

# Właściwości mechaniczne powłok hydroksyapatytu natryskiwanych plazmowo z zawiesin

## Mechanical properties of suspension plasma sprayed hydroxyapatite coatings

### Streszczenie

W artykule przedstawiono wyniki oceny procesu natryskiwania plazmowego z zawiesin hydroksyapatytu (HA). Zawiesina proszku HA została wytworzona na bazie alkoholu etylowego i wody. Powłoki natryskiwano plazmowo na podłoża tytanowe. Proces nanoszenia powłok badano przy zmiennej odległości natryskiwania i mocy palnika. Do badań powłok zastosowano mikroskop skaningowy. Skład fazowy powłok określono na podstawie dyfraktogramów rentgenowskich. Stosując metodę mikroindentacji, zbadano twardość i moduł sprężystości natryskiwanych powłok.

### Abstract

The paper presents the results of the evaluation of process of suspension plasma spraying of hydroxyapatite (HA). The suspension of HA powder is produced based on ethanol and water. Coatings were plasma sprayed on titanium substrates. The coating was analyzed at varying distances and power of spray gun. To study of coatings used scanning electron microscope. Phase composition of coatings was determined on the basis of X-ray diffraction patterns. Hardness and modulus of elasticity of sprayed coatings were examined using a microindentation method.

### Wstęp

Podstawową cechą biomateriałów jest ich biogodność, czyli brak toksyczności oraz minimalne oddziaływanie na system immunologiczny. Biomateriały będące w styczności z krwią nie mogą także wywoływać hemolizy.

Jednym z często stosowanych biomateriałów jest hydroksyapatyt,  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ . Jest on stosowany na wierzchnie warstwy protez i implantów, na przykład biodrowych i kolanowych w celu poprawy ich biointegralności z tkanką [1]. Często stosowaną metodą wytwarzania powłok jest natryskiwanie plazmowe ze względu na stosunkowo dużą wydajność procesu oraz wysoką jakość powłok. Opracowano jednak

wiele metod, które mogą konkurować z natryskiwaniem plazmowym, gdy celem jest poprawa określonej właściwości powłoki [2].

Od 1997 r. prowadzone są także próby natryskiwania plazmowego z użyciem proszków o wymiarach nanometrycznych. Wymaga to jednak zastosowania specjalnej metody wprowadzania proszku do plazmy. Taki sposób natryskiwania zastosowano po raz pierwszy na Uniwersytecie Sherbrooke w Kanadzie pod nazwą natryskiwania plazmowego z zawiesin – SPS (*suspension plasma spraying*) [3].

Zasadniczym problemem w tej metodzie jest wprowadzanie cieczy wymieszanej z proszkiem do strumienia plazmy. W większości stosowanych palników plazmowych zawiesina jest wprowadzana promieniowo w stosunku do osi palnika. Może to być realizowane na dwa sposoby: przy użyciu układu rozpylającego lub przy użyciu dyszy formującej ciągły strumień kropli. Wprowadzanie musi zapewnić kroplom zawiesiny dotarcie do strefy wysokiej temperatury w strumieniu plazmy, aby dostarczyć odpowiednią ilość ciepła, niezbędną do odparowania cieczy i przetopienia materiału.

Mgr inż. Leszek Łatka, dr inż. Stefan Kozerski  
– Politechnika Wroclawska, prof. Lech Pawłowski  
– Uniwersytet Limoges, Francja, prof. Didier Chicot  
– Uniwersytet Lille, Francja.

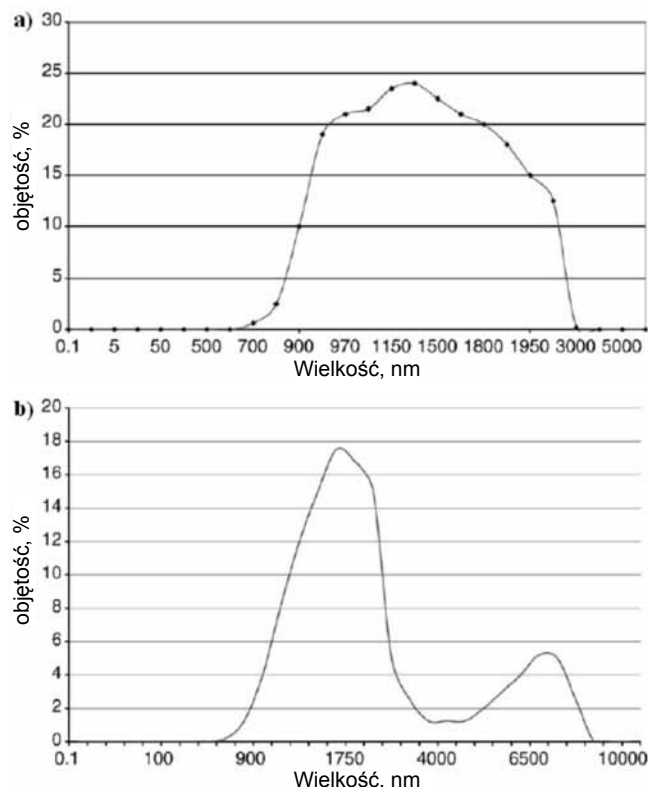
Natryskiwanie plazmowe z zawiesin umożliwia wytworzenie powłok o strukturze nanometrycznej o grubościach już od kilku mikrometrów. Mogą być one wielokrotnie cieńsze od powłok natrykiwanych konwencjonalnymi metodami z użyciem gruboziarnistych proszków (np. atmosferyczne natrykiwanie plazmowe) [4]. Należy podkreślić, że zmniejszenie grubości nie pogarsza właściwości powłok. Może to prowadzić do obniżenia kosztów wytwarzania protez i implantów.

W artykule przedstawiono wyniki badań właściwości mechanicznych i struktury warstw hydroksyapatytowych natrykiwanych plazmowo z zawiesin.

## Opis eksperymentu

### Przygotowanie zawiesiny

Proszek hydroksyapatytu (HA) został wysyntetyzowany w metodzie mokrej przy zastosowaniu azotanu wapnia oraz fosforanu diamonowego w roztworze amoniaku w sposób opisany w [5, 6]. Proszek miał jednorodny rozkład wielkości cząstek z maksimum ok. 1 µm podczas badania w etanolu. Natomiast podczas badania w wodzie rozkład wielkości cząstek proszku był niejednorodny z aglomeratami o średnicach



**Rys. 1.** Rozkład wielkości kalcynowanego i mielonego proszku HA mierzonego za pomocą techniki dynamicznego rozpraszania laserowego: a) w etanolu, b) w wodzie [6]

**Fig. 1.** The size distribution of calcined and grinding powder of HA measured by the technique of dynamic laser scattering: a) in ethanol, b) in water [6]

ok. 3 i 10 µm (rys. 1) [6]. Do wytworzenia zawiesiny użyto 20% wag. proszku HA, a fazę ciekłą stanowiła mieszanina wody i etanolu w stosunku wag. 1:1.

### Parametry natrykiwania plazmowego

Powłoki natrykiwano na podłoża o wymiarach 20x20x0,8 mm wykonane ze stopu tytanu Ti6Al4V. Przed natrykiwaniem podłoża poddawano obróbkę strumieniowo-ściernej korundem o ziarnistości 125 + 88 µm przy ciśnieniu 0,4 MPa z odległości ok. 100 mm. Następnie podłoża czyszczono przez zanurzenie w etanolu. Zawiesina była wprowadzana promieniowo przez dyszę o średnicy 0,5 mm umieszczoną wewnątrz anody palnika plazmowego. Palnik SG-100 był zamontowany na 5-osiowym robocie przemysłowym IRB-6. Stałe parametry natrykiwania podano w tabeli I. Zmiennymi parametrami były: moc palnika oraz odległość natrykiwania (tabl. II).

**Tablica I.** Stałe parametry natrykiwania  
**Table I.** Constant parameters of spraying

Parametry natrykiwania	Wartości
Skład i przepływ gazów plazmowych	argon (45 l/min), wodór (5 l/min)
Prędkość palnika	500 mm/s
Liczba przejść palnika nad podłożami	30, 3 serie po 10, z przerwą ok. 1 min
Prędkość podawania zawiesiny	20 g/min

**Tablica II.** Zmienne parametry natrykiwania  
**Table II.** Changeable parameters of spraying

Nr próby	Moc kW	Odległość natrykiwania, mm	Maksymalna temperatura na powierzchni, °C
1	30	60	510
2	27	50	600
3	33	50	620
4	27	70	520
5	33	70	650

## Metodyka badań

### Badania składu fazowego

Skład fazowy badanych powłok został określony za pomocą analizy dyfrakcyjnej przy zastosowaniu urządzenia Bruker AXS, model D8 z promieniowaniem Cu-K<sub>α</sub>. Otrzymane dyfraktogramy były analizowane przy użyciu oprogramowania Diffrac + Eva, w oparciu o bazę danych wzorców dyfrakcyjnych, JCPDS-ICDD. Procentowy udział faz w natrykiwanych powłokach wyznaczono przy użyciu metody współczynnika intensywności odniesienia, RIR (*reference intensity ratio*) opisanej przez Preveya [8]. Użyto następujących plików z bazy JCPDS:

- HA, hydroksyapatyt, JCPDS 73-1731;
- α-TCP, fosforan trójwapniowy Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, JCPDS 70-0374;

- $\beta$ -TCP, fosforan trójwapniowy  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , JCPDS 70-2065;
- TTCP, fosforan czterowapniowy,  $\text{Ca}_4\text{P}_2\text{O}_9$ , JCPDS 70-1379;
- CaO, tlenek wapnia, JCPDS 82-1690.

Obserwacje na skaningowym mikroskopie elektronowym były wykonane zarówno na powierzchni powłok, jak i na ich przekrojach poprzecznych. Stosowano mikroskop Jeol typu JSM 5800 LV oraz detektory elektronów wtórnych, SE (*secondary electrons*) i elektronów wstecznie rozproszonych, BSE (*back-scattered electrons*).

## Badanie właściwości mechanicznych

Właściwości mechaniczne wyznaczono metodą mikroindentacji na urządzeniu CSM 2-107. Zastosowano wgłębnik Vickersa. Wszystkie próby przeprowadzono w temperaturze ok. 20°C, na przekrojach poprzecznych w celu uniknięcia wpływu podłoża oraz chropowatości powierzchni badanych powłok na wyniki badań. Badanie polega na zagłębianiu penetratora pod wpływem ciągłego obciążenia w zakresie od 0 do siły maksymalnej  $P_{\max}$  w celu otrzymania krzywej siła-zagłębienie. Do wyznaczenia modułu sprężystości oraz określenia zależności pomiędzy przyłożoną siłą a twardością niezbędne jest wykonanie prób z różnymi siłami maksymalnymi. W przeprowadzonych badaniach maksymalna siła  $P_{\max}$  wynosiła od 100 do 1000 mN z krokiem 100 mN. Podobnie jak w nanoindentacji, prędkość obciążania i odciążania jest liniową funkcją maksymalnej siły, wynoszącą jej dwukrotność i wyrażona jest w N/min [9]. Zgodnie ze standardami badań twardości przy użyciu wgłębnika Vickersa, czas działania maksymalnej siły to 15 s.

## Wyznaczanie modułu sprężystości

Do obliczeń modułu sprężystości zastosowano model Oliviera i Pharra [10], który jest oparty na oryginalnej pracy Doemera i Nixa [11]. Dodatkowo wprowadzono poprawki, zawierające wpływ podatności urządzenia pomiarowego oraz współczynników kształtu wgłębnika i rodzaju badanego materiału [12÷14]. Ostatecznie otrzymano następującą relację wyrażającą krzywą odciążania:

$$\frac{1}{S} = \left(\frac{dh}{dP}\right) = C_f + \sqrt{\frac{\pi}{24,5}} \cdot \frac{1}{2 \cdot \beta \cdot \gamma \cdot E_R} \cdot \frac{1}{h_c} \quad (1)$$

W powyższym wzorze  $C_f$  to podatność ramowa urządzenia pomiarowego, współczynnik  $\beta$  jest związany z kształtem wgłębnika (dla wgłębnika Vickersa wynosi on 1,05), natomiast  $h_c$  to zagłębienie stykowe. Hay i in. [14] wprowadzili współczynnik poprawkowy  $\gamma$ , zależny od współczynnika Poissona badanego

materiału [14]. Z kolei  $E_R$  to moduł zredukowany określony wg zależności:

$$E_R = \left( \frac{1 - \nu_m^2}{E_m} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \right)^{-1} \quad (2)$$

We wzorze symbole  $E_m$ ,  $\nu_m$  oraz  $E_i$ ,  $\nu_i$  oznaczają moduł sprężystości i współczynnik Poissona odpowiednio: badanego materiału oraz penetratora (dla penetratora diamentowego wynoszą one  $E_i = 1140$  GPa oraz  $\nu_i = 0,07$ ). Współczynnik poprawkowy  $\gamma = 1,10$ , gdyż wartość współczynnika Poissona dla HA to 0,14 [15].

## Pomiary twardości

Do pomiaru twardości powłok HA wybrano twardość Martensa, określoną wg zależności:

$$HM = \frac{P_{\max}}{26,43 \cdot h_{\max}^2} \quad (3)$$

przy czym maksymalna siła  $P_{\max}$  jest wyrażona w N, natomiast największe zagłębienie  $h_{\max}$  w mm, to twardość Martensa HM jest wyrażona w MPa.

Istotną rolę w wyznaczaniu twardości powłok odgrywa tzw. *efekt wielkości zagłębienia*, ISE (*indentation size effect*), analizowany szczegółowo w [16]. Opisuje on zależność pomiędzy twardością a przyłożoną siłą. Parametrem wyrażającym tę zależność jest tzw.  $H_{LSF}$  (*hardness length-scale factor*) wprowadzony przez Chicota [17]. Zależność pomiędzy mikrotwardością HM a wielkością zagłębienia  $h_{\max}$  jest następująca:

$$HM = HM_0^2 + \frac{H_{LSF}^2}{h} \quad (4)$$

gdzie:  $HM_0$  to makrotwardość.

Dodatkowo przeanalizowano całą krzywą obciążania w celu obliczenia makrotwardości oraz parametru  $H_{LSF}$ . Otrzymana z pomiarów krzywa może być opisana następującą zależnością [18]:

$$P = P_0 + C_2 \cdot h^2 \quad (5)$$

gdzie:  $P_0$  i  $C_2$  są wyznaczane z danych eksperymentalnych. Przez powiązanie wzorów (3), (4) i (5) można obliczyć tzw. „dynamiczną” twardość Martensa na całej krzywej obciążenia przez wykorzystanie wielkości zagłębienia podczas badania oraz uwzględnienie w obliczeniach efektu wielkości zagłębienia. Zależność jest następująca:

$$P = P_0 + 26,43 \cdot \left( HM_0^2 + \frac{H_{LSF}^2}{h} \right)^{1/2} \cdot h^2 \quad (6)$$

We wzorze (6) trzy parametry związane są z: odchyleniem siły  $P_0$ , „dynamiczną” twardością Martensa,  $HM_0$  oraz parametrem  $H_{LSF}$  opisującym efekt wielkości zagłębienia. Zatem dane eksperymentalne mogą być użyte do wyznaczenia tych parametrów.

# Wyniki badań

## Mikrostruktura

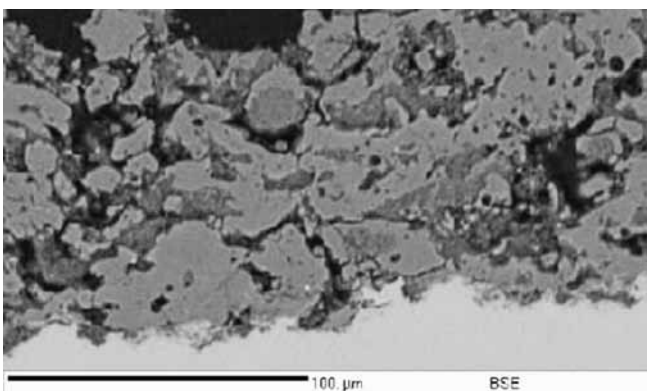
Przykładową powierzchnię natryskiwanej powłoki pokazano na rysunku 2, a jej przekrój poprzeczny na rysunku 3.

W powłokach występują cząstki różnej wielkości i z różnym stopniem odkształcenia, co jest cechą charakterystyczną dla powłok natryskiwanych cieplnie. Równocześnie jednak występują obszary złożone z dużej ilości bardzo drobnych cząstek przepiętych w różnym stopniu (rys. 2). Taka budowa wynika ze specyfiki procesu natryskiwania z użyciem zawieszin. Krople zawiesziny wprowadzone do plazmy są nagrzewane, ciecz odparowuje, a cząstki proszku tworzą aglomeraty topione w całości lub częściowo w zależności od tego, w którym obszarze plazmy się znajdują. Ponadto powłoki charakteryzują się znaczną porowatością.

W natryskiwanych powłokach dominującą fazą jest hydroksyapatyt. Jego zawartość mieści się w przedziale 71,6÷90,9 % w zależności od parametrów natryskiwania. Wyniki analizy fazowej zamieszczono w tabelicy III. Najmniejszą zawartość hydroksyapatytu stwierdzono w powłoce natryskiwanej w eksperymencie 3, czyli przy najmniejszej odległości natryskiwania oraz największej mocy palnika.



Rys. 2. Powierzchnia powłoki HA natryskiwanej w próbie 1, SEM (SE)  
Fig. 2. The surface of HA coating sprayed in experiment 1, SEM (SE)



Rys. 3. Przekrój poprzeczny powłoki HA natryskiwanej w próbie 2, SEM (BSE)  
Fig. 3. Cross-section of HA coating sprayed in experiment 2, SEM (BSE)

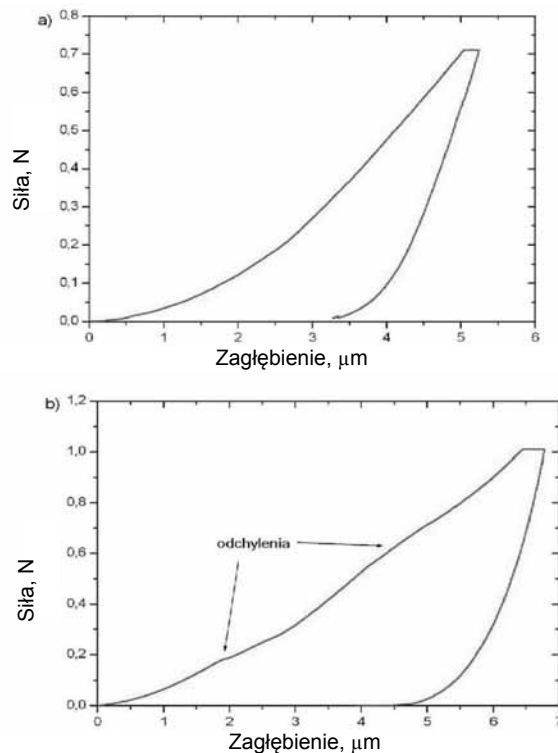
**Tablica III.** Skład fazowy powłok HA natryskiwanych w różnych eksperymentach, określony na podstawie dyfraktogramów rentgenowskich

**Table. III.** Phase composition of HA coating sprayed in different experiments on the basis of X-ray diffraction patterns

Faza krystaliczna	Zawartość fazy w różnych eksperymentach, %				
	1	2	3	4	5
HA	85,6	85,2	71,6	85,6	90,9
α-TCP	11,1	8,9	14,5	8,7	6,2
β-TCP	2,4	1,9	3,7	2,7	1,4
TTCP	0,0	3,6	9,4	1,7	0,1
CaO	0,8	0,4	0,8	1,2	1,4

## Właściwości mechaniczne

Otrzymano dwa typy krzywych do badań mikro-indentacji powłok. W zależności od umiejscowienia penetratora krzywa miała przebieg monotoniczny (rys. 4a) lub wykazywała pewne zmiany w części obciążającej (rys. 4b). Odpowiadają one wzrastającemu zagłębieniu przy niewielkim wzroście siły. Może to wynikać z obecności stref o dużym zróżnicowaniu twardości w powłoce. W badaniach tych wyznaczono moduł sprężystości powłok HA, a następnie ich twardość.

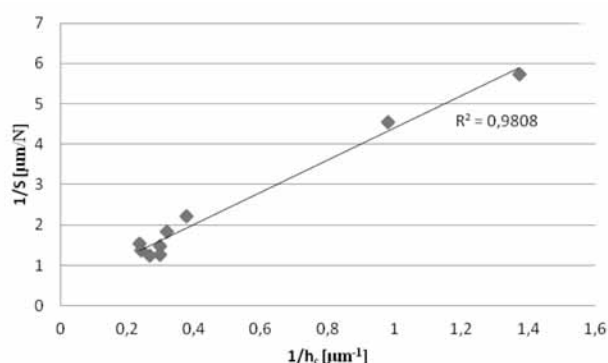


Rys. 4. Dwa rodzaje krzywych otrzymanych w badaniach mikro-indentacji powłok HA: a) próbka 4, b) próbka 2

Fig. 4. Two kinds of curves for HA coatings in the microindentation tests: a) sample 4, b) sample 2

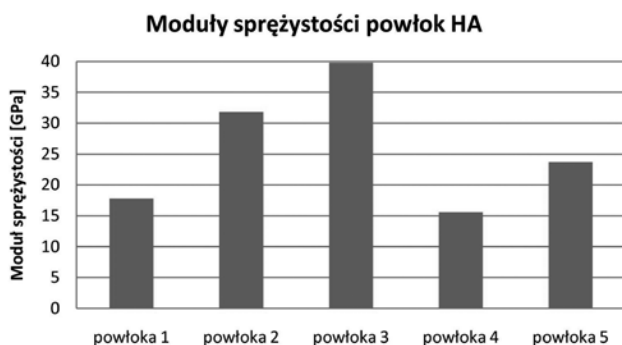
## Moduł sprężystości

Do wyznaczenia modułu sprężystości zastosowano wykres przedstawiony na rysunku 5. Jest to odwrotność nachylenia części odciążającej  $1/S$  w funkcji odwrotności zagłębienia stykowego  $1/h_c$  wyznaczonego ze wzoru (1). Można zauważyć, że anomalie obserwowane na rysunku 4b nie mają wpływu na część odciążającą krzywej. Z jej nachylenia wyznacza się moduł sprężystości przez powiązanie wzorów (1) i (2). Moduły sprężystości wszystkich badanych powłok przedstawiono na rysunku 6. Stwierdzono wpływ zarówno odległości natryskiwania, jak i mocy palnika na wartości modułu sprężystości badanych powłok. Wzrasta on ze zmniejszającą się odległością natryskiwania oraz rosnącą mocą palnika.



**Rys. 5.** Odwrotność nachylenia części odciążającej  $1/S$  w funkcji odwrotności zagłębienia stykowego  $1/h_c$  dla próbki 3

**Fig. 5.** The inverse slope of unload part  $1/S$  as a function of the inverse pin recess,  $1/h_c$  for sample 3



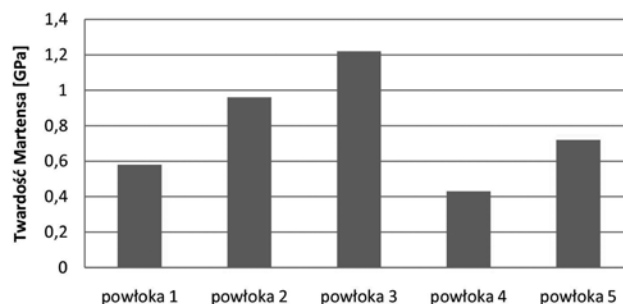
**Rys. 6.** Moduły sprężystości powłok HA natrykiwanych plazmowo z zawiesin

**Fig. 6.** Modulus of elasticity for suspension plasma sprayed HA coatings

## Twardość

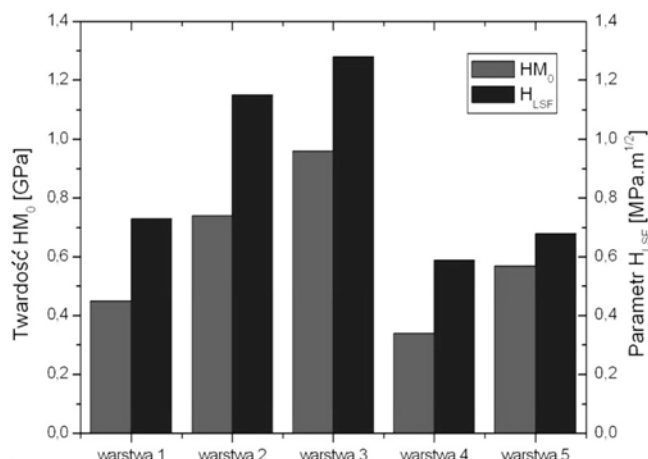
Twardość powłok HA, obliczoną wg wzoru (3), w zależności od zastosowanych parametrów natryskiwania, przedstawiono na rysunku 7, a wg zależności (4) na rysunku 8. W obydwu przypadkach największą twardość wykazuje powłoka natrykiwana w próbie 3, czyli przy najmniejszej odległości i największej mocy palnika.

### Twardość Martensa



**Rys. 7.** Twardość Martensa powłok HA wyznaczona ze wzoru (3)

**Fig. 7.** Martens hardness of HA coatings acc. to formula (3)



**Rys. 8.** Twardość Martensa  $H_{M_0}$  i parametr  $H_{LSF}$  powłok HA wyznaczone ze wzoru (4)

**Fig. 8.** Martens hardness of HA coatings and  $H_{LSF}$  parameter acc. to formula (4)

## Omówienie wyników

Natrykiwane powłoki są zbudowane z dobrze przetopionych lameli, które są przedzielone obszarami zawierającymi stopione lub częściowo stopione bardzo drobne cząstki wyjściowego proszku. Zastosowane parametry natryskiwania powodują częściowy rozpad hydroksyapatytu. Nie stwierdzono jednak wyraźnej zależności stopnia dekompozycji HA od mocy palnika i odległości natryskiwania. Moduł sprężystości również jest zależny od zastosowanych parametrów natryskiwania i wynosi  $15,6 \div 39,8$  GPa. Wartości te są mniejsze niż w przypadku powłok natrykiwanych z gruboziarnistego proszku przez Fu i in. [19]. Otrzymali oni moduł sprężystości w zakresie  $53 \div 58$  GPa. Jednak były to powłoki HA wzmocnione  $\text{ZrO}_2 + 8\%$  wag.  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Również Chen i in. uzyskali wyższy moduł sprężystości wynoszący 72 GPa dla spieczonej fazy  $\beta\text{-TCP}$  [20]. Twardość powłok HA wyznaczona ze wzoru (3) wyniosła  $0,43 \div 1,22$  GPa. Z kolei twardość określona ze wzoru (4) mieściła się w zakresie  $0,34 \div 0,96$  GPa uwzględniając parametr  $H_{LSF}$  opisujący efekt wielkości zagłębienia. Wartość parametru  $H_{LSF}$  wyniosła  $0,59 \div 1,28$   $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ .

## Wnioski

Mikrostruktura warstw HA wynika ze specyfiki procesu natryskiwania z użyciem zawiesin.

Twardość oraz moduł sprężystości warstw HA wzrasta wraz ze zmniejszającą się odległością natryskiwania oraz rosnącą mocą palnika.

Dalsze badania powinny dotyczyć wyznaczenia właściwości mechanicznych oraz prawdopodobnych zmian mikrostruktury powłok natrykiwanych plazmowo z zawiesin warstw HA in vitro, zanurzonych w symulowanym płynie fizjologicznym.

## Literatura

- [1] Williams D.F.: On the mechanism of biocompatibility, *Biomaterials*, 29 (2008), 2941-2953.
- [2] Yang Y., Kim K.-H., Ong J.L.: A review on calcium phosphate coatings produced using a sputtering process – an alternative to plasma spraying, *Biomaterials*, 26 (2005), 327-337.
- [3] Gitzhofer F., Bouyer E., Boulous M.I.: Suspension plasma spraying. US Patent 5 609 921, 3 listopada 1997.
- [4] Killinger A., Gadow R., Mauer G., Guignard A., Vassen R., Stover D.: Review of new developments in suspension and solution precursor thermal spray processes, *Journal of Thermal Spray Technology*, 20 (2011), 677-695.
- [5] Jaworski R., Pierlot C., Pawłowski L., Bigan M., Quivrin M.: Synthesis and preliminary tests of suspension plasma spraying of fine hydroxyapatite powder, *Journal of Thermal Spray Technology*, 17 (5-6) (2008), 679-684.
- [6] Jaworski R., Pierlot C., Pawłowski L., Bigan M., Martel M.: Design of the synthesis of fine HA powder for suspension plasma spraying, *Surface and Coatings Technology*, 203 (2009), 2092-2097.
- [7] Pierlot C., Pawłowski L., Bigan M., Chagnon P.: Design of experiments in thermal spraying: A review, *Surface and Coatings Technology*, 202 (2008), 4483-4490.
- [8] Prevey P.S.: X-ray diffraction characterization of crystallinity and phase composition in plasma-sprayed hydroxyapatite coatings, *Journal of Thermal Spray Technology*, 9 (2000), 369-376.
- [9] Quinn G.D., Patel P.L., Lloyd I.: Effect of loading rate upon conventional ceramic microindentation hardness, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 107 (2002), 299-306.
- [10] Olivier W.C., Pharr G.M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 7 (1992), 1564-1583.
- [11] Doener M.F., Nix W.D.: A method of interpreting the data from the depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, 1 (1986), 601-609.
- [12] Fischer-Cripps A.C.: Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data, *Surface and Coatings Technology*, 200 (2006), 4153-4165.
- [13] Antunes J.M., Menezes L.F., Fernandes J.V.: Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests, *International Journal of Solids and Structures*, 43 (2006), 784-806.
- [14] Hay J.C., Bolshakov A., Pharr G.M.: Critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nano-indentation data, *Journal of Materials Research*, 14 (1999), 2296-2305.
- [15] Charriere E., Terrazoni S., Pittet C., Mordasini Ph., Dutoit M., Lemaitre J., Zysset Ph.: Mechanical characterization of brushite and hydroxyapatite cements, *Biomaterials*, 22 (2001), 2937-2945.
- [16] Cheng Y.T., Cheng C.M.: Scaling dimensional analysis and indentation measurements, *Material Science and Engineering: R: Reports*, 44 (2004), 91-149.
- [17] Chicot D.: Hardness length-scale factor to model nano- and micro-indentation size effects, *Materials Science and Engineering: A*, 499 (2009), 454-461.
- [18] Zeng K., Chiu C.H.: An analysis of load-penetration curves from instrumented indentation, *Acta Materialia*, 49 (2001), 3539-3551.

## PODZIĘKOWANIA

Analiza fazaowa warstw HA została wykonana przez dr. R. Jaworskiego. Zdjęcia na mikroskopie skaningowym wykonali: dr S. Bellayer (ENSC-Lille) oraz dr H. Podlesak (Uniwersytet Chemnitz). Badania zostały częściowo sfinansowane w ramach grantu NN 503 134138.

## W następnym numerze

**Aleksandra Małachowska, Marcin Winnicki, Andrzej Ambroziak**  
Perspektywy natryskiwania niskociśnieniową metodą Cold Spray

**Andrzej Ignasiak, Andrzej Ambroziak**  
Analiza technologii spawania laserowego materiałów trudnospalalnych

**Ryszard Pakos**  
Kwalifikowanie spawaczy stali wg wymagań PN-EN 287-1:2011 i norm międzynarodowych

**Zbigniew Mirski, Maciej Różański, Andrzej Winiowski**  
Lutowanie dyfuzyjne tytanu przy użyciu przekładek z miedzi i niklu

**Piotr Białucki, Artur Lange, Krzysztof Miazga**  
Spawanie orbitalne rur cienkościennych ze stali 316L

**Andrzej Ambroziak, Piotr Białucki, Wiesław Derlukiewicz, Artur Lange, Paweł Dudkiewicz**  
Wpływ liczby napraw na właściwości złączy spawanych ze stali drobnoziarnistych

**Dariusz Fydrych**  
Pękanie zimne stali spawanej w środowisku wodnym

**Lesław Sozański**  
Wybrane normy badań magnetyczno-proszkowych złączy spawanych

**Zygmunt Mikno, Zbigniew Bartnik, Artur Lange, Mirosław Sikorski**  
Wybrane aspekty zgrzewania garbowego blach stalowych w obliczeniach MES