v Praze [cit. 25-04-2014] (<http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy>.)
- [35] DREZET, J. M., MOKADEM, S. Maragoni convection and fragmentation in laser treatment. *In Materials Science Forum*. Vol. 508. 2006. p. 257-262. ISSN 0255-5476

- [36] LIU, J., Li, J., CHENG, X., WANG, H. Effect of dilution and macrosegregation on corrosion resistance of laser clad AerMet100 steel coating on 300M steel substrate. *In Surface&Coatings Technology*. Vol. 325. 2017. p. 352-359. ISSN: 0257-8972
- [37] NOVÁK, P. Koroze kovů; Ústav kovových materiálů a korozního inženýrství; VŠCHT v Praze [cit. 30-01-2018] (<https://ukmki.vscht.cz/files>)
- [38] NOVÁK, P. Bludy omyly a polopravdy o korozi kovů. *In Strojárstvo/Strojírenství*. 2013. ISSN 1335-2938
- [39] JONES, A. D. Principles and Prevention of Corrosion. Pearson Education Limited 2014. ISBN 978-1292042558
- [40] TKACZ, J. Korozní odolnost konstrukčních slitin hořčíku. *Disertační práce*. Brno.2013
- [41] VŠCHT v Praze - podklady pro studium elektrochemické impedanční spektroskopie
- [42] NOVÁKOVÁ., M. Vliv deformace na korozní vlastnosti materiálu. *Diplomová práce*. ZČU v Plzni 2016
- [43] VŠCHT v Praze [cit. 28-11-2014]. Stanovení korozní rychlosti elektrochemickými polarizačními metodami (<http://old.vscht.cz/document.php?docId=9567>)
- [44] REBAK, R., B.. ASM Handbook Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection. Volume 13a. ASM International 2003. ISBN: 0-87170-705-5
- [45] Roberge, P. R. Handbook of Corrosion Engineering. The McGraw-Hill Companies 2012. USA. ISBN 0-07-076516-2
- [46] Periodická tabulka prvků (<http://www.rsc.org/periodic-table/element/28/nickel>) [cit. 02-02-2018]
- [47] DAVIS., J. R. Corrosion of Weldments. ASM International. 2006. ISBN 978-0-87170-841-0
- [48] TIEN, J. K., COLLIER, J. P., VIGNOUL, G.. The role of niobium and other refractory elements in superalloys. Henry Krumb School of Mines Columbia University. New York. N.Y. 1989
- [50] VŠCHT v Praze [cit. 03-02-2018]. Studijní podklady - korozní praskání (<http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Korozn%C3%AD%20praskani>)
- [51] GANESAN, P., RENTERIA, C. M., CRUM, J. R. Versatile of Corrosion Resistance of Inconel 625 alloy in Various Aqueous and Chemical Processing Environments. *In The Minerals, Metals and Materials Society*. 1991
- [52] BOHDAN BOLZANO, s.r.o. Nelegované konstrukční oceli. S355J2
- [53] Castolin Eutectic materiálový list dodavatele přídatného prášku EuTroLoy 16625.04 (Inconel 625)
- [54] BIBUS METALS, s.r.o. - podklady společnosti – niklové slitiny a jejich vlastnosti [cit. 04-02-2018] (http://new.bibus.cz/pdf/Special_Metals/Nikl/Niklove_slitiny.pdf)
- [55] BIBUS METALS, s.r.o. - materiálový list slitiny Inconel 625
- [57] Chemické složení sletací směsi Adler (<http://www.metallographic.com/Etchants.htm>) [cit. 16-07-2017]

- [58] Zhang, K., Zhang, X. M., Liu, W. J. Influences of processing parameters on dilution ratio of laser cladding layer during laser metal deposition shaping. *In Advanced Materials Research*. Trans Tech Publication 2012. p. 785-789. ISSN 1662-8985
- [59] Periodická tabulka chemických prvků
- [60] Technické podklady od společnosti FLIR [cit. 24-04-2018] (<http://www.flir.eu/automation/display/?id=41330>)
- [61] FRANC, A.. Metalurgicko-technologické aspekty spojování hliníkových slitin s ocelí. *Disertační práce*. Plzeň 2013
- [62] LIU, D., ZHANG, X., QIN, X., DING, Y. High-temperature mechanical properties of Inconel-625: role of carbides and delta phase. *In Materials Science and Technology*. Vol. 33. 2017. p. 1610-1617. DOI: 10.1080/02670836.2017.1300365
- [63] LASS, E.A., STOUT, M.R., WILLIAMS, M.E. et al. Metall and Mat Trans A (2017). 48: 5547. [cit. 16-01-2018] (<https://doi.org/10.1007/s11661-017-4304-6>)
- [64] FIALA, J., MENTL, V., ŠUTTA, P. Struktura a vlastnosti materiálů. Academia 2003. ISBN 80-200-1223-0
- [65] SILVA, C. C., DE MIRANDA, H. C., MOTTA, M. F., FARIAS, J. P., AFONSO, C. R. M., RAMIREZ, A. J. New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay. *In Journal of Materials Research and Technology*. Vol. 2. p. 228-237. ISSN: 2238-7854
- [66] ČSN EN ISO 9227- Korozní zkoušky v umělých atmosférách – Zkoušky solnou mlhou. Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Praha 2012
- [67] ČSN EN ISO 10289 - Metody korozních zkoušek kovových a jiných anorganických povlaků na kovových podkladech. Hodnocení vzorků a výrobků podrobených korozním zkouškám. Praha: Český normalizační institut. 2001
- [68] EcLab – software pro vyhodnocování Potenciodynamických korozních zkoušek
- [69] VŠCHT v Praze. Studijní podklady – Potenciodynamické křivky
- [70] FELDE, I., RETI, T., ZOLTAN, K., COSTA, L., COLACO, R, VILAR, R., VERO, B. A Simple Technique to Estimate the Processing Window for Laser Clad Coatings. Proceedings from the 1st International Surface Engineering Congress and the 13th IFHTSE Congress. 7-10 October 2002. Columbus. Ohio. ASM International 2003. p.237-242
- [71] NOVÁK, P. Druhy koroze kovů. In Koroze a ochrana materiálu. Vol. 49/4. 2005. ISSN 1804-1213

10 Přílohy

Příloha 1 - Metalografické hodnocení laserových návarů Inconel 625; $P = 2000 - 5000 \text{ W}$; $F/S = 40 - 300 \text{ g/m}$; $v = 10 \text{ cm/min}$. Samostatná příloha.

Příloha 2 - Geometrické parametry laserových návarů Inconel 625 připravených v rámci experimentálního programu 1; šířka návaru w , výška návaru h , závar b , úhel smáčivosti θ .

Příloha 3 - Zdrojová data pro výpočet geometrické definice promíšení (**METODA B**) u vzorků připravených v rámci experimentálního programu 1; naměřené hodnoty plochy laserového návaru a závaru (Viz. Obr. 8 - „*Plocha 1; Plocha 2*“).

Příloha 2 - Geometrické parametry laserových návarů Inconel 625 připravených v rámci experimentálního programu 1; $F/S = 40 - 120$ g/m; $P = 2000 - 4500$ W; $v = 10$ cm/min; šířka návaru w , výška návaru h , závar b , úhel smáčivosti θ .

Označení vzorků	Experimentální program 1; Geometrické parametry laserových návarů			
	Šířka návaru w [μm]	Výška návaru h [μm]	Závar b [μm]	Úhel smáčivosti θ [°]
E1_2000/40	4618	916	761	33
E1_2250/40	4928	907	827	43
E1_2500/40	5616	823	945	44
E1_2750/40	6161	822	96	37
E1_3000/40	6625	796	1154	34
E1_3250/40	6663	693	1383	36
E1_3500/40	7451	787	1213	30
E1_3750/40	7733	832	1313	37
E1_4000/40	8384	713	1547	25
E1_4250/40	8646	769	1629	32
E1_4500/40	8421	786	1549	35
E1_2000/60	4604	1261	1254	61
E1_2250/60	5719	1269	1183	61
E1_2500/60	5925	1209	1245	60
E1_2750/60	6581	1166	1198	37
E1_3000/60	7028	1268	1299	47
E1_3250/60	7009	1210	1268	40
E1_3500/60	7504	1196	1083	42
E1_2000/80	4486	1648	1272	58
E1_2250/80	5187	1579	1423	63
E1_2500/80	5482	1588	1643	67
E1_2750/80	6035	1541	1513	68
E1_3000/80	6817	1424	1386	49
E1_3250/80	4991	1530	1414	46
E1_3500/80	6832	1507	1366	55
E1_2000/100	4449	2119	1461	77
E1_2250/100	4787	2047	1638	74
E1_2500/100	4933	1984	1891	73
E1_2750/100	5724	1941	1901	59
E1_3000/100	6328	2408	1913	62
E1_3250/100	5353	2300	2722	71
E1_3500/100	7714	1765	1679	46
E1_2000/120	4329	2495	1383	85
E1_2250/120	4650	2622	1541	80
E1_2500/120	4767	2648	1775	77
E1_2750/120	4953	2691	2018	81
E1_3000/120	5224	2763	2242	78
E1_3250/120	5118	2662	2417	82
E1_3500/120	5261	2805	2675	79
E1_3750/120	5333	2671	2776	82

Příloha 2 - Geometrické parametry laserových návarů Inconel 625 připravených v rámci experimentálního programu 1; $F/S = 140 - 200$ g/m; $P = 2000 - 4500$ W; $v = 10$ cm/min; šířka návaru w , výška návaru h , závar b , úhel smáčivosti θ .

Označení vzorků	Experimentální program 1; Geometrické parametry laserových návarů			
	Šířka návaru w [μm]	Výška návaru h [μm]	Závar b [μm]	Úhel smáčivosti θ [°]
E1_2000/140	4562	2866	1320	84
E1_2250/140	4632	2808	1414	85
E1_2500/140	4787	3032	1813	85
E1_2750/140	5099	3012	1993	82
E1_3000/140	5090	3061	2155	82
E1_3250/140	5079	3168	2365	92
E1_3500/140	5249	3083	2502	82
E1_3750/140	5247	3154	2758	92
E1_4000/140	5236	3091	3088	86
E1_4250/140	5650	3133	3249	87
E1_2000/160	4745	2993	1322	87
E1_2250/160	4922	3016	1536	82
E1_2500/160	4747	2948	1804	89
E1_2750/160	4816	2505	2116	84
E1_3000/160	5019	3126	2158	82
E1_3250/160	5245	3140	2378	88
E1_3500/160	5528	3314	2482	83
E1_3750/160	5321	3207	2800	78
E1_4000/160	5515	3284	2954	88
E1_4250/160	5866	3227	3164	77
E1_2000/180	4553	3138	1295	88
E1_2250/180	5041	3149	1550	80
E1_2500/180	4962	3201	1697	86
E1_2750/180	5212	3234	1890	84
E1_3000/180	5284	3248	2151	103
E1_3250/180	5333	3445	2328	89
E1_3500/180	5272	3297	2461	96
E1_3750/180	5321	3292	2734	95
E1_4000/180	5667	3436	2868	90
E1_4250/180	5782	3466	3017	92
E1_2000/200	4716	3553	1098	138
E1_2250/200	4787	3522	1305	128
E1_2500/200	5294	3546	1433	90
E1_2750/200	5371	3344	1680	113
E1_3000/200	5442	3729	1981	94
E1_3250/200	5564	3526	2118	100
E1_3500/200	5589	3475	2306	105
E1_3750/200	5530	3382	2521	100
E1_4000/200	6254	3500	2861	117
E1_4250/200	6050	3543	3019	118
E1_4500/200	5963	3625	3285	96

Příloha 2 - Geometrické parametry laserových návarů Inconel 625 připravených v rámci experimentálního programu 1; F/S = 220 - 260 g/m; P = 2000 - 4750 W; v = 10 cm/min; šířka návaru w , výška návaru h , závar b , úhel smáčivosti θ .

Označení vzorků	Experimentální program 1; Geometrické parametry laserových návarů			
	Šířka návaru w [μm]	Výška návaru h [μm]	Závar b [μm]	Úhel smáčivosti θ [°]
E1_2000/220	4866	3385	1209	96
E1_2250/220	5002	3568	1288	99
E1_2500/220	5219	3363	1511	100
E1_2750/220	5099	3491	1736	104
E1_3000/220	5129	3092	2215	87
E1_3250/220	5538	3563	2050	116
E1_3500/220	5660	3480	2232	88
E1_3750/220	6121	3658	2437	85
E1_4000/220	6193	3636	2703	84
E1_4250/220	6121	3596	2834	94
E1_4500/220	6098	3684	3248	98
E1_2000/240	4982	3755	1042	105
E1_2250/240	5103	3750	1262	103
E1_2500/240	5733	3748	1436	90
E1_2750/240	5794	3582	1465	94
E1_3000/240	5968	3627	1724	101
E1_3250/240	5821	3763	1861	98
E1_3500/240	5976	3672	2120	86
E1_3750/240	6363	3803	2173	93
E1_4000/240	6498	3855	2423	136
E1_4250/240	6328	3773	2738	141
E1_4500/240	6387	3806	2992	122
E1_4750/240	6391	4014	3147	109
E1_2000/260	5099	3788	1054	117
E1_2250/260	5303	3821	1255	134
E1_2500/260	5577	3820	1394	115
E1_2750/260	5722	3867	1514	107
E1_3000/260	6401	3928	1661	98
E1_3250/260	5963	3933	1903	100
E1_3500/260	6109	3784	2182	92
E1_3750/260	6376	3797	2303	86
E1_4000/260	6624	3822	2434	90
E1_4250/260	6653	3796	2697	85
E1_4500/260	6638	3916	3070	86
E1_4750/260	6450	3927	3159	96

Příloha 2 - Geometrické parametry laserových návarů Inconel 625 připravených v rámci experimentálního programu 1; $F/S = 280 - 300 \text{ g/m}$; $P = 2000 - 5000 \text{ W}$; $v = 10 \text{ cm/min}$; šířka návaru w , výška návaru h , závar b , úhel smáčivosti θ .

Označení vzorků	Experimentální program 1; Geometrické parametry laserových návarů			
	Šířka návaru w [μm]	Výška návaru h [μm]	Závar b [μm]	Úhel smáčivosti θ [$^\circ$]
E1_2000/280	5205	4262	800	129
E1_2250/280	5391	4151	1141	138
E1_2500/280	5684	3957	1292	133
E1_2750/280	6133	3920	1370	144
E1_3000/280	6250	3934	1500	153
E1_3250/280	6437	3928	1624	105
E1_3500/280	6788	3979	1869	108
E1_3750/280	6751	4088	2000	138
E1_4000/280	6825	4014	2304	125
E1_4250/280	6640	3971	2564	152
E1_4500/280	6870	3966	2828	135
E1_4750/280	6797	4095	3078	98
E1_5000/280	6755	4133	3393	121
E1_2000/300	5294	4196	1014	126
E1_2250/300	5588	4006	1261	131
E1_2500/300	5801	4066	1326	106
E1_2750/300	5903	4169	1540	126
E1_3000/300	6509	4075	1694	89
E1_3250/300	6464	4071	1725	106
E1_3500/300	6351	4042	1830	103
E1_3750/300	6691	3938	2158	106
E1_4000/300	7087	4055	2247	89
E1_4250/300	7044	4118	2478	100
E1_4500/300	6995	4168	2775	146
E1_4750/300	6855	4265	2957	127
E1_5000/300	6986	4334	3133	111

Příloha č. 3 - Zdrojová data pro výpočet geometrické definice promíšení (**METODA B**) u vzorků připravených v rámci experimentálního programu 1; $P = 2000 - 5000 \text{ W}$; $F/S = 40 - 160 \text{ g/m}$; $v = 10 \text{ cm/min}$; naměřené hodnoty plochy laserového návaru a závaru (viz. Obr. 8 - „Plocha 1; Plocha 2“).

Výkon laseru P [W]		Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru [g/m]						
		40	60	80	100	120	140	160
2000	Označení vzorku	E1 2000/40	E1 2000/60	E1 2000/80	E1 2000/100	E1 2000/120	E1 2000/140	E1 2000/160
	Plocha 1 [um ²]	2910712	4372272	5496173	7124929	8788586	10596285	11327075
	Plocha 2 [um ²]	2475521	3450462	2964169	3314839	2694178	2747635	2752475
2250	Označení vzorku	E1 2250/40	E1 2250/60	E1 2250/80	E1 2250/100	E1 2250/120	E1 2250/140	E1 2250/160
	Plocha 1 [um ²]	3199114	4861378	5871767	7105242	9644966	10593604	11442527
	Plocha 2 [um ²]	2915383	3390735	3935329	4063071	3212329	2970266	3191147
2500	Označení vzorku	E1 2500/40	E1 2500/60	E1 2500/80	E1 2500/100	E1 2500/120	E1 2500/140	E1 2500/160
	Plocha 1 [um ²]	3298566	5103851	6317159	7779754	9979538	11595313	11263545
	Plocha 2 [um ²]	3851233	4008711	4952539	5173135	4068691	4302718	4132694
2750	Označení vzorku	E1 2750/40	E1 2750/60	E1 2750/80	E1 2750/100	E1 2750/120	E1 2750/140	E1 2750/160
	Plocha 1 [um ²]	3530233	5323654	6795641	8213006	10195947	12068104	9867258
	Plocha 2 [um ²]	4698836	4755432	4676278	5696430	4890262	4999143	5350956
3000	Označení vzorku	E1 3000/40	E1 3000/60	E1 3000/80	E1 3000/100	E1 3000/120	E1 3000/140	E1 3000/160
	Plocha 1 [um ²]	3638167	5964183	7097371	11051943	10837581	12239804	12853880
	Plocha 2 [um ²]	5852616	4996259	5106823	7226543	5683472	5483229	5702736
3250	Označení vzorku	E1 3250/40	E1 3250/60	E1 3250/80	E1 3250/100	E1 3250/120	E1 3250/140	E1 3250/160
	Plocha 1 [um ²]	3272512	5869774	7741175	9309232	10762489	12677133	13137442
	Plocha 2 [um ²]	7137150	5405442	4983393	7219418	6544224	6239954	6463592
3500	Označení vzorku	E1 3500/40	E1 3500/60	E1 3500/80	E1 3500/100	E1 3500/120	E1 3500/140	E1 3500/160
	Plocha 1 [um ²]	3919862	6257962	7555278	9891813	11194008	12707024	14211995
	Plocha 2 [um ²]	6816021	5876444	5484636	6083312	7294711	6856097	7063988
3750	Označení vzorku	E1 3750/40				E1 3750/120	E1 3750/140	E1 3750/160
	Plocha 1 [um ²]	4240049	x	x	x	11149594	12992486	13907843
	Plocha 2 [um ²]	8188981				7545323	7774211	8335822
4000	Označení vzorku	E1/4000/40					E1/4000/140	E1/4000/160
	Plocha 1 [um ²]	4309909	x	x	x	x	12824372	14218857
	Plocha 2 [um ²]	9643351					8560924	8973603
4250	Označení vzorku	1E 4250/40					1E 4250/140	1E 4250/160
	Plocha 1 [um ²]	4538029	x	x	x	x	13640729	14291985
	Plocha 2 [um ²]	10680412					10362122	9837343
4500	Označení vzorku	1E 4500/40						
	Plocha 1 [um ²]	4294031	x	x	x	x	x	x
	Plocha 2 [um ²]	10023644						
4750	Označení vzorku							
	Plocha 1 [um ²]	x	x	x	x	x	x	x
	Plocha 2 [um ²]							
5000	Označení vzorku							
	Plocha 1 [um ²]	x	x	x	x	x	x	x
	Plocha 2 [um ²]							

Příloha č. 3 - Zdrojová data pro výpočet geometrické definice promíšení (**METODA B**) u vzorků připravených v rámci experimentálního programu 1; P = 2000 - 5000 W, F/S = 180 - 300 g/m, v = 10 cm/min; naměřené hodnoty plochy laserového návaru a závaru (viz. Obr. 8 - „Plocha 1; Plocha 2“).

Výkon laseru P [W]		Množství prášku přidaného na jednotku délky návaru [g/m]						
		180	200	220	240	260	280	300
2000	Označení vzorku	E1 2000/180	E1 2000/200	E1 2000/220	E1 2000/240	E1 2000/260	E1 2000/280	E1 2000/300
	Plocha 1 [μm ²]	11559095	14062053	13221498	15254256	15923657	18113672	18619572
	Plocha 2 [μm ²]	2498362	2232107	2340093	2064629	1982243	1471526	1959092
2250	Označení vzorku	E1 2250/180	E1 2250/200	E1 2250/220	E1 2250/240	E1 2250/260	E1 2250/280	E1 2250/300
	Plocha 1 [μm ²]	12371715	14097735	14749139	16193676	16896133	18460077	18745339
	Plocha 2 [μm ²]	3445830	2752794	2683120	2759535	2667419	2378017	2686158
2500	Označení vzorku	E1 2500/180	E1 2500/200	E1 2500/220	E1 2500/240	E1 2500/260	E1 2500/280	E1 2500/300
	Plocha 1 [μm ²]	12628+286	15313519	14289849	17616698	17476472	19372078	19276872
	Plocha 2 [μm ²]	3837065	3219708	3313339	3098565	3248577	2920656	3074106
2750	Označení vzorku	E1 2750/180	E1 2750/200	E1 2750/220	E1 2750/240	E1 2750/260	E1 2750/280	E1 2750/300
	Plocha 1 [μm ²]	13568008	15441971	14627179	17621860	18414431	20405315	20096421
	Plocha 2 [μm ²]	4721617	4237425	4155358	3608518	3754898	3392258	3665155
3000	Označení vzorku	E1 3000/180	E1 3000/200	E1 3000/220	E1 3000/240	E1 3000/260	E1 3000/280	E1 3000/300
	Plocha 1 [μm ²]	13871509	16561425	12988543	18470382	19575885	20655292	21212602
	Plocha 2 [μm ²]	5461561	5086527	5629048	4567146	4352237	3878766	4416556
3250	Označení vzorku	E1 3250/180	E1 3250/200	E1 3250/220	E1 3250/240	E1 3250/260	E1 3250/280	E1 3250/300
	Plocha 1 [μm ²]	14950305	16363915	16701999	18391968	19389457	21514576	21047818
	Plocha 2 [μm ²]	6411760	5818503	5534021	5007920	5012458	4645377	1633302
3500	Označení vzorku	E1 3500/180	E1 3500/200	E1 3500/220	E1 3500/240	E1 3500/260	E1 3500/280	E1 3500/300
	Plocha 1 [μm ²]	14659857	16656857	16397343	19069524	19386931	22319995	21577936
	Plocha 2 [μm ²]	6695701	6343644	6127995	5753828	6177903	5292558	4977581
3750	Označení vzorku	E1 3750/180	E1 3750/200	E1 3750/220	E1 3750/240	E1 3750/260	E1 3750/280	E1 3750/300
	Plocha 1 [μm ²]	14666621	15841570	17972625	20077104	20007721	22503859	21920101
	Plocha 2 [μm ²]	7714104	7139514	6932139	6347148	6753072	5759265	6118350
4000	Označení vzorku	E1/4000/180	E1/4000/200	E1/4000/220	E1/4000/240	E1/4000/260	E1/4000/280	E1/4000/300
	Plocha 1 [μm ²]	15919234	17374532	18488427	20868130	20378933	22288524	23895435
	Plocha 2 [μm ²]	8936433	8821829	8125078	7315258	7308251	6947682	6756080
4250	Označení vzorku	1E 4250/180	1E 4250/200	1E 4250/220	1E 4250/240	1E 4250/260	1E 4250/280	1E 4250/300
	Plocha 1 [μm ²]	16177905	17347303	18166993	20373705	20276383	21992624	23566131
	Plocha 2 [μm ²]	9099218	9480582	8978811	8100154	8305056	7856685	7530993
4500	Označení vzorku		1E 4500/200	1E 4500/220	1E 4500/240	1E 4500/260	1E 4500/280	1E 4500/300
	Plocha 1 [μm ²]	x	17630216	18920664	20263214	21420200	22629331	23863708
	Plocha 2 [μm ²]		10220355	10759621	9380436	10685996	9130856	8695660
4750	Označení vzorku				1E 4750/240	1E 4750/260	1E 4750/280	1E 4750/300
	Plocha 1 [μm ²]	x	x	x	21521604	21384540	23045273	23961872
	Plocha 2 [μm ²]				10200602	10812987	10084459	9708424
5000	Označení vzorku						1E 5000/280	1E 5000/300
	Plocha 1 [μm ²]	x	x	x	x	x	22782310	24972512
	Plocha 2 [μm ²]						11820716	10761208