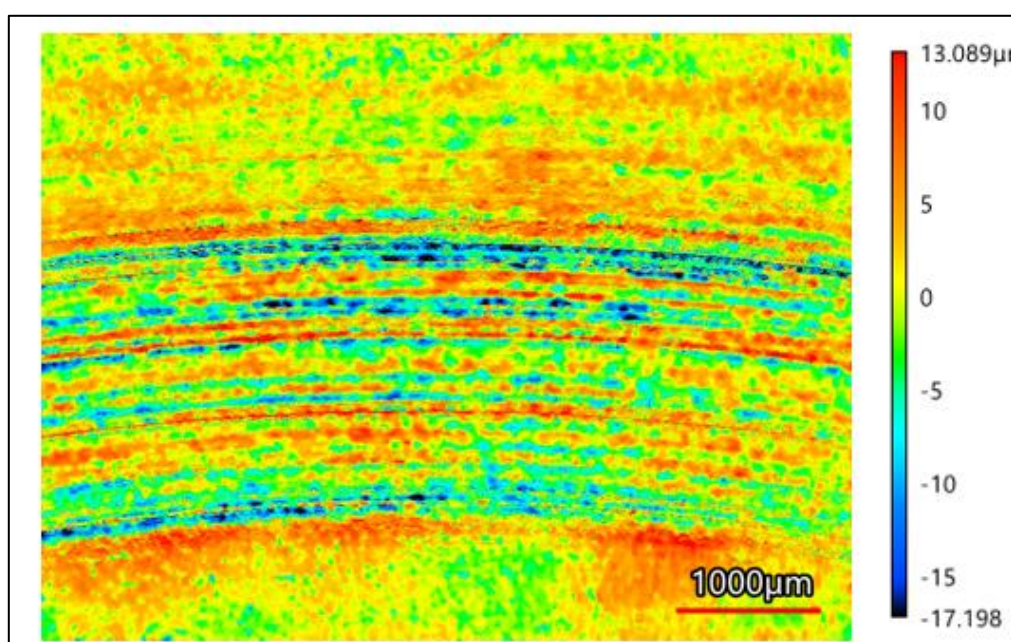


Podklady pro volbu vhodného materiálu těsnění a 3D tištěných komponent



**Tento výsledek je spolufinancován se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci
Programu Národního centra kompetence**

NÁZEV VÝSLEDKU

Podklady pro volbu vhodného materiálu těsnění a 3D tištěných komponent

PROJEKT

Národní centrum vodíkové mobility (TN02000007)

NÁZEV DÍLČÍHO PROJEKTU

Provozní aspekty vodíkových plnicích stanic

ZPRACOVATEL

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství (VUT, FS)

AUTORSKÝ TÝM

Ivan Křupka (VUT, FS)

Michal Okál (VUT, FS)

Ladislav Šnajdárek (VUT, FS)

Obsah

1	Úvod	4
2	Těsnění v prostředí vakua	5
2.1	Návrh experimentu a příprava vzorků	5
2.2	Analýza vzorků	8
2.3	Vyhodnocení tribotestů	9
2.3.1	Koeficient tření a snímky třecích povrchů disku a pinu	9
2.3.2	Velikost opotřebení.....	12
2.3.3	Drsnost tribovrstvy.....	13
2.3.4	Chemická analýza tribovrstvy	14
2.4	Shrnutí.....	16
3	3D tisk	17
3.1	Testování v prostředí vodíku.....	17
3.2	Shrnutí.....	19
4	Seznam použité literatury	20
5	Seznam obrázků.....	21

1 Úvod

Chování materiálů v prostředí vodíku je přirozeně spojeno se změnou jeho vlastností. Zásadním problémem je tak stanovení postupu stanovení těchto změn s ohledem na provozní podmínky. To se týká jak materiálů pro těsnění [1-7], tak i materiálů pro 3D tisk [10-12].

Výběr těsnění pro aplikace ve vodíku je klíčový pro zajištění spolehlivosti a bezpečnosti. Přestože jsou k dispozici komerční aplikace, které umožní navrhnout těsnění pro konkrétní provozní podmínky (např. od firmy [Trelleborg](#)), testování za relevantních podmínek stále zůstává klíčové pro návrh materiálu těsnění pro zajištění požadované funkce. Pro některé materiály těsnění lze sice použít v určité fázi návrhu použít jako alternativu testování v heliu [8], testování ve vodíku má však nezastupitelnou roli při komplexním posouzení chování těsnění [9]. Na základě analýzy současného stavu poznání byl takovýto postup v případě materiálů těsnění navržen a ověřen ve spolupráci s japonskými kolegy z [International Research Center for Hydrogen Energy](#) ve Fukuocce, jako podklad pro stanovení materiálu těsnění pro aplikace v prostředí vodíku.

Aditivně vyráběné kovy mohou mít jinou mikrostrukturu než konvenčně zpracované materiály, což může zvýšit náchylnost k vodíkovému křehnutí v některých případech. Studie ukazují, že 3D-tištěná austenitická nerezová ocel (např. 316L) může být při expozici vodíku citlivější než v případě běžné oceli, pokud není správně zpracována nebo tepelně upravena. Perspektivní materiálovou volbu pro aplikace spojené s vodíkem představují aditivně vyráběné titanové slitiny, a to díky kombinaci nízké měrné hmotnosti, vysoké pevnosti, odolnosti vůči korozi a schopnosti provozu v náročných prostředích. V kontextu vodíkových technologií však nelze opomenout jejich citlivost na difuzi vodíku a související degradaci mechanických vlastností, zejména houževnatosti a tažnosti [13]. Aditivní technologie rovněž obecně vytvářejí jemnozrnnou, lokálně nerovnovážnou mikrostrukturu s vysokým obsahem defektů a zbytkových pnutí. Jemné zrna a přítomnost metastabilních fází mohou zvyšovat difuzní cesty a urychlovat transport vodíku. Klíčovým faktorem pro vodíkové aplikace je rovněž pórovitost [14]. Aditivní výroba, pokud není optimálně nastavena, vede k tvorbě uzavřených i propojených pórů, které slouží jako iniciátory degradace, a v případě vodíku i jako místa jeho akumulace. V případě přípravy podkladů pro volbu 3D tištěných materiálů bylo využito rozsáhlých zkušeností s 3D tiskem na pracovišti Ústavu konstruování FSI VUT a ve spolupráci s Energetickým ústavem byl navržen postup testování 3D tištěných materiálů v prostředí vodíku.

2 Těsnění v prostředí vakua

Od 18. srpna do 9. prosince 2024 doktor Okál absolvoval stáž na Kyushu University v japonské Fukuoce, která byla zaměřená na studium vlivu vodíkové atmosféry na tribologické vlastnosti termoplastu používaného pro výrobu těsnění. Tato instituce disponuje jedním z nejmodernějších výzkumných zařízení na světě pro studium tribologie v prostředí čistého vodíku. V rámci stáže byl ověřen postup stanovení změn vlastností materiálu. Byly provedeny tribologické testy vybraného materiálu v podmínkách odpovídajících reálnému použití těsnicích kroužků. Studie zahrnovala měření koeficientu tření a následné optické i chemické analýzy tribovrstev vzniklých na kontaktních površích, s cílem porozumět vlivu vodíkové atmosféry na jejich vlastnosti. Navržený postup a jeho vyhodnocení je popsán v následujících kapitolách.

2.1 Návrh experimentu a příprava vzorků

Testy pro ověření navrženého postupu byly zaměřeny na zkoumání kompozitního materiálu pro těsnicí kroužky používané ve vodíkových kompresorech. Konkrétně se jednalo o PPS kompozit obsahující 40 hm % PTFE, které je známé svou schopností vytvářet nízké tření a malým opotřebením v prostředí plynného vodíku.

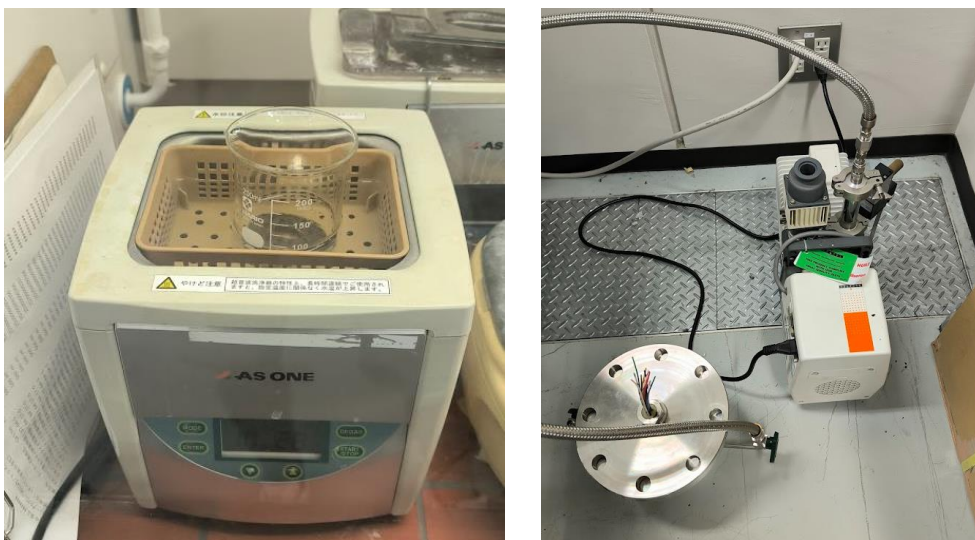
Experimenty byly provedeny v konfiguraci pin-on-plate. Z tyčového materiálu kompozitu PPS byly vyrobeny zkušební vzorky ve tvaru kvádrů o rozměrech 15 mm × 4 mm × 4 mm (délka × šířka × výška). Jako protiplochy byly použity disky z nerezové oceli AISI 440C s vysokou pevností a tvrdostí 660 HV. Povrch těchto vzorků byl dokončen lapováním pomocí brusného papíru, přičemž dosažená průměrná drsnost činila 0,05 μm. Drsnost vzorků byla po dokončení lapování zkontrolována pomocí optického profilometru Bruker viz. Obrázek 1.



OBRÁZEK 1: 3D OPTICKÝ PROFILOMETR BRUKER, POROVNÁNÍ VZORKU PO LAPOVÁNÍ.

Všechny vzorky byly před tribologickými testy očištěny v ultrazvukové čističce (Obrázek 2) ve směsi acetonu a hexanu po dobu 10 minut. Po čištění byla rozpouštědla a veškeré zbytkové nečistoty

odstraněny odpařením pomocí vakuové pumpy, která vytvořila mírné vakuum. Vzorky byly vakuovány po dobu 15 minut.



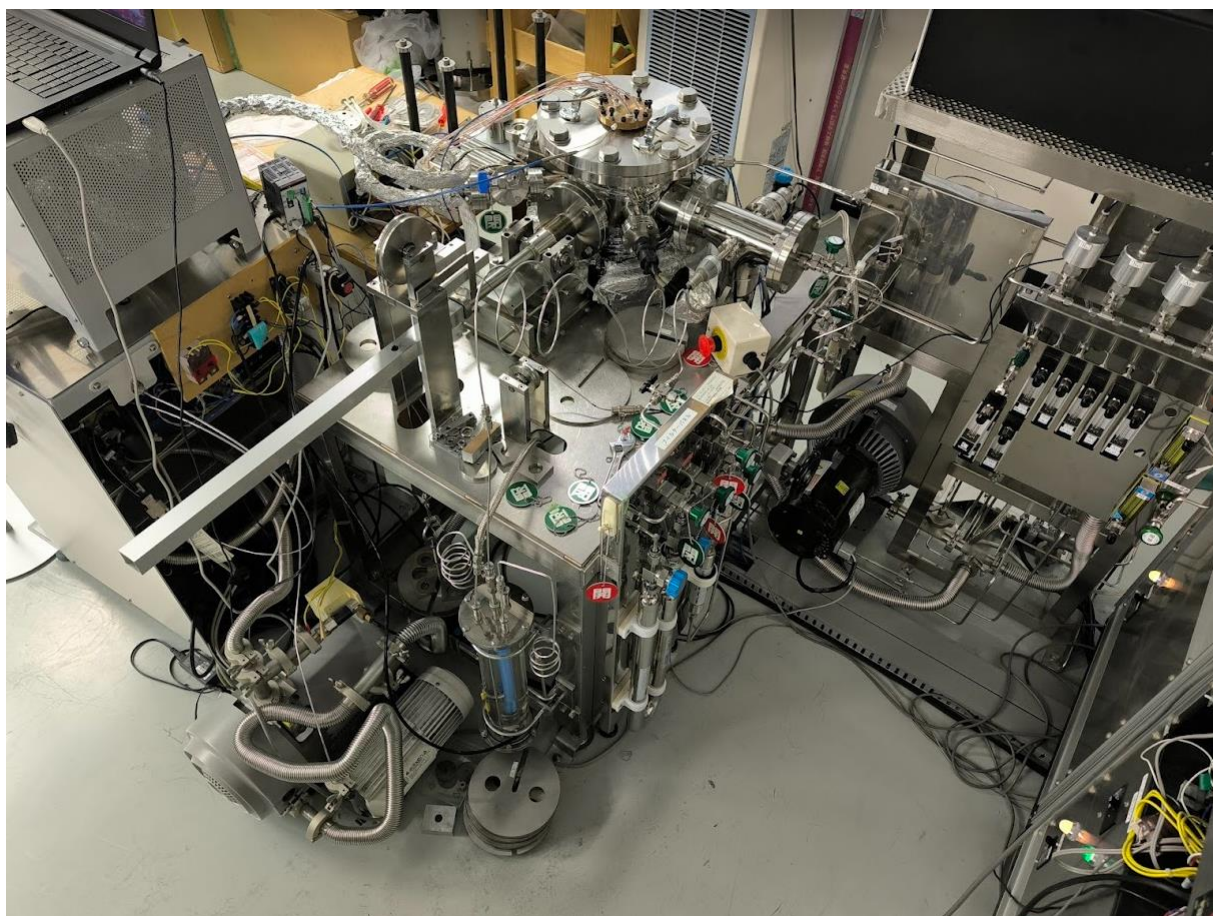
OBRÁZEK 2: ULTRAZVUKOVÁ ČISTIČKA A VAKUOVÁ PUMPA

Po vysušení byly vzorky zváženy na elektronických vahách s přesností 0,01 mg. Následně byla jejich počáteční hmotnost porovnána s hmotností po ukončení experimentů. Na základě tohoto srovnání byla určena míra opotřebení pinu a množství tribovrstvy vytvořeného na povrchu disku. Očištěné vzorky byly vždy skladovány ve skříni s kontrolovanou vlhkostí.

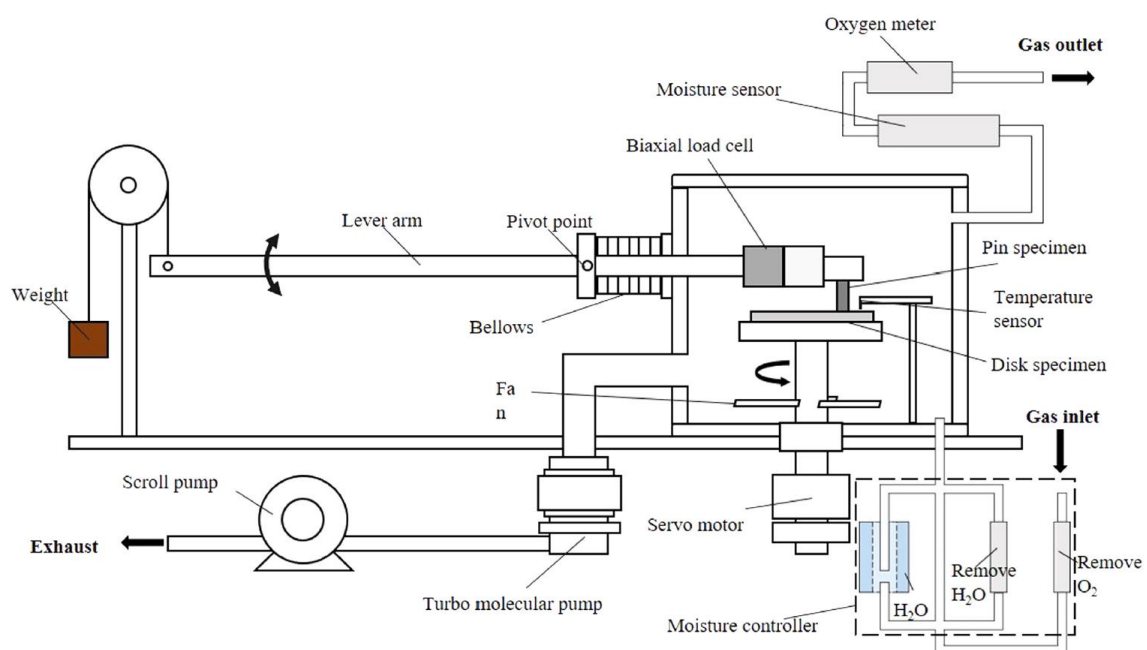
Jak bylo v úvodu zmíněno, testy byly prováděny na tribometru typu pin-on-disk (Obrázek 3), jehož schéma je znázorněno na Obrázek 4. Testovací pin s diskem je umístěn v testovací komoře umožňující vytvoření vysokého vakua pomocí turbo-molekulárních pump. V zařízení je poháněn disk pomocí servomotoru. Pin byl upevněn v držáku a zatěžován proti kovovému disku prostřednictvím pákového mechanismu s mrtvou vahou. Přítlačná síla i tangenciální třecí síla byly měřeny dvouosým tenzometrickým snímačem umístěným mezi držákem kolíku a ramenem páky. Na základě těchto měření byl vypočítán součinitel tření jako poměr třecí síly ke zatěžující síle.

Před každým tribotestem byla testovací komora zahřata na teplotu 150 °C po dobu minimálně 2 hodin při tlaku nižším než 10^{-4} Pa, z důvodu eliminace vliv zbytkového vzduchu na tribotest. Po umístění vzorků do tribometru byla komora utěsněna a vyvakuována minimálně na tlak 5×10^{-4} Pa. Následně byl do komory přiváděn plynný vodík přes regulátor vlhkosti do komory na tlak rovnající se atmosférickému tlaku.

Veškeré tribotesty byly provedeny na celkové kluzné vzdálenosti 20 000 m a při teplotě 24 °C. Kontaktní tlak a rychlost klouzání byly nastaveny na 1 MPa a 2 m/s, což odpovídá provozním podmínkám teflonových těsnění v pístovém kompresoru. Relativní vlhkost během testů byla udržována na hodnotách <1 a 20 ppm. Každá kluzná zkouška byla provedena dvakrát při dané úrovni vlhkosti.



OBRÁZEK 3: TRIBOMETR KONFIGURACE PIN-ON-PLATE



OBRÁZEK 4: SCHÉMA TRIBOMETRU KONFIGURACE PIN-ON-PLATE

Po dokončení tribotestu byly vzorky (Obrázek 5) vyjmuty z tribometru a očištěny filtrovaným vzduchem, aby se odstranily otěrové částice. Pro bezpečný přenos byly vždy umístěny do plastové krabičky a skladovány ve skříni s kontrolovanou vlhkostí. Po očištění následovalo jejich opětovné zvážení a analýza.



OBRÁZEK 5: VZORKY PO TESTU

2.2 Analýza vzorků

Po provedeném tribotestu byly třecí povrchy pinu a disku analyzovány optickým mikroskopem při zvětšeních 0,58×, 1×, 10×, 20×. Následně byly vzorky pozorovány konfokálním mikroskopem (Obrázek 6) při zvětšeních 10×, 20× a 50× aby bylo možné získat informace o rozložení drsnosti a výšce povrchu.

Pro chemickou analýzu tribovrstev vytvořených na discích byl použit laserový Ramanův mikroskop (DXR2xi, Thermo Fisher Scientific). Spektra byla sbírána z 10 - 15 bodů na každém povrchu vzorku při zvětšeních 50× s použitím excitačního laseru o vlnové délce 455 nm a výkonu 0,5 mW. Na základě těchto spekter byla provedena analýza intenzity a rozlišení vrcholů u samovolně vytvořených tribovrstev.

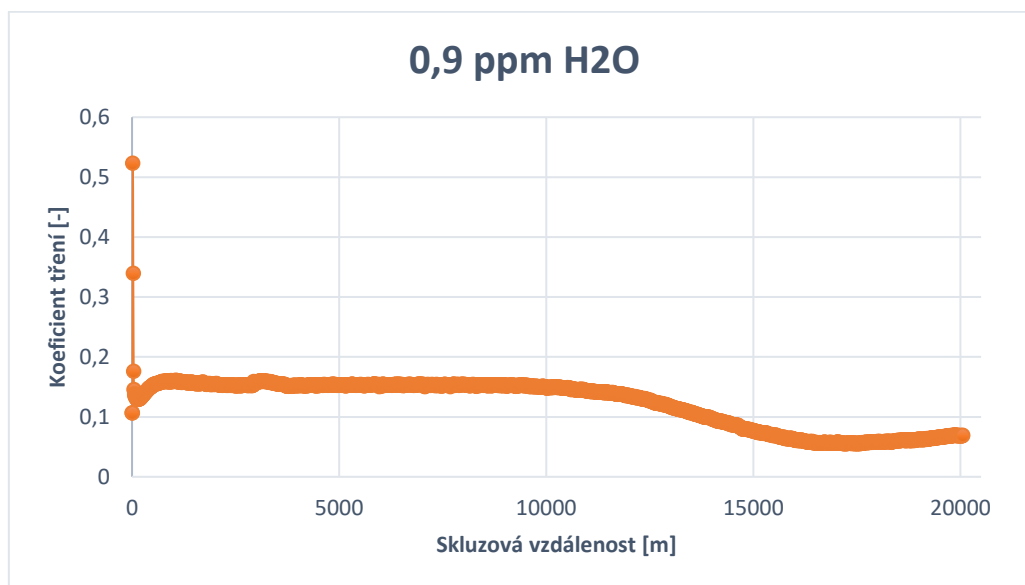
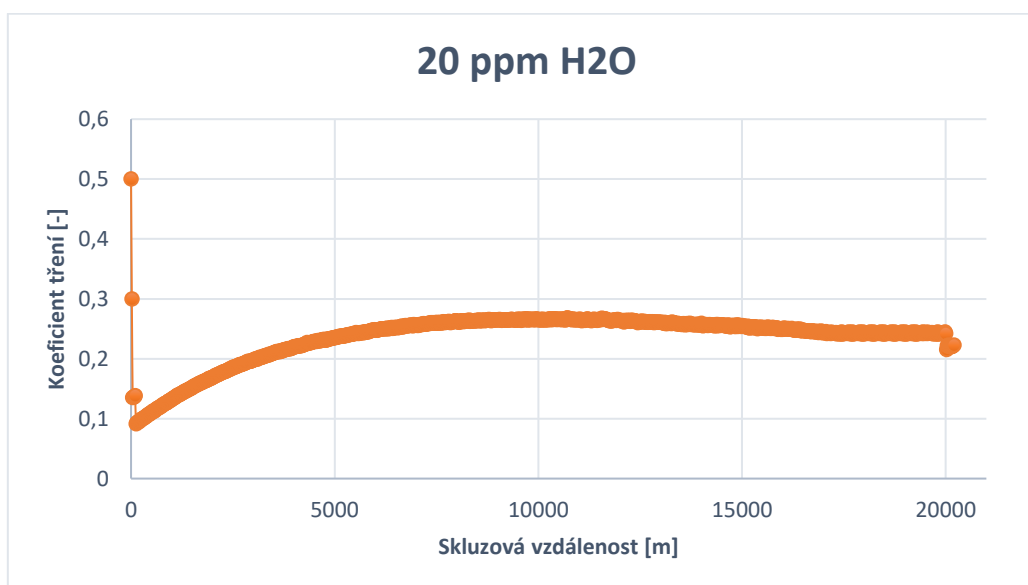


OBRÁZEK 6: LASER RAMAN MIKROSKOP (DXR2XI, THERMO FISHER SCIENTIFIC) A KONFOKÁLNÍ MIKROSKOP (VK-X, KEYENCE)

2.3 Vyhodnocení tribotestů

2.3.1 Koeficient tření a snímky třecích povrchů disku a pinu

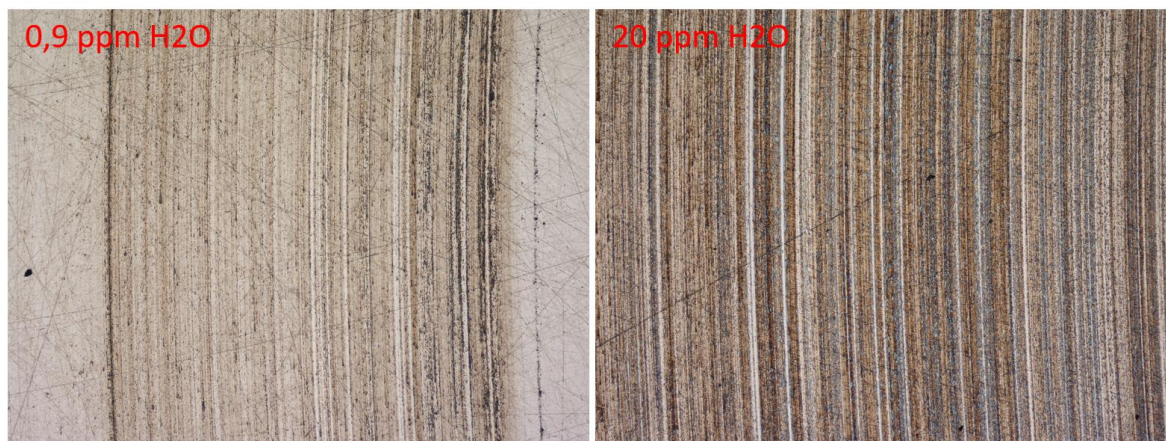
Změny součinitele tření během experimentu jsou znázorněny na Obrázek 7 a Obrázek 8. Pro větší přehlednost je zobrazeno pouze jedno měření za daných podmínek. Při koncentraci 0,9 ppm vody byl součinitel tření přibližně 0,1. Po počátečním poklesu během prvních otáček disku došlo ke stabilizaci. Ke konci experimentu byl zaznamenán další pokles, jehož příčinu nelze snadno vysvětlit. Pravděpodobně nebyl pin rovnoměrně zatížen proti disku, což vedlo k nerovnoměrnému opotřebení v průběhu experimentu. Naopak experimenty s koncentrací 20 ppm H_2O ukázaly postupný nárůst součinitele tření během prvních hodin provozu, po němž následovala stabilizace. To naznačuje, že v počáteční fázi docházelo k tvorbě tribovrstvy na kontaktních površích. Porovnání výsledků experimentů ukázalo, že testovaný materiál vykazuje lepší vlastnosti při nižší koncentraci H_2O v okolní atmosféře. Při 0,9 ppm H_2O byl počáteční součinitel tření přibližně 0,15, zatímco při 20 ppm H_2O dosahoval hodnoty kolem 0,25.

**OBRAZEK 7: PRŮBĚH KOEFICIENTU TŘENÍ BEHĚM TESTU PRO 0,9 PPM H₂O****OBRAZEK 8: PRŮBĚH KOEFICIENTU TŘENÍ BEHĚM TESTU PRO 20 PPM H₂O**

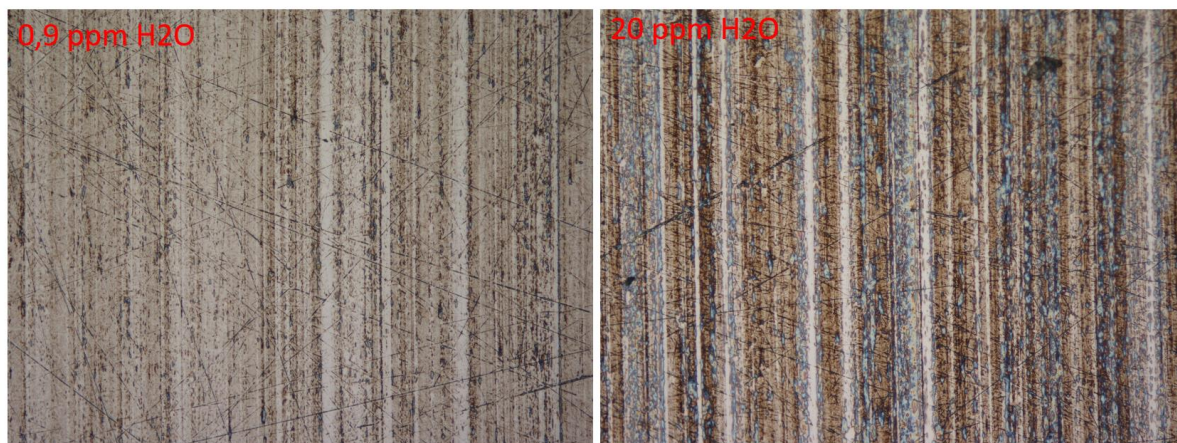
Na dalších obrázcích jsou zobrazeny třecí povrchy disku (Obrázek 9 a Obrázek 10) a pinu (Obrázek 11), přičemž je zde porovnán materiál polyfenylensulfid + 40 % PTFE při různých koncentracích H₂O.

Lze pozorovat, že třecí stopa při koncentraci 0,9 ppm H₂O byla užší než v případě 20 ppm H₂O. Pro vyšší koncentraci H₂O je také patrná tmavší barva tribovrstvy, což naznačuje její intenzivnější tvorbu oproti podmínkám s 0,9 ppm H₂O. Při větším zvětšení je viditelný mechanismus tvorby tribovrstvy – vrstvy se vytvářejí ve formě pruhů ve směru otáčení disku. V podmínkách s 0,9 ppm H₂O byly výrazné pruhy především na okrajích stopy, zatímco při 20 ppm H₂O se dominantní pruhy nacházely spíše uprostřed dráhy.

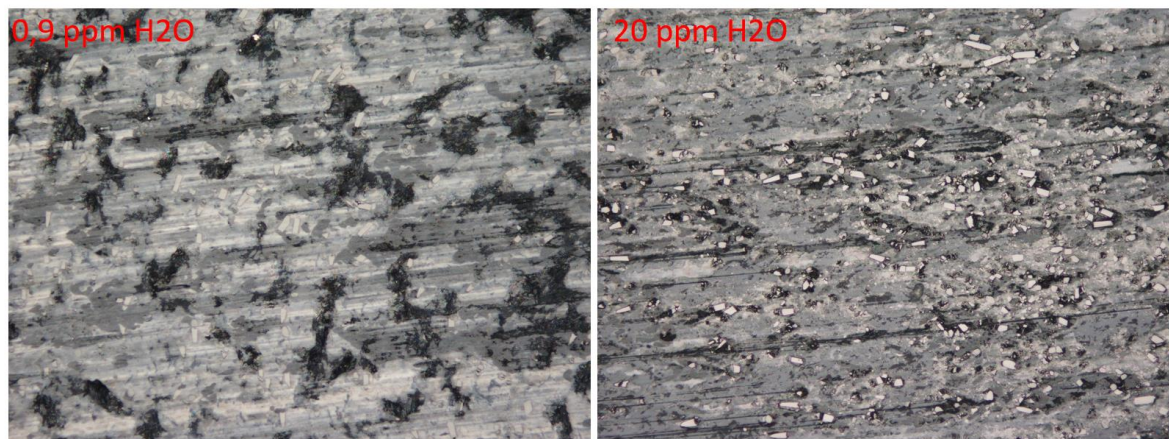
Na Obrázek 11 je detailní pohled na třecí povrch použitých pinů. V případě 20 ppm H₂O jsou částice plniva materiálu zřetelnější, což může být důsledkem většího opotřebení pinu a následného odhalení jeho vnitřní struktury. Při 0,9 ppm H₂O se na povrchu pinu stále nacházely červené skvrny, které nebyly během testu opotřebeny.



OBRÁZEK 9: TRIBOVRSTVA NA DISCÍCH 1X ZVĚTŠENÍ



OBRÁZEK 10: TRIBOVRSTVA NA DISCÍCH 10X ZVĚTŠENÍ

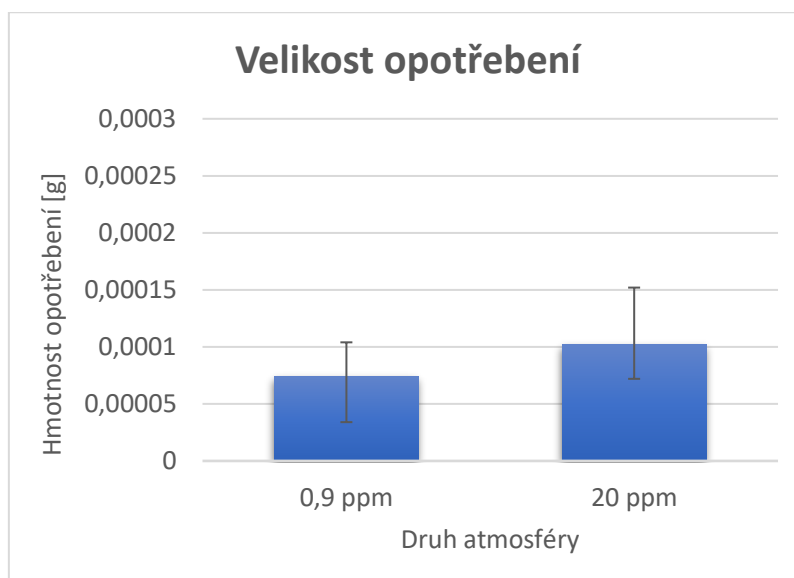


OBRÁZEK 11: TŘECÍ POVRCH NA PINECH PŘI ZVĚTŠENÍ 10 X ZVĚTŠENÍ

2.3.2 Velikost opotřebení

Před a po provedení třecího testu byly jednotlivě zváženy všechny piny a disky. Po testu byly piny i disky očištěny proudem vzduchu a znovu zváženy. Část materiálu z pinu vždy ulpěla na povrchu disku, což vedlo ke snížení hmotnosti pinů a naopak k mírnému nárůstu hmotnosti disků. Rozdíl mezi úbytkem hmotnosti pinů a přírůstkem hmotnosti disků byl vždy velmi malý, což potvrzuje, že naměřené hodnoty opotřebení jsou přesné.

Při podmínkách s 0,9 ppm H₂O bylo průměrné opotřebení přibližně 0,000074 g, zatímco při 20 ppm H₂O dosahovalo 0,000102 g. Tento rozdíl potvrzuje dřívější pozorování třecích povrchů, kdy vyšší koncentrace H₂O vedla k tvorbě tmavší a výraznější tribovrstvy na discích. Rozdíl obou podmínek je zobrazen na Obrázek 12.

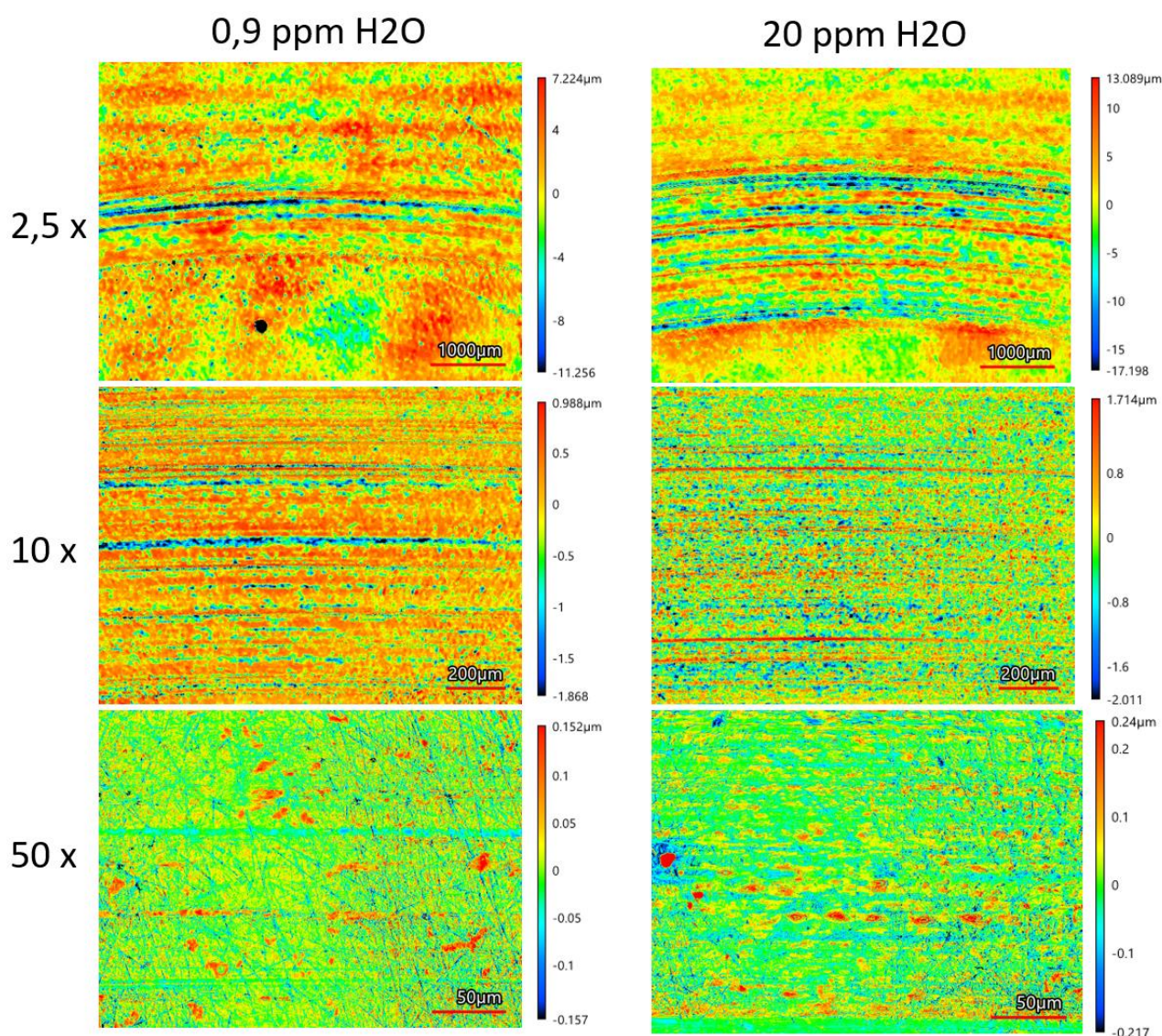


OBRÁZEK 12: OPOTŘEBENÍ PINU

2.3.3 Drsnost tribovrstvy

Výškové profily tribovrstvy na discích byly následně pozorovány pomocí konfokálního mikroskopu. Ve všech třech případech zvětšení byl patrný rozdíl v profilu mezi oběma atmosférickými podmínkami. Výsledky pozorování jsou zobrazeny na Obrázek 13.

Při 0,9 ppm H_2O byla povrchová drsnost vždy nižší než při 20 ppm H_2O . V případě 20 ppm H_2O bylo také zřetelnější, že vzniklé pásy tribovrstvy měly kladné hodnoty výšky. Dále bylo pozorováno, že při vyšší koncentraci H_2O mají stopy při zvětšení 50× výraznější částicový charakter, což znamená, že se vytvořilo několik shluků za sebou. Naopak při nižší koncentraci H_2O bylo těchto shluků jednak méně, jednak byly rozmístěny nahodile.

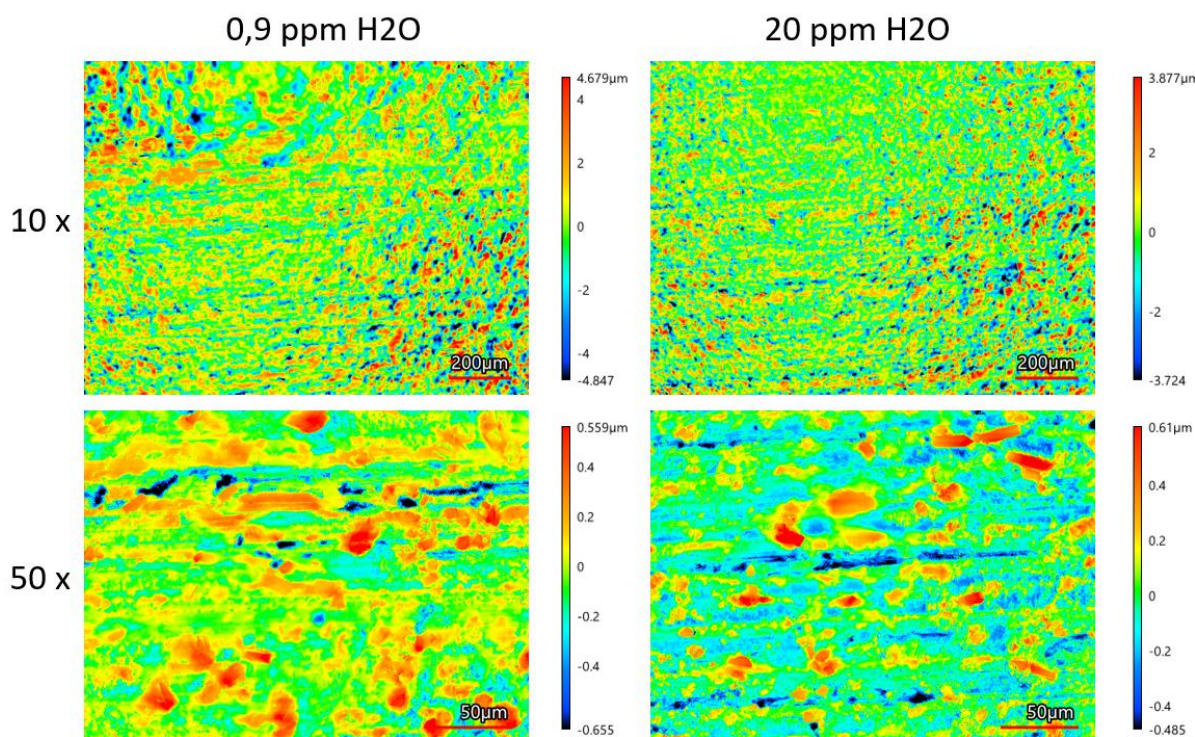


OBRÁZEK 13: ZOBRAZENÍ TŘECÍCH POVRCHŮ SE ZVÝRAZNĚNOU DRSNOSTÍ

Z Obrázek 13 je patrný rozdíl v tribovrstvě na discích i velikost drsnosti povrchu. Lze vyčíst, že hodnota R_z byla přibližně 30 μm při koncentraci 20 ppm H_2O a přibližně 18 μm při koncentraci

0,9 ppm H₂O, a to při nejmenším zvětšení. Toto zvětšení pokrývá největší plochu tribovrstvy, a proto poskytuje nejrelevantnější informace. Podobný trend byl pozorován i při ostatních zvětšeních – vždy platilo, že při vyšší koncentraci vody byla povrchová drsnost výraznější než při nižší koncentraci.

Při porovnání drsnosti třecích povrchů pinů (Obrázek 14) nebyl zaznamenán výrazný rozdíl mezi jednotlivými povrchy. V případě koncentrace 20 ppm H₂O byla hodnota R_z nepatrně nižší než při 0,9 ppm H₂O, avšak tento rozdíl je natolik malý, že jej může snadno ovlivnit samotné místo měření drsnosti. Zvětšení 2,5x zde nebylo zahrnuto, protože nerovnoměrné opotřebení obou pinů neumožňovalo reprezentativní zobrazení drsnosti třecího povrchu.



OBRÁZEK 14: ZOBRAZENÍ TŘECÍCH POVRCHŮ U PINŮ

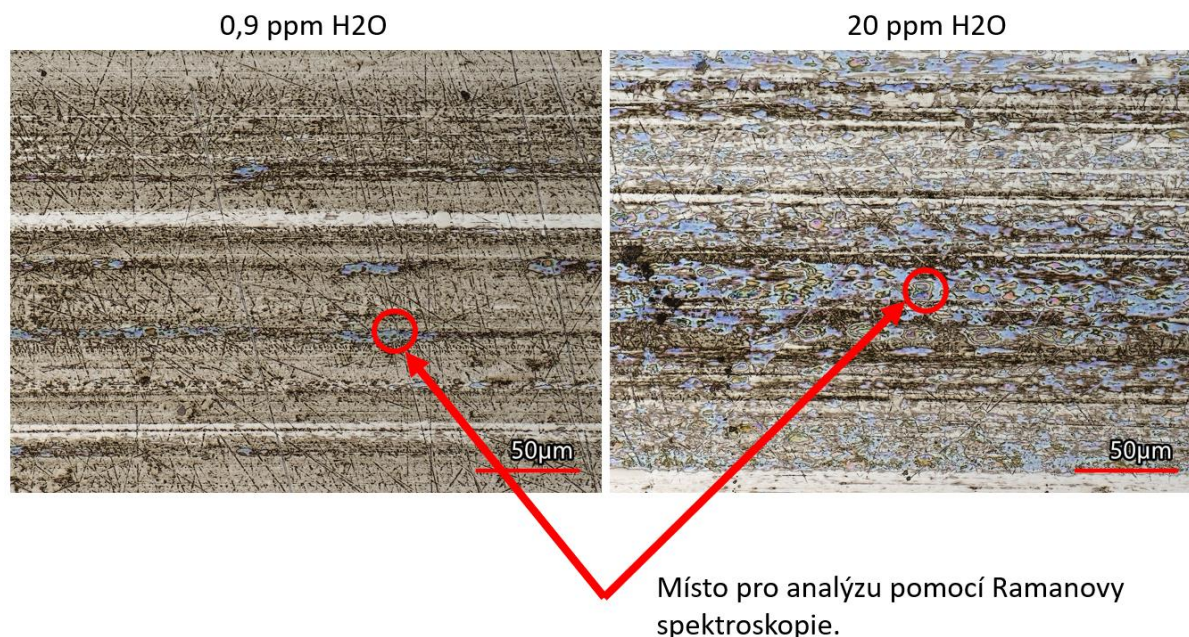
2.3.4 Chemická analýza tribovrstvy

Na Obrázek 15 je porovnání třecích povrchů disků při testovaných podmínkách. Bylo patrné, že při koncentraci 20 ppm H₂O docházelo k výraznějšímu formování tribovrstvy. V případě 0,9 ppm H₂O se třecí povrch převážně jen mírně ztmavil a místy se nahodile vytvořila silnější vrstva (viz červený kroužek). Tato místa se silnější tribovrstvou byla vybrána pro chemickou analýzu pomocí Ramanovy spektroskopie.

Bílá místa nebo oblasti s pouze mírným pokrytím vykazovaly slabý signál, což znemožňovalo detekci spektrálních píků. Při koncentraci 20 ppm H₂O byl téměř celý povrch pokryt silnější vrstvou, přičemž

se zde nacházely výraznější pruhy tribovrstvy. Tyto pruhy byly analyzovány přednostně, protože poskytovaly nejvýraznější odezvu při analýze.

Cílem analýzy bylo následně porovnat získaná spektra filmů a zjistit, zda docházelo k chemickým změnám tribovrstvy v důsledku odlišných atmosférických podmínek.



OBRÁZEK 15: POZOROVANÁ MÍSTA POMOCÍ RAMANOVY SPEKTROSKOPIE

Na Obrázek 16 jsou znázorněna spektra vytvořených tribovrstev, ve kterých byly pozorovány následující vrcholy spekter. Níže je uveden rozbor původních a změřených vrcholů daných materiálů:

1) Hlavní vrcholy pro PPS:

- 1580–1600 cm^{-1} – Vibrace benzenového jádra v polyfenylensulfidu (C=C aromatické vibrace).
- 1350 cm^{-1} – Možné příspěvky od deformací C-H v aromatických kruzích nebo přítomnost poruch v uhlíkové struktuře.
- 1100–1200 cm^{-1} – Vazby C-S-C v PPS.

2) Hlavní vrcholy pro PTFE:

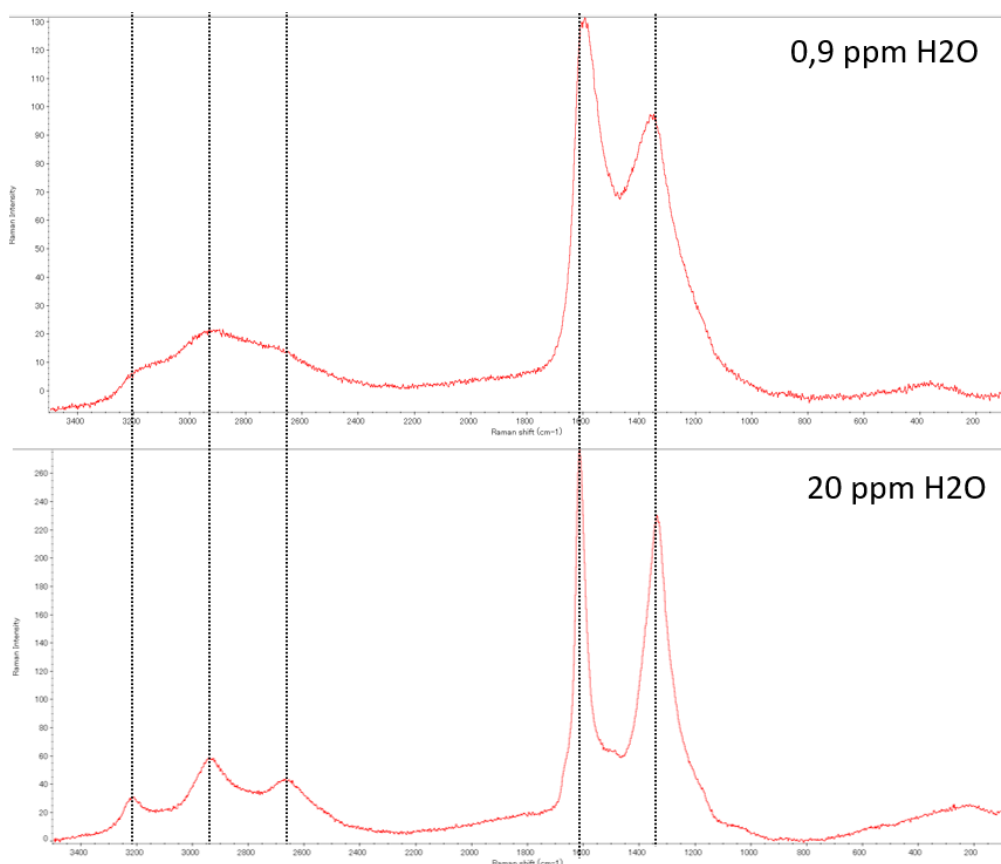
- ~1200 cm^{-1} – Asymetrické valenční vibrace CF_2 (charakteristické pro PTFE).
- ~2900 cm^{-1} – C-H vibrace přítomné v nečistotách nebo v kombinaci s PPS.

3) Kombinované efekty PPS + PTFE:

Dochází k zesílení vrcholů v oblasti 1100–1300 cm^{-1} v důsledku překrývání vibrací C-S-C (PPS) a CF_2 (PTFE). PTFE je Ramanově slabý materiál, a proto mohou být jeho signály méně výrazné než u PPS.

Oblast kolem $3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$ odpovídá valenčním vibracím O-H (hydroxylových skupin) nebo N-H (aminových skupin), které nejsou součástí čistého PPS ani PTFE. Tento signál pravděpodobně pochází z vlhkosti (H_2O adsorbované na povrchu materiálu) nebo oxidačních produktů.

Při porovnání spekter byl zaznamenán převážně nárůst intenzity vrcholů, což naznačuje, že vyšší atmosférická vlhkost vede k větší reaktivnosti použitého materiálu.



OBRAZEK 16: POROVNÁNÍ SPEKTER Z ROZDÍLNÝCH TRIBOVRSTEV (0,9 X 20 PPM H_2O)

2.4 Shrnutí

Během stáže na Kyushu University byly provedeny tribologické testy materiálu na bázi polyfenylensulfidu (PPS) s 40% plnivem PTFE ve speciálně navrženém tribometru s konfigurací pin-on-disk. Tyto experimenty umožnily ověřit postup pro stanovení vlastností materiálů těsnění, jako podklad pro stanovení materiálu těsnění pro aplikace v prostředí vodíku. V rámci těchto experimentů byla pozorována změna koeficientu tření při konstantním kontaktním tlaku a rychlosti v prostředí čistého vodíku. Zkoumán byl rovněž vliv stopového množství vody ve vodíkové atmosféře na výsledné tření a tvorbu tribovrstvy na třecích površích. Získané výsledky prokázaly, že zvolený postup je vhodný pro návrh vhodného materiálu těsnění pro prostředí vodíku, kdy je možné zohlednit provozní podmínky pro které je těsnění navrhováno.

3 3D tisk

Aditivně vyráběné titanové slitiny představují perspektivní materiálovou volbu pro aplikace spojené s vodíkem, a to díky kombinaci nízké měrné hmotnosti, vysoké pevnosti, odolnosti vůči korozi a schopnosti provozu v náročných prostředích. V kontextu vodíkových technologií však nelze opomenout jejich citlivost na difuzi vodíku a související degradaci mechanických vlastností, zejména houževnatosti a tažnosti. Mikrostruktura titanových slitin vyrobených pomocí aditivních technologií (např. selektivní tavení laserem – PBF-LB, direct energy deposition – DED) má zásadní vliv na interakci vodíku s materiálem a tím i na provozní spolehlivost [13].

Aditivní technologie obecně vytvářejí jemnozrnnou, lokálně nerovnovážnou mikrostrukturu s vysokým obsahem defektů a zbytkových pnutí. Tyto mikrostrukturní charakteristiky mohou působit dvojnásobně. Na jedné straně jemné zrna a přítomnost metastabilních fází mohou zvyšovat difuzní cesty a urychlovat transport vodíku. Na straně druhé mohou specifické mikrostrukturní konfigurace — například α' martenzit v Ti–6Al–4V — omezovat nukleaci a růst hydridů, což snižuje riziko vodíkové křehkosti. Rozhodující je proto schopnost řídit mikrostrukturu prostřednictvím parametrů tisku a následných tepelných procesů [14].

Klíčovým faktorem pro vodíkové aplikace je rovněž pórovitost. Aditivní výroba, pokud není optimálně nastavena, vede k tvorbě uzavřených i propojených pórů, které slouží jako iniciátory degradace, a v případě vodíku i jako místa jeho akumulace. Póry a defekty tak mohou významně zhoršit difuzní procesy, podporovat lokální křehnutí a snižovat životnost komponent (2). Z tohoto důvodu se jako nutná jeví aplikace post-processingových kroků — horké izostatické lisování (HIP), optimalizované žíhání či řízení chemického složení.

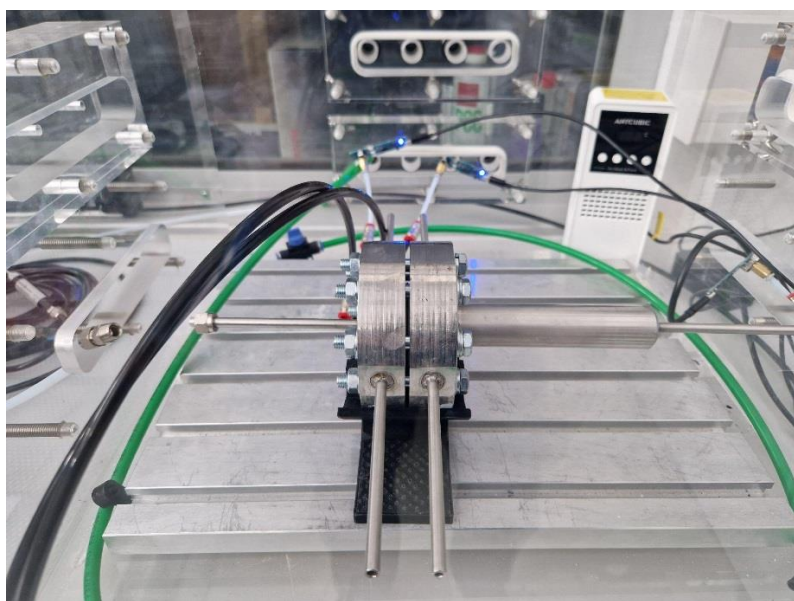
Volba aditivně vyráběné titanové slitiny musí proto být posuzována nejen z hlediska základních mechanických vlastností, ale především z hlediska stability vůči vodíkovému prostředí, možnosti řízení mikrostruktury a opakovatelnosti výrobního procesu (1). V porovnání s konvenčně zpracovanými materiály mohou 3D tištěné slitiny nabídnout vyšší měrné vlastnosti a schopnost navrhovat geometricky komplexní díly, ale současně vyžadují pokročilé materiálové inženýrství k eliminaci inherentních rizik spojených s difuzí vodíku.

S ohledem na současný stav výzkumu lze konstatovat, že aditivní titanové slitiny představují slibnou volbu pro vodíkové aplikace, pokud je věnována pozornost řízení mikrostruktury, minimalizaci porozity a optimalizaci složení. Mezi perspektivní materiály patří zejména Ti–6Al–4V, díky své kombinaci pevnosti, relativně dobré odolnosti vůči vodíkové křehkosti a širokým možnostem řízení mikrostruktury prostřednictvím tepelného zpracování. Zároveň se jako zajímavé jeví β -bohaté slitiny na bázi Ti–Nb a Ti–Mo, které vykazují vyšší vodíkovou rozpustnost a lepší duktilitu po exponování vodíku, čímž snižují riziko křehkého lomu. Aktuálně probíhá také výzkum metastabilních β -slitin vyvinutých speciálně pro vodíkové prostředí, které využívají řízenou transformaci fází ke stabilizaci mikrostruktury a potlačení hydridizace.

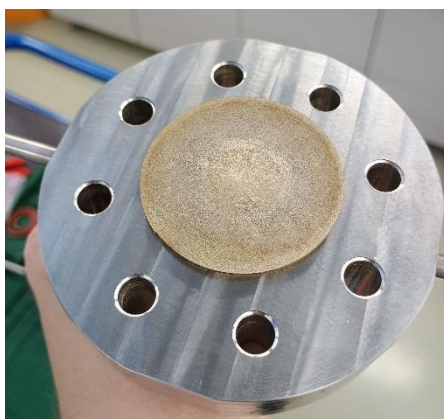
3.1 Testování v prostředí vodíku

Pro aplikace v tlakových vodíkových službách se běžně doporučuje testovat materiály přímo v podmínkách provozu a případně upravovat mikrostrukturu či tepelné zpracování. Tento přístup je

však velmi náročný, a tak cílem bylo navrhnout a ověřit postup, který by mohl poskytnout podklady pro volbu materiálu 3D tištěných komponent v laboratorních podmínkách. Jak už bylo zmíněno výše, klíčovým parametrem pro možné využití 3D tištěných součástí pro aplikace v prostředí vodíku je zajištění homogenní struktury, která by zamezila pronikání vodíku. Tato struktura se však může měnit nejen s ohledem na nastavení parametrů 3D tisku pro konkrétní materiál, ale i tepelné zpracování po 3D tisku. Jako nejvhodnější se ukázalo nalezení takového postupu, který umožní ověření prostupnosti stěnou 3D tištěné součásti. Experimenty byly zaměřeny zejména na míru pronikání vodíku 3D tištěnou strukturou. Byl navržen a ověřen postup experimentů, který umožní stanovení vhodného postupu 3D tisku komponent pro použití v aplikacích při použití vodíku. Na Obrázek 17 Aparatura pro testování pronikání vodíku, kde mezi dvě části příruby je vložen studovaný vzorek. Na Obrázek 18 Umístění vzorku

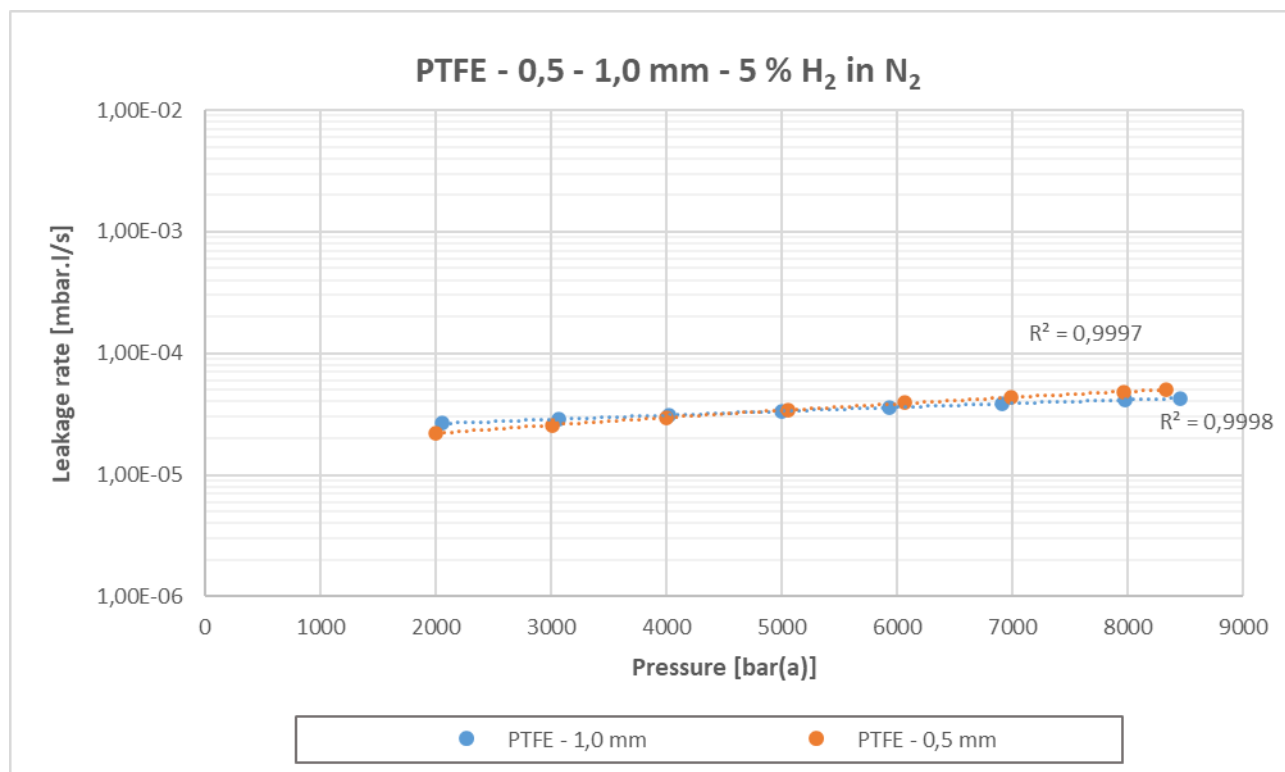


OBRÁZEK 17 APARATURA PRO TESTOVÁNÍ PRONIKÁNÍ VODÍKU



OBRÁZEK 18 UMÍSTĚNÍ VZORKU

Pro úvodní ověření postupu byly zvoleny vzorky vyrobeny konvenčním způsobem z materiálu PTFE o tloušťce 0,5 a 1 mm. Výsledky naměřené propustnosti jsou na (Obrázek 19 Propustnost vzorků PTFE).



OBRÁZEK 19 PROPUSTNOST VZORKŮ PTFE

3.2 Shrnutí

Měření se vzorky z PTFE ukázaly, že zvoleným postupem lze získat relevantní a opakovatelná data. Na jejich základě byly vyrobeny vzorky z nízkouhlíková verze austenitické nerezové oceli 316L o různých tloušťkách pro ověření postupu. Měření propustnosti na vzorcích bez tepelného zpracování za tlaku 10 barů vedly k neměřitelným hodnotám. To potvrzuje výrazný vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu 3D tištěných materiálů a potvrdilo vhodnost navrženého postupu jako podkladu pro volbu materiálu a jeho tepelného zpracování aditivně vyráběných součástí.

4 Seznam použité literatury

- [1] Lv, Z. et al. Failure Modes and Influencing Factors of Rubber O-Ring Seals in High-Pressure Hydrogen Environments, *Polymers* 2025, 17(22), 3075. doi.org/10.3390/polym17223075
- [2] Jeon, S.K. et al. Investigation of Physical and Mechanical Characteristics of Rubber Materials Exposed to High-Pressure Hydrogen. *Polymers* 2022, 14, 2233. doi.org/10.3390/polym14112233
- [3] Zhu, J.L. Experimental and Simulation Study on the Sealing Performance of Rubber O-Rings Exposed to Hydrogen Conditions. *Int. J. Hydrogen Energy* 2025, 158, 150239. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.150239>
- [4] Kuang, W. et al. In Situ Friction and Wear Behavior of Rubber Materials Incorporating Various Fillers and/or a Plasticizer in High-Pressure Hydrogen. *Tribol. Int.* 2021, 153, 106720. doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106627
- [5] Ma, Y. et al. Mechanical and Diffusion Property and Multi-Objective Optimization of Rubber Seals Exposed to High-Pressure Hydrogen Gas. *Sci. Prog.* 2024, 107, 1–25. doi.org/10.1177/00368504241304197
- [6] Zhou, C. et al. Recent Insights into Hydrogen-Induced Blister Fracture of Rubber Sealing Materials: An In-Depth Examination. *Polym. Degrad. Stabil.* 2024, 224, 110747. doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2024.110747
- [7] Zaghdoudi, M. et al. Ageing of Elastomers in Air and in Hydrogen Environment: A Comparative Study. *Int. J. Hydrogen Energy* 2024, 63, 207–216. doi.org/10.1016/j.ijhydene.2024.03.053
- [8] Bond, S. Sealing of Hydrogen: An Overview of Published Data. *Proceedings of the ASME 2024 Pressure Vessels & Piping Conference PVP2024 July 28-August 2, 2024, Bellevue, Washington.* PVP2024-130053, V005T07A030; 10 p. doi.org/10.1115/PVP2024-130053
- [9] Zheng, Y. et al. A review on effect of hydrogen on rubber seals used in the high-pressure hydrogen infrastructure, *International Journal of Hydrogen Energy* Volume 45, Issue 43, 3 September 2020, Pages 23721-23738. doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.06.069
- [10] Mesecke, L. et al. Challenges and potentials for additive manufacturing of hydrogen energy components: A review, *International Journal of Hydrogen Energy*, Volume 113, 27 March 2025, Pages 198-219. doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.02.441
- [11] Nooni, I.K. and Dzogbewu, T.C. Hydrogen Economy and Climate Change: Additive Manufacturing in Perspective, *Clean Technol.* 2025, 7(4), 87; doi.org/10.3390/cleantechnol7040087
- [12] Smith, T.M. et al. A 3D printable alloy designed for extreme environments. *Nature* 617, 513–518 (2023). doi.org/10.1038/s41586-023-05893-0
- [13] Thomas, L. G., et al. Microstructural Influences on Hydrogen Diffusion Characteristics in Titanium Alloys. Chemnitz University of Technology. ([Conference abstract / research presentation](#)). 1st Conference on Hydrogen in Materials Science and Engineering - H2 MSE.
- [14] Hojjatzadeh, S.M.H. et al. Pore elimination mechanisms during 3D printing of metals. *Nat Commun* 10, 3088 (2019). doi.org/10.1038/s41467-019-10973-9

5 Seznam obrázků

Obrázek 1: 3D optický profilometr Bruker, porovnání vzorku po lapování.....	5
Obrázek 2: Ultrazvuková čistička a vakuová pumpa.....	6
Obrázek 3: Tribometr konfigurace Pin-on-plate.....	7
Obrázek 4: Schéma tribometru konfigurace Pin-on-plate.....	7
Obrázek 5: Vzorky po testu.....	8
Obrázek 6: laser Raman mikroskop (DXR2xi, Thermo Fisher Scientific) a konfokální mikroskop (VK-X, KENYENCE)	9
Obrázek 7: Průběh koeficientu tření během testu pro 0,9 ppm H ₂ O	10
Obrázek 8: Průběh koeficientu tření během testu pro 20 ppm H ₂ O	10
Obrázek 9: Tribovrstva na discích 1x zvětšení	11
Obrázek 10: Tribovrstva na discích 10x zvětšení	11
Obrázek 11: Třecí povrch na pinech při zvětšení 10 x zvětšení	12
Obrázek 12: opotřebení pinu	12
Obrázek 13: Zobrazení třecích povrchů se zvýrazněnou drsností	13
Obrázek 14: Zobrazení třecích povrchů u pinů	14
Obrázek 15: Pozorovaná místa pomocí Ramanovy spektroskopie.....	15
Obrázek 16: Porovnání spekter z rozdílných tribovrstev (0,9 x 20 ppm H ₂ O)	16
Obrázek 17 Aparatura pro testování pronikání vodíku	18
Obrázek 18 Umístění vzorku	18
Obrázek 19 Propustnost vzorků PTFE	19