

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

Analýza mikrostruktur získaných 3D tiskem

Autor: **Bc. Andrea Kadlecová**

Vedoucí práce: **Doc. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.**

Akademický rok 2018/2019

# ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2018/2019

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: Bc. Andrea KADLECOVÁ  
Osobní číslo: S18N0055K  
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie  
Téma práce: Analýza mikrostruktur získaných 3D tiskem.  
Zadávající katedra: Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

### Zásady pro vypracování

1. Rešerše současného stavu:
  - a) Přehled a charakteristika stávajících metod 3D tisku.
  - b) Přehled materiálů, které se k tisku používají a dosahovaných mikrostruktur.
  - c) Typické tepelné zpracování maraging ocelí připravených 3D tiskem.
2. Experimentální program:
  - a) Návrh parametrů přípravy vzorků.
  - b) Hodnocení mikrostruktury světelnou a řádkovací elektronovou mikroskopií.
  - c) Měření tvrdosti.
  - d) Zkouška tahem, stanovení meze pevnosti a tažnosti tištěných vzorků.
3. Diskuse výsledků.
4. Závěr.

Rozsah diplomové práce: 50-60 stran  
Rozsah grafických prací: fotodokumentace, obrázky  
Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

Seznam doporučené literatury:

Mutua J, Nakata S, Onda T, et al. *Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel* Mater. Des. 2017;139:486-497.

Tan CH, Zhoua K, Ma W, et al. *Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel*. Mater. Des. 2017;134:23-34.

Simm TH, Sun L, Galvin DR. et al. *The Effect of a Two-Stage Heat-Treatment on the Microstructural and Mechanical Properties of a Maraging Steel*. Materials 2017;10:1346.

Kürnsteiner P, Wilms MB, WeisheitA, et al., *In-process Precipitation During Laser Additive Manufacturing Investigated by Atom Probe Tomography*. Microsc. Microanal. 2017;23(1):694-695.

Monkova K, Zetkova I, Kučerová L, et al. *Study of 3D printing direction and effects of heat treatment on mechanical properties of MS1 maraging steel.*  
Arch Appl Mech. 2018;1-14.

Vedoucí diplomové práce: **Doc. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.**  
Regionální technologický institut

Konzultant diplomové práce: **Ing. Ivana Zetková, Ph.D.**  
Regionální technologický institut

Datum zadání diplomové práce: **5. října 2018**

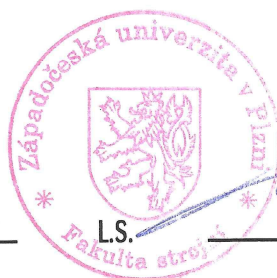
Termín odevzdání diplomové práce: **24. května 2019**

V Plzni dne 30. října 2018



---

**Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.**  
děkan



---

**Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž, IWE**  
vedoucí katedry

## **Prohlášení o autorství**

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

**V Plzni dne:**.....

.....

**podpis autora**

## **Poděkování**

Touto cestou bych ráda poděkovala vedoucí diplomové práce paní Doc. Ing. Ludmile Kučerové, Ph.D. a konzultantce paní Ing. Ivaně Zetkové, Ph.D. za cenné rady při vypracování této práce, za jejich trpělivost a podporu.

Diplomová práce, především její experimentální část, by nemohla vzniknout bez podpory výzkumných laboratoří, a to Metalografické laboratoře, Laboratoře experimentálního obrábění, Laboratoře experimentálního tváření a Mechanické zkušebny Regionálního technologického institutu při Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Tato diplomová práce vznikla v rámci řešení projektu Zéta TJ01000161.

# ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	Příjmení Kadlecová	Jméno Andrea	
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	3911T016 “Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
<b>VEDOUcí PRÁCE</b>	Příjmení (včetně titulů) Doc. Ing. Kučerová, Ph.D.	Jméno Ludmila	
<b>PRACOVÍŠTĚ</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<del>BAKALÁŘSKÁ</del>	Nehodící se škrtněte
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Analýza mikrostruktur získaných 3D tiskem		

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2019
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

## POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	65	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	57	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<p style="text-align: center;"><b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b></p> <p><b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b></p>	<p>V rámci této diplomové práce byla provedena detailní mikrostrukturní analýza nástrojové martenziticky vytvrditelné oceli (Maraging Steel) zpracované DMLS technologií. Cílem bylo provést materiálovou analýzu používaného prášku oceli MS1 a detailní mikrostrukturní analýzu vzorků aditivně zpracovaných, a to po tisku a vzorků, které po tisku prošly dalším tepelným zpracováním na odstranění pnutí nebo na zvýšení pevnosti. Pro srovnání byla provedena mikrostrukturní analýza konvenčně zpracované maraging oceli se stejnými parametry, jako u aditivně zpracované. Dílčím cílem bylo rovněž porovnání dosažených mechanických vlastností tištěných vzorků s mechanickými vlastnostmi materiálu stejného chemického složení vyrobeného konvenčními technologiemi.</p>
<p style="text-align: center;"><b>KLÍČOVÁ SLOVA</b></p> <p style="text-align: center;"><b>ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</b></p>	<p style="text-align: center;">Aditivní technologie, kovový 3D tisk, MS1, konvenčně zpracovaná maraging ocel, mechanické vlastnosti</p>

## SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

<b>AUTHOR</b>	<b>Surname</b> Kadlecová	<b>Name</b> Andrea	
<b>FIELD OF STUDY</b>	3911T016 “Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
<b>SUPERVISOR</b>	<b>Surname (Inclusive of Degrees)</b> Doc. Ing. Kučerová, Ph.D.	<b>Name</b> Ludmila	
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>	<b>Delete when not applicable</b>
<b>TITLE OF THE WORK</b>	The Analysis of Microstructures Obtained by 3D Printing		

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	KMM	<b>SUBMITTED IN</b>	2019
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	65	<b>TEXT PART</b>	57	<b>GRAPHICAL PART</b>	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

<b>BRIEF DESCRIPTION</b> <b>TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	A detailed microstructural analysis of Maraging tool steel processed by DMLS technology was carried out in this diploma thesis. The aim of this thesis was to perform material analysis of the used 3D powder of Maraging tool steel and detailed microstructural analysis of additively manufactured maraging steel samples, these are the printed samples and the printed samples that were subsequently heat treated. For comparison was performed the microstructural analysis of conventional maraging steel samples with similar parameters as additively manufactured samples. The partial aim was to compare the mechanical properties of printed samples with mechanical properties of the same chemical composition.
<b>KEY WORDS</b>	Additive manufacturing, 3D metal print, MS1, Conventional maraging steel, Mechanical properties

## Obsah

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ .....	8
SEZNAM JEDNOTEK .....	9
ÚVOD.....	9
1 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE.....	10
2 SOUČASNÁ PROBLEMATIKA 3D TISKU .....	11
3 PROCES ADITIVNÍ VÝROBY .....	12
3.1 PRE-PROCESSING.....	12
3.2 PROCESSING.....	13
3.3 POST-PROCESSING.....	13
4 POPIS DMLS METODY SPÉKÁNÍ KOVU .....	13
5 TECHNOLOGIE VÝROBY KOVOVÝCH 3D PRÁŠKŮ .....	14
5.1 GAS ATOMIZATION METODA .....	15
5.2 VIM GAS ATOMIZATION METODA .....	15
5.3 PLASMA ATOMIZATION METODA .....	15
5.4 METODA HYDRIDE-HYDRIDE (HDH) .....	16
5.5 MORFOLOGIE ČÁSTIC DLE POUŽITÉ METODY.....	16
6 METALURGICKÉ VADY .....	17
6.1 PÓROVITOST .....	17
6.2 OXIDICKÉ VMĚSTKY .....	18
6.3 TVORBA TRHLIN.....	18
6.4 ZTRÁTA LEGUJÍCÍCH PRVKŮ.....	19
7 BEZPEČNOST A MANIPULACE S KOVOVÝM 3D PRÁŠKEM .....	19
8 MATERIÁLY POUŽÍVANÉ PRO 3D TISK SE ZAMĚŘENÍM NA KOVY.....	19
8.1 NÁSTROJOVÁ OCEL (MS1).....	21
8.2 MATERIÁLOVÉ VLASTNOSTI KOVOVÝCH 3D PRÁŠKŮ.....	22
8.2.1 Chemické složení.....	23
8.2.2 Fyzikální vlastnosti.....	23
8.2.3 Velikost 3D prášků .....	23
9 EXPERIMENTÁLNÍ PROGRAM .....	24
9.1 CHARAKTERIZACE VSTUPNÍHO MATERIÁLU .....	24
9.2 PARAMETRY VÝROBNÍHO PROCESU.....	24
9.3 POUŽITÉ PŘÍSTROJE A ZAŘÍZENÍ PRO METALOGRAFICKOU ANALÝZU .....	25
9.4 METODIKA PŘÍPRAVY VZORKŮ PRO KONVENČNÍ A ADITIVNĚ ZPRACOVANOU MARAGING OCEL .....	29
9.4.1 Příprava vzorků pro konvenční maraging ocel.....	29
9.4.2 Příprava vzorků aditivně zpracované maraging oceli .....	30



9.5	TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ .....	30
9.6	KONVENČNÍ MARAGING OCEL (VACO 180) .....	31
9.6.1	Mikrostrukturní analýza .....	32
9.6.2	EBSD analýza.....	33
9.6.3	Měření tvrdosti .....	33
9.7	EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL – VOLNÝ PRÁŠEK.....	33
9.7.1	Příprava volného prášku .....	34
9.7.2	Mikrostrukturní analýza volného prášku .....	35
9.7.3	Velikost zrna volného prášku .....	36
9.7.4	Příprava metalografického výbrusu prášku .....	37
9.7.5	Měření tvrdosti .....	38
9.8	ADITIVNĚ ZPRACOVANÁ MARAGING OCEL – TIŠTĚNÝ STAV .....	40
9.8.1	Mikrostrukturní analýza .....	40
9.8.2	EBSD analýza.....	41
9.8.3	Měření tvrdosti .....	42
9.9	ADITIVNĚ ZPRACOVANÁ MARAGING OCEL – ŽÍHANÝ STAV .....	42
9.9.1	Tepelné zpracování.....	42
9.9.2	Mikrostrukturní analýza .....	42
9.9.3	EBSD analýza.....	45
9.9.4	Měření tvrdosti .....	46
9.10	ADITIVNĚ ZPRACOVANÁ MARAGING OCEL – VYTVRZENÝ STAV .....	46
9.10.1	Tepelné zpracování.....	46
9.10.2	Mikrostrukturní analýza .....	46
9.10.3	EBSD analýza.....	49
9.10.4	Měření tvrdosti .....	50
9.11	ZKOUŠKA TAHEM.....	50
9.11.1	Popis použitého zařízení.....	50
9.11.2	Zkušební vzorky .....	51
9.11.3	Provedení a výsledky zkoušky tahem.....	51
	SHRNUTÍ A DISKUZE.....	54
	ZÁVĚR.....	58
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....	59
	SEZNAM OBRÁZKŮ .....	63
	SEZNAM TABULEK .....	64
	SEZNAM GRAFŮ .....	65

## Seznam použitých zkratk a symbolů

Zkratka/symbol	Význam zkratky
SLS	Selective Laser Sintering – selektivní spékání laserem
SLM	Selective Laser Melting – selektivní spékání laserem
STL, SLA	Stereolitografie
DMLS	Direct Metal Laser Sintering – přímé spékání laserem
FDM	Fused Deposition Modeling – výroba natavování nití
LOM	Laminated Object Manufacturing – výroba vrstev lepením
AM	Additive Manufacturing – aditivní výroba
CAD	Computer Aided Drafting – počítačem podporované modelování
RTI	Regionální technologický institut
SEM	Scanning Electron Microscopy – řádkovací elektronová mikroskopie
EDS, EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
EBM	Electron Beam Melting – spékání svazkem elektronů
HDH	Hydride-Hydride
EOS	Electro Optical Systems
MS1	Maraging Steel – nástrojová martenziticky vytvrditelná ocel
VIM	Vacuum Induction Melter – vakuové indukční tavení
HV	Tvrdost dle Vickerse
HRC	Tvrdost dle Rockwella
SiC	Karbid křemíku
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung – společnost s ručením omezeným
DIN	Deutsches Institut für Normung – Německý institut pro normy a standardizace
ISO	International Organization for Standardization – Mezinárodní organizace pro normalizaci
EBSA	Electron Backscatter Diffraction Analysis – Difrakce zpětně odražených elektronů
BSE	Backscattered Electrons - Zpětně odražené elektrony
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy – Kombinace transmisního módu s řádkovací elektronovou mikroskopií
FIB	Focused Ion Beam - Fokusaný iontový svazek
ASTM	American Society for Testing and Materials – Americká společnost pro testování a materiály
SW	Software
TM	Trade Mark – Registrovaná obchodní známka
RTG	Rentgen
SE	Sekundární elektrony
NTC	Výzkumné centrum Nové technologie
CCD	Charge Coupled Device – zařízení s vázanými náboji
FEG	Field Emission Gun – autoemisní katoda

## Seznam jednotek

Značka jednotky	Význam jednotky
mm	Milimetr
m/s	Metr za sekundu
°C	Stupeň Celsia
MPa	Megapascal
W	Watt
μm	Mikrometr
min	Minuta
g	Gram
kg	Kilogram
ml	Milimetr
s	Sekunda
V	Napětí
N	Newton
mm/s	Milimetr za sekundu
nm	Nanometr
kV	Kilovolt
nA	Nanoampér

## Úvod

Technologie 3D tisku je poměrně nová a pokročilá technologie zpracování materiálu, která byla prvotně používána pod názvem Rapid prototyping a sloužila především pro výrobu rychlých prototypů se složitým charakterem tvarů a složitých vnitřních geometrií. Termín Rapid prototyping je dnes označen mezinárodní komisí termínem Additive Manufacturing (Aditivní technologie) [17]. Pojem aditivní technologie pochází z anglického slova „add“ (přidat). Tyto technologie umožňují výrobu fyzických 3D modelů a prototypů z počítačových dat a materiál se při tomto způsobu výroby neubírá, jak je tomu například při obrábění a ani se nepřidává najednou, jako se to děje např. u slévání. Výrobek je vytvářen postupným spojováním, resp. skládáním jednotlivých vrstev materiálu na sebe až po finální produkt a následném tuhnutí ve vrstvách. Materiály, které mohou být touto technologií zpracovány, se pohybují od polymerních materiálů až po 3D prášky na bázi kovů. Celý proces aditivní výroby probíhá bez nutnosti přídavných nástrojů.

Tato technologie nalézá své využití ve všech různých technologických odvětvích. Jedná se například o letecký, automobilový, vojenský nebo kosmický průmysl. Další uplatnění je také ve zdravotnictví, popř. designu.

Lze očekávat, že se aditivní technologie výroby kovových součástí bude lišit, především mikrostrukturně, od dílů vyrobených konvenčními metodami lití, tvářením, tepelným zpracováním či odléváním se stejným chemickým složením. To je zapříčiněno rychlostí ohřevu a chlazením. Mohou se proto otevírat nové možnosti nejen pro výrobu, ale také pro koncepci produktů. Součásti, které jsou vyrobené aditivní technologií, mají většinou jemnozrnnější strukturu, než tvářené či lité struktury. Je to především prisuzováno rychlé

krystalizaci laserem ohřátého materiálu vlivem rychlého vedení tepla z roztavené zóny do okolního kovu. Vysoké rychlosti ochlazování mohou vést k tvorbě nerovnovážných krystalických fází. Finální mikrostruktury, jež jsou závislé na zvolených parametrech výroby spékaného prášku, budou cílem zkoumání této diplomové práce, jež jsou závislé na zvolených parametrech výroby spékaného prášku.

## **1 Cíle diplomové práce**

Hlavním cílem diplomové práce je provést na zvoleném experimentálním materiálu detailní mikrostrukturní analýzy vzorků připravených konvenční výrobou a metodou aditivní výroby, s využitím světelné mikroskopie a řádkovací elektronové mikroskopie, doplněnou měřením mechanických vlastností.

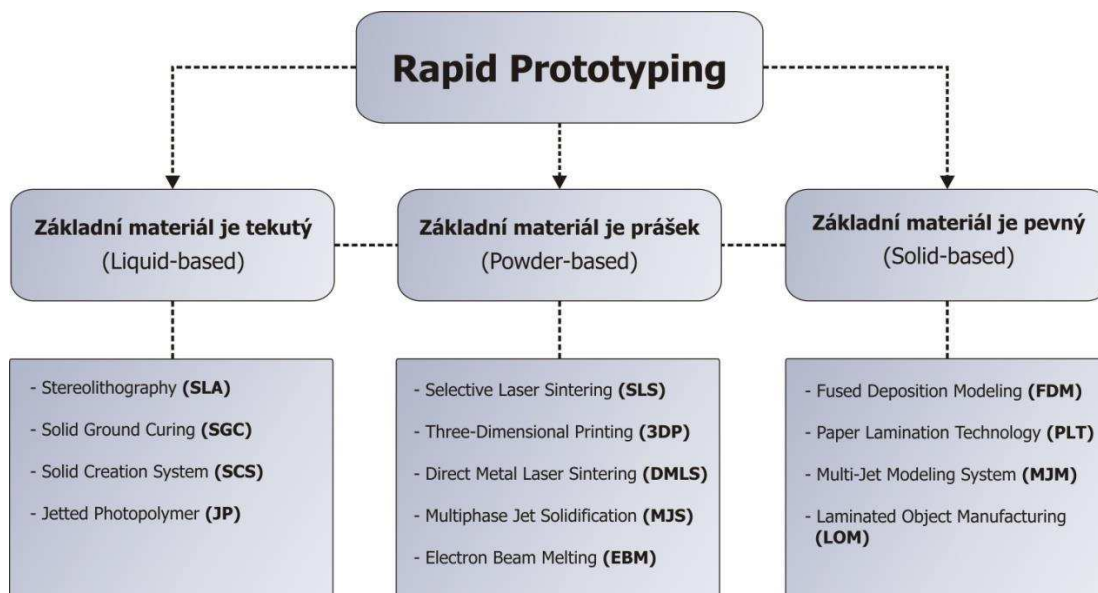
Pro experimentální program byla zvolena nástrojová martenziticky vytvrditelná ocel X3NiCoMoTi 18-9-5 bez tepelného zpracování a ve dvou různých stavech tepelného zpracování (žihání a vytvrzení). Prvním cílem bylo provést výzkum na vstupním 3D prášku, a to především jeho přípravu, stanovení velikosti a tvaru částic a provedení metalografické a mikrostrukturní analýzy. Druhým cílem bylo porovnání mikrostruktury a mechanických vlastností vzorků připravených konvenční výrobou a metodou aditivní výroby.

## 2 Současná problematika 3D tisku

Existuje velké množství technologií 3D tisku, které neustále vznikají, jiné naopak zanikají, některé se rozšířily, případně na svá rozšíření teprve čekají. Rozdíl je především ve formě základního materiálu a způsobu tvorby jednotlivých vrstev [1, 2, 19].

Metody 3D tisku se dělí do 3 základních kategorií, a to podle toho, v jaké formě je vstupní (stavební) materiál. Vstupní materiál může být buď v pevném, tekutém stavu nebo ve formě prášku. Každá metoda má své výhody a nevýhody a každý finální produkt má podle toho různé vlastnosti a použití. Na obr. č. 1 jsou vyobrazeny základní metody 3D tisku a na obr. č. 2 je základní rozdělení aditivní výroby dle materiálu. Dále v textu bude popsána metoda 3D tisku, kterou se bude zabývat tato diplomová práce [1, 2, 19].

První představovanou kategorií je technologie 3D tisku, která pracuje se vstupním materiálem v tekutém stavu, kdy za pomoci fotopolymerace dochází k tvorbě součásti. Nejpoužívanější metodou v této kategorii je metoda SLA - stereolitografie. Druhou kategorií jsou technologie pracující s materiálem v práškovém stavu. Hlavními zástupci jsou metody SLS (Selective Laser Sintering), SLM (Selective Laser Melting) nebo DMLS (Direct Metal Laser Sintering), u kterých dochází ke spékání částic materiálu (prášku) za pomoci energie laserového záření. Třetí kategorií jsou technologie, jejichž základní materiál je v pevném stavu, poté je roztaven a následně se čeká na jeho ztuhnutí. Mezi tyto zástupce se řadí metoda FDM (Fused Deposition Modeling) nebo metoda LOM (Laminated Object Manufacturing), která pracuje s materiálem ve formě tenkých vrstev, které jsou následně spojeny lepením [1, 2, 19].



Obr. 1 Rozdělení metod 3D tisku z hlediska vstupního materiálu [5]

Základní technologie RP	Zkratka	Materiál modelu
Stereolitografie	SLA, SL	Fotopolymer
Solid Groud Cutting	SGC	Fotopolymer, nylon
Selective Laser Sintering/Melting	SLS/SLM	Polyamid, nylon, vosk, kovové prášky
Direct Metal Laser Sintering	DMLS	Kovové prášky
Laminated Object Manufacturing	LOM	Papír s jednovrstvým pojivem
Fused Deposition Modeling	FDM	ABS, vosk, polykarbonat
Multi Jet Modeling	MJM	Termopolymer, akrylátový fotopolymer

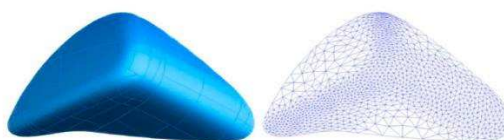
Obr. 2 Rozdělení aditivní technologie dle materiálu [18]

### 3 Proces aditivní výroby

Proces aditivní výroby obsahuje řadu kroků od virtuálního 3D modelu až k finální fyzické součásti. Proto, aby byl vyroben reálný produkt, je zapotřebí 3D model s úplnou geometrií. V současné době existuje několik variant, jak tento počítačový model získat. Za prvé je možné použít některý z dostupných CAD systémů a potřebnou součást si vytvořit, nebo využít služeb různých firem. Za druhé lze využít reverzní inženýrství, což je proces, kdy je k dispozici reálná součást, kterou je zapotřebí převést do digitální podoby, aby bylo možné vyrobit kopii nebo modifikaci dané součásti. Třetí variantou získání 3D modelu jsou výstupy měření z přístrojů používaných např. v medicíně [3, 4, 30].

#### 3.1 Pre-processing

Tento proces začíná vymodelováním virtuálního modelu za použití CAD softwaru. Po vymodelování v CAD softwaru musí být model převeden do formátu STL. Jedná se o standardní počítačový soubor, který obsahuje informaci o 3D modelu. Tento model je uložen ve formě jedné či více mnohoúhelníkových sítí (obr. č. 3) bez informace, která se týká textury či barvy povrchu modelu. Sítě mají pouze trojúhelníkové plochy, hrany a vrcholy a plochy mají přiřazeny i normály, které udávají jejich orientaci. STL formát byl zprvu vyvinut pro metodu stereolitografie, odsud tedy pochází koncovka STL. U složitějších modelů je trojúhelníková síť hustší, aby zachytila co nejpřesněji jeho tvar. S ohledem na komplikovanost poté roste velikost STL souboru. Na závěr pak SW zhotoví STL. Existuje několik programů, kde je možné nastavit velikost, orientaci a podpůrné struktury. Tyto zmíněné parametry jsou důležité především k úspoře času a snížení počtu vrstev, ze kterých bude model postaven. Dalším krokem je rozdělení STL modelu na tenké vrstvy v rozmezí 0,01 – 0,7 mm v závislosti na použité technologii 3D tisku. Je-li zapotřebí, pre-processingový program dokáže vytvořit podpůrnou konstrukci, která se používá např. na převisy či vnitřní dutiny [3, 4].



Obr. 3 Konverze ploch modelu na trojúhelníkovou síť [5]

### 3.2 Processing

Jedná se o fázi, při níž dochází k samotné stavbě dílu. Za použití jedné z několika variant technologií začne zařízení stavět model vrstvu po vrstvě. V současné době jsou zařízení autonomní a nevyžadují dohled vyškolené osoby, která se zařízením pracuje. Vyhotovení finálního výrobku může trvat několik hodin, záleží na jeho velikosti a složitosti [4].

### 3.3 Post-processing

Post-processing je konečná fáze, kdy je finální produkt vyjmut ze zařízení a následně je odstraněna jeho podpurná konstrukce. Některé produkty mohou ještě vyžadovat finální úpravy, a to např. obrábění, opískování, broušení, lakování, impregnace atd. Tyto úpravy zlepšují rozměrové, kvalitativní a funkční vlastnosti finálního dílu [4].

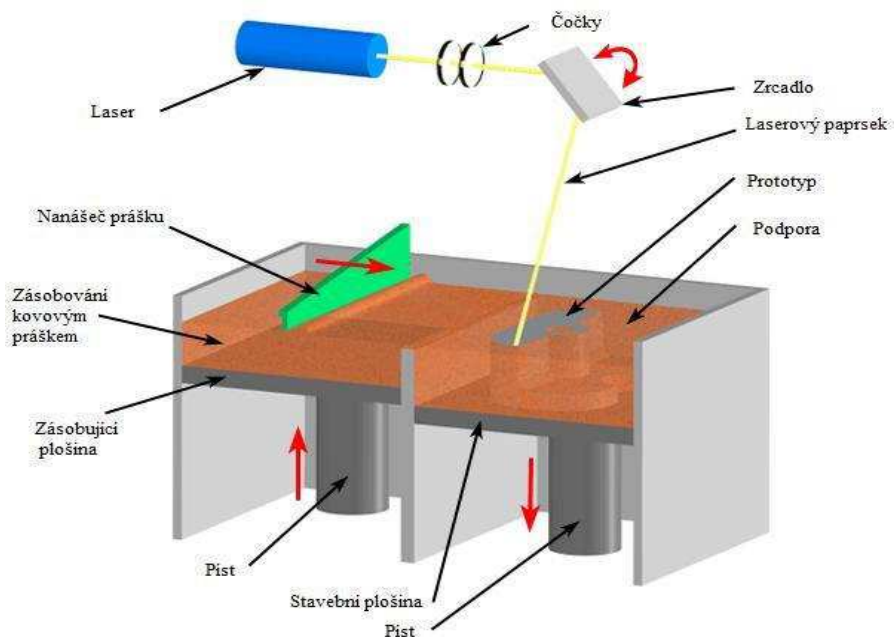
## 4 Popis DMLS metody spékání kovu

V rámci této práce byla použita metoda DMLS, která je jednou z řady technologií aditivní výroby, při níž je možné vyrábět tvarově velmi složité díly z kovových materiálů. Díky vysoké rychlosti, dostatečné přesnosti a možnosti stavět plně funkční prototypy, si tato metoda získala větší oblibu a rostoucí pozici na trhu. Ve srovnání s konvenčními postupy dokáže nabídnout rychleji výsledky a přinést i finanční úspory. Direct Metal Laser Sintering (zkratka DMLS) je oblastí rychlé prototypové výroby (Rapid prototyping). Tato technologie využívá spékání velmi jemného práškového materiálu za pomoci laserového paprsku na výrobní platformě (obr. č. 4). Řídicí systém upravuje intenzitu laserového paprsku, aby byl materiál spečen jen v oblasti zájmu. Neexponovaný prášek pak zůstává mimo spečený objekt. Po dokončení spékání vrstvy dochází k poklesu stavěcí platformy s objektem o výšku vrstvy a na povrch je nanášecího elementu (recoateru) nová vrstva materiálu a celý proces se opakuje až do vystavění a spečení celé součásti. Zbylý kovový prášek zůstává nespečen, recykluje se a použije se pro další tisk. Jednotlivé součásti jsou vyráběny na základě dat 3D modelu bez potřebných nástrojů. Produkty aditivní technologie nabízí mechanické vlastnosti, které jsou srovnatelné s vlastnostmi produktů dosažených konvenčními výrobními metodami. Vyrobene součásti z aditivní výroby mohou být použity a následně zpracovány (frézovány, vrtány, deponovány), jako každá jiná standardní průmyslová součást. Součásti vyráběné z kovového prášku překračují některé hodnoty mechanických vlastností obráběných dílů ze standardního sypkého materiálu. Výhodou je i vynikající materiálová účinnost většiny procesů aditivní výroby. Odpad (zbylý prášek) se pohybuje obvykle mezi 15 – 25 %, ve srovnání s mírou odpadu se složitými frézovacími součástmi, které mohou činit více než 90 %. Trendem současné doby je integrovat do stroje více laserů a minimalizovat „neproduktivní“ přejezdy nanášecího pravítka.

Zdrojem záření je pulzní plyný CO<sub>2</sub> laser. Kvůli zamezení oxidace je pracovní prostor vyplněn inertním plynem, a to dusíkem nebo argonem v závislosti na spekaném materiálu. Dokončovací operace, jako např. obrábění, broušení, leštění jsou prováděny v závislosti na funkci součásti. Finální výrobky vyrobené touto metodou nacházejí své využití např. ve slévárnictví pro metody přesného lití s využitím vytavitelného modelu. Obecně lze shrnout,

že se pro aditivní výrobu obvykle používají následující prášky: nástrojová ocel, nerezová ocel, slitiny Ni, Ti, Al či Co-Cr ocel.

Součásti vyrobené aditivní technologií mají většinou jemnozrnnější strukturu než tvářené či lité struktury. To je přisuzováno rychlé krystalizaci laserem ohřátého materiálu vlivem rychlého vedení tepla z roztavené zóny do okolního kovu. Vysoké rychlosti ochlazování mohou vést k tvorbě nerovnovážných krystalických fází. Finální struktura a vlastnosti materiálu závisí především na zvolených parametrech výroby a atributech spékaného prášku [5, 6, 7, 8, 13, 14, 20, 29].



Obr. 4 Popis DMLS metody [5]

## 5 Technologie výroby kovových 3D prášků

3D prášky jsou vstupním materiálem pro celou technologii výroby a jsou od výrobce k uživateli přepraveny v zaplombovaných barelech (obr. č. 5) [15].

Kovové prášky pro 3D tisk jsou nejčastěji vyráběny metodou plynové atomizace (Gas atomization metoda), mohou být taktéž vytvářeny i jinými metodami, které jsou jmenovány v dalších podkapitolách [9].

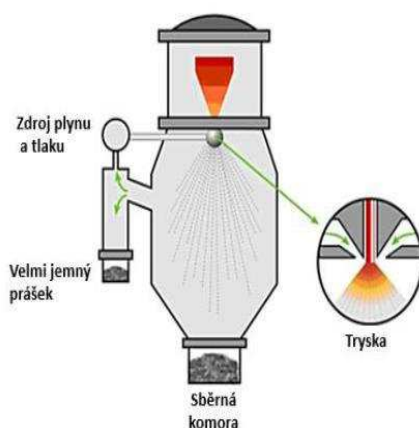


Obr. 5 Přepravní barely 3D prášků [16]



## 5.1 Gas atomization metoda

Kovové prášky jsou touto metodou vyráběny rozprašováním proudu roztaveného kovu za použití vysokotlaké plynové trysky na malé částice, které po ztuhnutí tvoří částice 3D prášků (obr. č. 6). Proces rozprašování plynu začíná roztavenou kovovou slutinou a roztavený proud je tak narušen proudem plynu vysokou rychlostí. Roztavený kov se tak rozkládá na jemné kapičky, které tuhnou jako jednotlivá zrna prášku. Proud roztaveného kovu je zasažen tryskami plynu, jako je dusík nebo argon [9, 10, 11].



Obr. 6 Princip Gas atomization metody [9, 16]

Prášky, které jsou vyrobené plynovou atomizací, mají kulovitý tvar, což je výhodné pro jejich zabíhavost a vyplňování vzduchových mezer v prášku. Proces rozprašování plynem je nejvyužívanější způsob výroby kulovitých kovových 3D prášků, především pro oceli, slitiny hliníku a drahé kovy.

Rozprašování plynem je metoda, která zajišťuje:

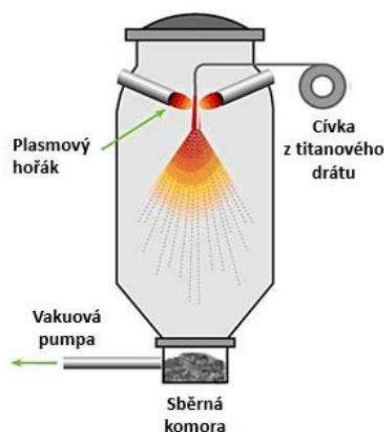
- Kulovitý tvar 3D prášků,
- Dobrou hustotu 3D prášků díky kulovitému tvaru a distribuci velikosti částic,
- Dobrou reprodukovatelnost velikosti částic,
- Výrobu širokého spektra slitin [9, 10, 11].

## 5.2 VIM gas atomization metoda

Tato metoda výroby kovových prášků vychází z metody Gas atomization. Proces rozprašování roztaveného kovu probíhá ve vakuové komoře. Tato metoda se využívá v oblasti výroby slitin Ti a Al, u nichž je podstatné zabránit přístupu kyslíku [9, 11].

## 5.3 Plasma atomization metoda

Metoda rozprašování plazmou produkuje sférické částice. Výchozím materiálem je drát nebo prášek, který je přiveden do rozprašovací komory, ve které je roztaven a rozprašen plazmovým hořákem (obr. č. 7). Tato metoda se využívá pro žáruvzdorné materiály, jako jsou například Mo či W [9, 11].



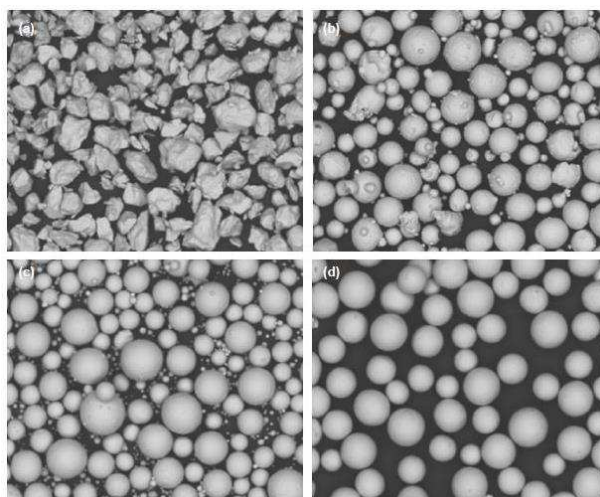
Obr. 7 Princip Plasma atomization metody [9, 16]

#### 5.4 Metoda hydride-hydride (HDH)

Tato metoda výroby 3D prášků je zajímavá tím, že výchozí materiál není taven, ale je mechanicky zpracován, což je spjato s řadou operací jako drcení a třídění hrudek kovových částic dle velikosti. Celý proces se opírá o křehkost některých kovů. Např. u výroby slitin titanu jsou titanové hydridy tvořeny v hydridové jednotce, a to za pomoci přivedeného vodíku a tepla, kde je poté drcen a proséván. Prášek je následně vrácen do hydridové jednotky, v níž je zbaven přebytečného vodíku. Částice prášku, vyrobené metodou HDH, jsou velmi nepravidelné a používají se buď jako výrobní prášky pro aditivní výrobu, nebo nachází využití jako prášková surovina pro rozprašení plazmatem [9].

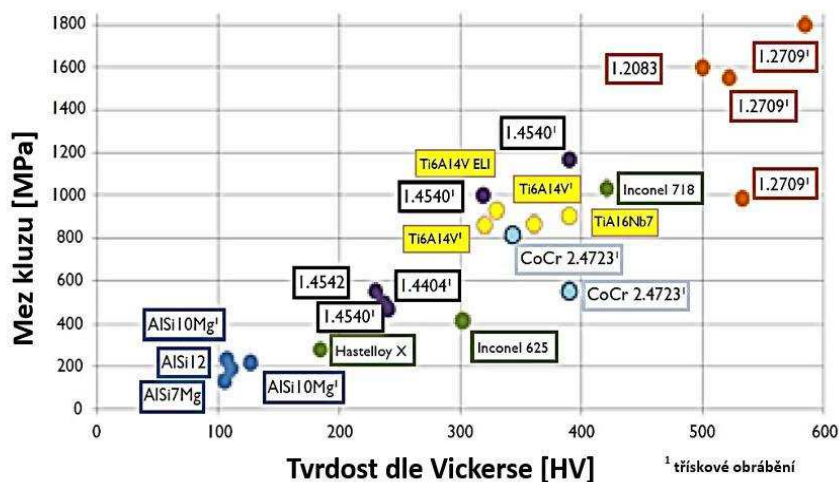
#### 5.5 Morfologie částic dle použité metody

Z výše uvedených metod výroby prášků jsou na obr. č. 8 vyobrazeny rozdílné tvary částic z řádkovací elektronové mikroskopie (SEM).



Obr. 8 SEM snímky tvarů částic Ti-6Al-4V prášku pro různé metody výroby: a) HDH metoda; b) Gas atomization metoda; c) Plasma atomization metoda; d) rozprašování rotující elektrodou [9, 16]

Prášky používané v aditivní výrobě a vyrobené metodou Gas atomization, by měly být sférického tvaru. Co se týče mechanických vlastností prášků, liší se především v závislosti na zvolené výrobní technologii. Na obr. 9 je ukázka hodnot mechanických vlastností pro materiály vyrobené různými technologiemi, které byly deklarovány přímo výrobcem a představují naměřené hodnoty tvrdosti a pevnosti [12].



Obr. 9 Naměřené hodnoty tvrdosti a meze kluzu různých materiálů pro aditivní technologii [9, 16]

## 6 Metalurgické vady

V tištěných materiálech se vyskytují určité typické druhy metalurgických vad, které se u konvenčně vyráběných materiálů příliš často neobjevují. Jedná se především o pórovitost, oxidické vměstky, tvorbu trhlin typických tvarů či ztrátu legujících prvků ve zpracovávané slitině [31].

### 6.1 Pórovitost

První vadou, se kterou se můžeme setkat, je pórovitost zapříčiněná nejen nedokonalým či nedostatečným roztavením, ale i vlivem zachycení plynů povrchovou turbulencí či ve formě staženin. Další příčinou vzniku pórovitosti je i nedostatečný rozptyl hustoty energie laseru v celé tloušťce vrstvy.

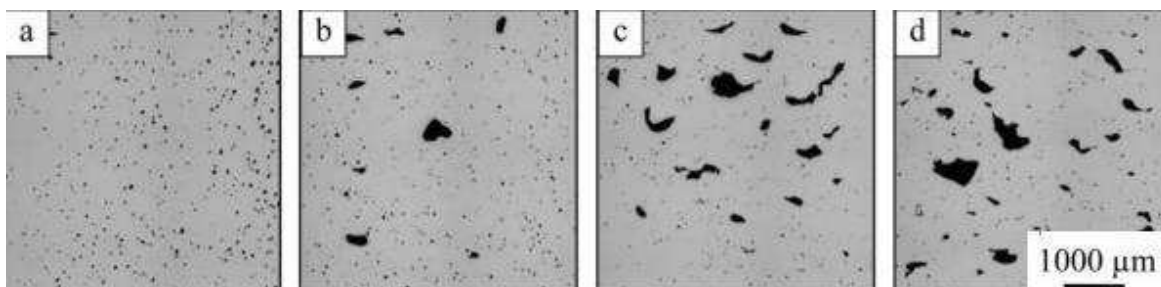
Počet a velikost pórů je ovlivněn zejména procesními parametry, jako např. tloušťka vrstvy, výkon laseru a rychlost skenování. Velký výskyt těchto pórů se nachází v oblastech, kde je velká míra neúplného natavení mezi jednotlivými vrstvami [31].

Pórovitost, která může být zapříčiněná vlivem nedokonalého či nedostatečného roztavení se vyskytuje nejčastěji podél hranic jednotlivých vrstev. Typická je svoji nepravidelností tvarů protažených podél jednotlivé roviny vrstvy. Dalším vznikem této pórovitosti je zachycení plynových bublinek v mezivrstvách při procesu skenování laserem. Zachycení plynu může mít za následek nerovnoměrnost či nestabilitu skenovací stopy z toho důvodu, že odpařování skenovací stopy není homogenní. Proto zmiňovaná nestabilita může vést k opakovanému kolapsu tekutého kovu, který obklopuje plynové dutiny, ale i ke vzniku dutin. Také odpar kovového materiálu může být hlavním zdrojem tvorby plynu, který se

nachází uvnitř skenovacích stop spolu s množstvím krycího plynu (plyn použitý z inertní atmosféry) vnášeným do skenovací stopy. Aby se předešlo tomuto stavu, je zapotřebí použít vysoký výkon laseru s vysokou rychlostí skenování [31].

Další příčinou vzniku pórovitosti je zachycení plynů povrchovým turbulentním prouděním v tavné lázni. Pod pojmem „zachycený plyn“ je možno uvažovat nejen plyn, který vzniká odparem materiálu, ale také plyn ochranné atmosféry či jejich kombinace. Poslední zmiňovaný typ dutin jsou staženiny, které vznikají v průběhu tuhnutí roztaveného kovu (jako u odlitků) z důvodu nedostatečného dosazování materiálu [31].

Aboulkhair, N. T. a kol. uvádí [32], že pórovitost může být rozdělena na póry metalurgické a póry ve tvaru „klíčové dírky“. Metalurgické póry jsou póry sférického tvaru o velikosti menší, než 100  $\mu\text{m}$ . tyto póry jsou tvořeny u pomalých skenovacích rychlostí (např. 250 mm/s). Póry ve tvaru „klíčových dírek“ jsou charakteristické především nepravidelným tvarem a jejich velikost se pohybuje nad 100  $\mu\text{m}$ . Vznikají z nestability klíčové dírky, která může být způsobena rychlým tuhnutím kovu bez úplného vyplnění mezer roztaveným kovem. Na obr. č. 10 je uvedeno, jaký vliv má rychlost skenování na množství a tvar pórů u materiálu z hliníkové slitiny (AlSi10Mg). Parametry procesu aditivní výroby byly stejné (tím je myšleno výkon laseru či tloušťka vrstvy). Ze zmiňovaného obrázku plyne, že při použití nejmenší skenovací rychlosti (do 500 mm/s) převládají póry metalurgické, které jsou pravděpodobně spojeny s vyšší hustotou energie vnesenou do materiálu. Při zvýšení skenovací rychlosti (od 500 mm/s) se objevují již zmiňované póry ve tvaru „klíčových dírek“ za současného snížení pórů metalurgických [31].



Obr. 10 Ukázka vlivu rychlosti skenování na množství a tvar pórů (slitina AlSi10Mg):  
a) 250 mm/s; b) 500 mm/s; c) 750 mm/s; d) 1000 mm/s [31]

## 6.2 Oxidické vměstky

Oxidické vměstky se dostávají do roztavené lázně dvěma způsoby. Prvním způsobem je přítomnost oxidu při procesu atomizace samotného prášku. Druhý způsob je ten, že se oxidy dostanou do struktury díky povrchovému turbulentnímu proudění během procesu spékání kovového prášku [31].

## 6.3 Tvorba trhlin

V případě aditivní výroby se lze setkat s trhlinami krystalizačními a likvačními. Proces spékání se vyznačuje tím, že teploty likvidu a solidu jsou sníženy z důvodu nedostatečné difuze během nerovnovážného rychlého tuhnutí, který má za následek vyšší náchylnost k tvorbě trhlin a i široký teplotní rozsah, při kterém dochází právě ke vzniku trhlin. Krystalizační trhliny se vytvářejí a vyskytují mezi pevnou a kapalnou fází těsně nad teplotou

solidu. Proto trhliny vznikají v případě, kdy je při tuhnutí roztaveného kovu přítomno vysoké tahové pnutí. Likvační trhliny vznikají za přítomnosti vyššího obsahu legujících prvků, které mohou vytvářet eutektické fáze [31].

#### **6.4 Ztráta legujících prvků**

Při použití vysoké hustoty energie při spékání prášku může docházet k selektivnímu vypařování legujících prvků. Odpařování legujících prvků v roztavené lázni je řízeno celkovým odpařováním při procesu laserového spékání. Změna chemického složení, která se uskutečňuje při procesu laserového spékání, je funkcí stupně vypařování a objemu tavené lázně. Vypařování legujících prvků má za následek znehodnocení např. mechanických vlastností materiálu – pokles meze kluzu, tažnosti, tvrdosti nebo vznik trhlin. Může také docházet k výskytu pórovitosti [31].

### **7 Bezpečnost a manipulace s kovovým 3D práškem**

Při procesu aditivní výroby mohou rizika pocházet ze samotné tiskárny (laserového systému), z inertních plynů nebo přímo z kovového 3D prášku. Kovové 3D prášky procházejí během své výroby různými operacemi, jako jsou např. plnění prášku do stroje, manipulace a přenos prášku z jedné nádoby do druhé, přípravné kroky ke zpracování či samotný proces 3D tisku. Některé tyto vyjmenované operace mohou přivést prášek do kontaktu nejen s obsluhou, ale i s okolní atmosférou. Kromě toho, slitiny, ať už hliníkové či titanové, obsahují reaktivní prvky, které mohou způsobit nebezpečí výbuchu, proto je vhodné zabránit jakémukoliv víření [9].

Jakákoliv manipulace s 3D práškem může také způsobit, že obsluha může prášek prostřednictvím dýchacího systému vdechnout nejen do plic, ale prášek s menším průměrem zrn může vniknout až do plicních sklípků. Ve většině případů obsahují práškové materiály legující prvky (těžké kovy), které mohou být pro člověka karcinogenní. Proto je nutné mít při manipulaci s práškem tyto osobní ochranné pomůcky:

- Ochranná maska – zabraňuje vdechnutí částic prášku,
- Ochranný oděv – zabraňuje znečištění běžného oblečení práškem,
- Ochranné rukavice – zabraňují znečištění pokožky,
- Bezpečnostní antistatickou obuv,
- Sondu pro měření expozice prachu za účelem posouzení osobní expozice [9].

### **8 Materiály používané pro 3D tisk se zaměřením na kovy**

Rozmanitost materiálů pro aditivní výrobu kovových součástí se neustále rozšiřuje. Výrobci se neustále snaží vyrobit vhodný materiál pro 3D tisk, který bude mít ideální vlastnosti či bude napodobovat jiné, atraktivnější materiály (dřevo, kámen) [12].

Běžně používanými materiály pro kovový 3D tisk jsou především nerezové oceli, hliníkové, niklové, kobalt-chromové a titanové slitiny, přičemž řada výrobců nabízí své vlastní materiály. V oblasti ocelí se jedná především o korozivzdornou nástrojovou ocel pro práci za tepla či nově precipitačně vytvrditelnou korozivzdornou martenzitickou ocel [12].

Nejčastější materiály pro procesy tavení laserem jsou uvedeny v tab. č. 1. Obchodní názvy materiálů se liší v závislosti na výrobcu, a proto zde použitý název odpovídá

specifikacím uvedených v materiálových normách. Některé snahy o standardizaci procesů a materiálů jsou důležitým krokem k lepšímu srovnání výrobků a rychlejšímu zavádění stávajících procesních řetězců. Tato široká škála materiálů nabízí uživateli dobrou možnost výběru správného materiálu pro dosažení určitých specifikací produktu [12].

Tabulka č. 2 uvádí ochranné atmosféry pro prášky dodávané firmou EOS GmbH [12].

	Materiál	DIN
Hliníkové slitiny	AlSi10Mg	3.2381
	AlSi7Mg	3.2371
	AlSi12	3.3581
Kobaltové slitiny	ASTM F75	2.4723
	CoCrWC	
Nástrojové oceli	AISI 420	1.2083
	Marage 300	1.2709
	H13	1.2344
	AISI D2	1.2379
	AISI A2	1.2363
	AISI S7	1.2357
Niklové slitiny	Inconel 718	2.4668
	Inconel 625	2.4856
	Inconel 713	2.4670
	Inconel 738	
	Hastelloy X	2.4665
Nerezové oceli	SS 304	1.4301
	SS 316 L	1.4404
	SS 410	1.4006
	SS 440	1.4110
	15-5 PH	1.4540
	17-4 PH	1.4542
Titanové slitiny	Titanium Grade 2	3.7035
	Ti6Al4V	3.7165
	Ti6Al4V ELI	3.7165 ELI
	TiAl6Nb7	
Drahé kovy	zlato	18 Carat
	stříbro	930 Sterling
Slitiny mědi	CC 480 K	2.1050

Tab. 1 Materiály používané pro aditivní výrobu [12, 16]

Typ kovového prášku	Povolený ochranný plyn	
	Dusík	Argon
DirectMetal 20	X	X
EOS CobaltChrome MP1	X	X
EOS CobaltChrome SP2	X	X
EOS MaragingSteel MS1	X	X
EOS NickelAlloy HX	X	X
EOS NickelAlloy IN625	X	X
EOS NickelAlloy (niklové slitiny) IN718	X	X
EOS StainlessSteel 316L	X	X
EOS StainlessSteel GP1	X	X
EOS StainlessSteel PH1	X	X
EOS Aluminium AlSi10Mg		X
EOS Titanium Ti64		X
EOS Titanium Ti64 ELI		X

Tab. 2 Ochranné atmosféry pro 3D prášky firmy EOS GmbH [12, 16]

## 8.1 Nástrojová ocel (MS1)

Název Maraging steel (martenziticky vytvrditelná ocel) je odvozen z anglického názvu „martensite aging“, tedy stárnutí martenzitu. Nástrojová maraging ocel X3NiCoMoTi 18-9-5 používaná v této práci se řadí mezi vysoce-pevné ocele s velmi nízkým obsahem uhlíku (max. 0,03 %) obsahující zejména prvky Ni, Co, Mo, Ti, Al, případně Cr a je dostupná pod obchodním názvem MS1. Tyto oceli jsou známé svoji vysokou pevností a houževnatostí. Obecně obsahují vysoké procento Co, Mo a Ni, avšak byly k nim přidány prvky jako je Ti či Al, aby se zvýšila jejich pevnost. Vzhledem k vysokému obsahu niklu má slitina vysokou tvrdost a odolnost proti opotřebení, a proto je vhodná především pro nástrojové aplikace. Nevhodným prvkem je titan, který má vysokou afinitu ke kyslíku a vytváří stabilní tuhé oxidy. Oxidy pak mají tendenci přilnout k licí trysce a zastavit tak průtok kovu. Tokové pole pak může mít vliv na tvar a velikost částic prášku, avšak netýká se to konvenčního odlévání této slitiny, protože se z ní obvykle vyrábějí velké ingoty nebo odlitky, které mají větší průtokové cesty. Za účelem optimalizace průtokové schopnosti je možné nahrazení titanu niobem. Niob má nižší afinitu ke kyslíku a je většinou standardní náhradou za titan. Vzhledem ke své nižší afinitě ke kyslíku se oxidy nevyskytují v nalévací trubici, což může vést i k nižšímu výskytu vměstků ve slitině.

Kvalita povrchu finálních výrobků je však stále nestandardní, a proto je nutné další následné zpracování. Rychlý proces ohřevu a chlazení má za následek vysoké zbytkové napětí uvnitř výrobku. Tato zbytková napětí jsou tím větší, čím objemnější jsou výrobky, které jsou pak náchylné k praskání. Pro zmírnění zbytkových napětí se ihned po procesu

aditivní výroby aplikují různá tepelná zpracování, která mohou příznivě změnit např. mechanické vlastnosti finálního produktu (např. pevnost může být výrazně zvýšena precipitačním vytvrzením) [37].

Po vyžhání je výsledná mikrostruktura těchto ocelí plně martenzitická s velmi dobrou obrobiteľnosťou. Díky nízkému obsahu uhlíku a vysokému obsahu Ni a dalších substitučních prvků, je martenzit považován za bezuhlíkový přesycený tuhý roztok Ni v  $\alpha$ -Fe. Konečný tuhý roztok je považován za relativně měkký a houževnatý s typickou tvrdostí kolem 30 HRC. Vysoká pevnost a tvrdost těchto ocelí je způsobena díky výskytu intermetalických fází  $Ni_3$  (Mo, Ti) při závěrečném popouštění na teplotu okolo 500 °C. Tato ocel se obecně vyznačuje svojí dobrou odolností proti deformaci, houževnatostí a homogennímu smrštění (0,09 %). Proto se martenziticky vytvrditelná ocel běžně používá v aplikacích, které vyžadují vynikající mechanické vlastnosti a spolehlivost. V současné době mohou být tyto oceli zpracovány běžným odléváním, kováním, tepelným zpracováním či aditivní výrobou. Používají se především pro letecký a automobilový průmysl, nástroje, které vyžadují vysokou pevnost a tvrdost povrchu, vysoce zátěžové prototypové díly nebo formy pro sériové vstřikování a tlakové lití [13, 14, 37].

Zpracování kovových materiálů laserem zahrnuje vysoké rychlosti ohřevu a chlazení, které mají za následek vysoké teplotní gradienty a krátké časy interakce. Tyto změny často vedou k nerovnovážným mikrostrukturám včetně nových fází. Proto se výsledné mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli velmi liší od klasické konvenční se stejným chemickým složením a tepelným zpracováním. Po rychlém chlazení lze očekávat, že výsledné mikrostruktury konvenční oceli budou sestávat z martenzitické matrice, která je bez precipitátů a zbytkového austenitu. Aditivně zpracovaná ocel má však velmi jemnou buněčnou mikrostrukturu, protože během výroby podléhá vysokým rychlostem chlazení a rychlému tuhnutí. Uvnitř oceli se mimo jiné nachází mnoho pórů a trhlin, které úzce souvisejí s parametry procesu tisku [37].

Při procesu spékání kovového prášku a následného chladnutí jednotlivých vrstev jsou vzorky zatěžovány vysokým teplotním gradientem, který způsobuje v materiálu vznik zbytkových pnutí a trhlin. Aby byl tento nežádoucí stav eliminován, je vhodné provádět po tisku tepelné zpracování v ochranné atmosféře argonu. Prvním způsobem tepelného zpracování je žhání (někdy také nazýváno rozpouštěcí žhání), které by mělo být provedeno na teplotu austenitizace 820 °C (v ochranné atmosféře argonu) s prodlevou 20 minut. Poté by mělo následovat prudké ochlazení na teplotu pod 500 °C. Materiál by měl být chlazen v peci na pokojovou teplotu. Druhý způsob tepelného zpracování, který se po vytištění součásti může používat, je precipitační vytvrzení. Používá se z důvodu zvýšení pevnosti a tvrdosti dílů na tvrdost dle Rockwella 50 – 56 HRC. Teplota ohřevu u tohoto tepelného zpracování by měla být 490 °C (v ochranné atmosféře argonu) s prodlevou 6 hodin, poté by mělo následovat pozvolné chlazení v peci opět na pokojovou teplotu [37].

## 8.2 Materiálové vlastnosti kovových 3D prášků

Vlastnosti kovových prášků lze rozdělit do tří hlavních kategorií.

- Chemické složení,
- Fyzikální vlastnosti,
- Velikost 3D prášků.



Ve všech uvedených kategoriích je v následujících bodech popsána stručná charakteristika. Dalšími body, které je nutno vzít v úvahu pro výběr vhodného kovového prášku, jsou:

- Stárnutí a skladování 3D prášků,
- Zdraví, bezpečnost a životní prostředí,
- Opakované využití 3D prášků po výrobních cyklech [9].

### **8.2.1 Chemické složení**

Chemické složení kovových 3D prášků ovlivňuje zejména vliv intersticiálních legujících prvků a doprovodných prvků, jako je kyslík, dusík, uhlík a síra nebo nečistoty, které mohou významně ovlivnit materiálové vlastnosti kovového prášku [9].

### **8.2.2 Fyzikální vlastnosti**

Důležitou fyzikální vlastností kovových 3D prášků jsou reologické vlastnosti (především hustota a průtok prášku) používané v aditivní výrobě, a to jak pro přesun kovového prášku z kontejneru do pracovního prostoru, tak pro vytvoření homogenních vrstev prášku [9].

### **8.2.3 Velikost 3D prášků**

Co se týče velikosti 3D prášků, dělíme je na dvě kategorie v závislosti na použité technologii. První kategorií jsou prášky, jejichž velikost zrna je menší než 50  $\mu\text{m}$ . Tyto prášky se používají pro většinu technologií 3D tisku. Druhou kategorií jsou prášky, jejichž velikost je cca 50  $\mu\text{m}$  a používají se především pro procesy využívající tavení elektronovým paprskem (EBM = Electron Beam Melting). Typické metody a normy používané pro měření rozložení velikosti částic jsou:

- Norma ISO 4497 pro kovové prášky – stanovuje velikost částic,
- Norma ISO 13320 – stanovuje analýzu velikosti částic pomocí laserové difrakce [9].

## 9 Experimentální program

Experimentální část charakterizuje vstupní materiál s použitou 3D tiskárnou a zvolenými parametry výrobního procesu. Dále popisuje použité přístroje pro zhotovení experimentálních vzorků, analyzuje finální mikrostruktury ze všech zkoumaných stavů a testuje mechanické vlastnosti.

Experimentální vzorky byly vytištěny metodou DMLS v Laboratoři experimentálního obrábění v Regionálním technologickém institutu (dále jen RTI), následně tepelně zpracovány v Laboratoři experimentálního tváření RTI. Metalografická analýza, měření tvrdosti a zkouška tahem byla provedena na přístrojích v Metalografické laboratoři RTI při Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

### 9.1 Charakterizace vstupního materiálu

Pro tuto práci byla zvolena nástrojová martenziticky vytvrditelná ocel X3NiCoMoTi 18-9-5, která je ekvivalentní s ocelí W. Nr. 1.2709 pod obchodním názvem MS1. Mikrostruktury vznikající na základě použité metody 3D tisku se mohou výrazně lišit od konvenčních mikrostruktur. Výsledná mikrostruktura může být tak výrazně jemnější, než při použití standardních metod zpracování. Všechny válcové vzorky byly připraveny z příčného řezu a zbylá část byla rozřezána podél směru tisku, což odpovídalo ose válcového vzorku (podélný řez). Všechny vzorky byly tištěny v ose Z (směr tisku).

Prášek této oceli byl dodán od společnosti EOS GmbH a byl vyroben metodou plynové atomizace (Gas atomization metoda), což je jedna z nejběžnějších a nejvyužívanějších metod výroby práškové oceli. Plynová atomizace vytváří relativně pravidelné sférické částice. Zmíněnou maraging ocel je možné získat také jako konvenčně vyráběnou ocel, pod obchodním názvem Vaco 180 od firmy Bohdan Bolzano s.r.o. Konvenční ocel je dodávána od výrobce ve formě tyčí ve vyžíhaném stavu. V této práci bude tedy porovnána aditivně vyrobená maraging ocel s ocelí konvenčně vyrobenou. Tato ocel obvykle obsahuje legující prvky, a to především Ni, Co, Mo, Ti atd. Udávané chemické složení tištěné oceli, v porovnání s konvenční martenziticky vytvrditelnou ocelí, je uvedeno v tab. č. 3.

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Co	Ti	Al
MS1	≤0,03	≤0,1	≤0,1	≤0,5	4,5-5,2	17,0-19,0	8,5-9,5	0,6-0,8	0,05-0,15
Vaco 180	≤0,03	≤0,1	≤0,15	≤0,25	4,5-5,2	17,0-19,0	8,5-10	0,8-1,2	-

Tab. 3 Chemické složení aditivně zpracované (MS1) a konvenční (Vaco 180) nástrojové martenziticky vytvrditelné oceli

### 9.2 Parametry výrobního procesu

Pro proces aditivní výroby a tisk experimentálních vzorků bylo použito zařízení EOS M290 od firmy EOS GmbH v Laboratoři experimentálního obrábění v RTI o velikosti pracovního prostoru 250 x 250 x 325 mm (obr. č. 11). Byly použity tyto parametry tisku, které shrnuje i tab. č. 4: výkon laseru 285 W, skenovací rychlost 960 m/s, tloušťka vrstvy 40 μm a hatching distance 110 μm. Všechny aditivně vyrobené vzorky byly vyrobeny v dusíkové atmosféře 3D tiskárny, která zabraňuje oxidaci během procesu aditivní výroby.

Orientace vzorků v různých rovinách tisku je důležitá především z důvodu anizotropie finálních mikrostruktur.



Obr. 11 3D tiskárna EOS M290 v Laboratoři experimentálního obrábění RTI

Parametry tisku	
Výkon laseru [W]	285
Skenovací rychlost [m/s]	960
Použitý inertní plyn	dusík
Tloušťka vrstvy [ $\mu\text{m}$ ]	40
Hatching distance [ $\mu\text{m}$ ]	110

Tab. 4 Parametry tisku zvolené na 3D tiskárně EOS M290

### 9.3 Použité přístroje a zařízení pro metalografickou analýzu

#### Zařízení pro rozřez vzorků na přesné pile Struers Secotom 50 (obr. č. 12)

- Průměr dělicího kotouče: 75 – 203 mm,
- Otáčky dělicího kotouče: 300 – 5000/min.

#### Zařízení pro zalévání za tepla Struers CitoPress 10 (obr. č. 13)

- Automatický lis s elektrohydraulickým čerpadlem a jedním zalévacím válcem,
- Teplota ohřevu: 120 – 180 °C s krátkou dobou zapékání (5 min) včetně chlazení,
- Průměr zalévacího válce: 30 mm.



Obr. 12 Metalografická pila Struers Secotom 50; Obr. 13 Zalévací lis Struers CitoPress 10

#### Zařízení pro broušení a leštění Struers Tegramin 30 (obr. č. 14)

- Průměr brusných SiC/leštících kotoučů: 300 mm,
- Otáčky disku: 40 – 600/min,
- Přídržná hlava pro 6 vzorků,
- Otáčky přídržné hlavy: 50 – 150/min,
- Brusné disky a leštící plátina jsou uchycovány na kotouče magneticky.

#### Světelný mikroskop Zeiss Axio Lab. A1 (obr. č. 15)

- Zobrazení: světlé a tmavé pole,
- Zvětšení: 50x – 500x.



Obr. 14 Metalografická bruska/leštička Struers Tegramin 30 (vlevo); Obr. 15 Světelný mikroskop Zeiss Axio Lab. A1 (vpravo)

#### Světelný mikroskop Olympus BX61 (obr. č. 16)

- Zvětšení: 50x – 1000x,
- Zobrazení: světlé a tmavé pole, polarizované světlo, fázový kontrast.

### **Mikrotvrdoměr UHL VMHT (obr. č. 17)**

Vnikacím tělesem je pravidelný čtyřboký diamantový jehlan o vrcholovém úhlu jehlanu  $136^\circ$  mezi protilehlými stěnami. Vnikací těleso je vtlačováno do zkoušeného materiálu určitou silou, která působí kolmo na povrch experimentálního vzorku. Po vniknutí zkušební tělesa se ve zkušebním materiálu objeví vtisk, na kterém jsou měřeny úhlopříčky  $d_1$  a  $d_2$ . Výsledná tvrdost dle Vickerse (HV) je bezrozměrná veličina [33].

- Poloautomatické zařízení,
- Zatížení: 10 – 1000 g
- Dovoluje použít Vickersův indentor,
- Mikrotvrdot se odečítá z úhlopříčky,
- Mikrotvrdot lze zajišťovat z normy: ASTM E – 384, EN ISO 6507, EN ISO 4545.



*Obr. 16 Světelný mikroskop Olympus BX61 (vlevo);*



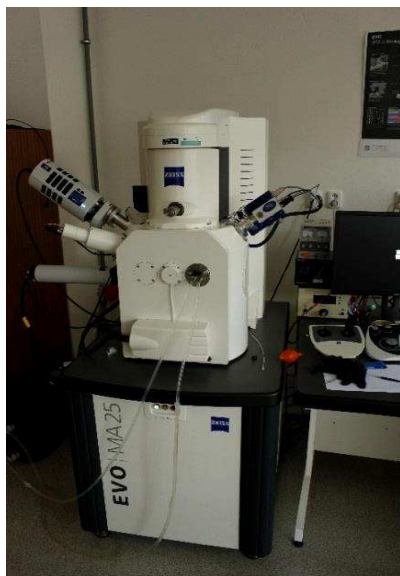
*Obr. 17 Mikrotvrdoměr UHL VMHT (vpravo)*

### **Elektronový mikroskop EVO MA25 Zeiss (obr. č. 18)**

- BSE, EBSD a EDX detektory,
- Zdroj: LaB<sub>6</sub> (hexaborid lanthanu) – termoemisioní katoda.

### **Elektronový mikroskop CrossBeam 340 SEM – FIB Zeiss (obr. č. 19)**

- BSE, EBSD, EDX a STEM detektory,
- Integrovaný iontový svazek (FIB),
- Zdroj: FEG (Field Emission Gun) – autoemisioní katoda.



Obr. 18 Řádkovací elektronový mikroskop EVO MA25 Zeiss (vlevo);



Obr. 19 Řádkovací elektronový mikroskop CrossBeam 340 Zeiss (vpravo)

### **Elektrolytická leštička Struers LectroPol-5 (obr. č. 20) pro přípravu vzorků k EBSD analýze**

- Automatické zařízení,
- Elektrolytické leštění/leptání metalografických vzorků,
- Široká škála přípravy materiálů,
- Funkce skenování pro správné zadání napětí jak pro leštění/leptání,
- Příprava pro repliky na transmisní elektronovou mikroskopii.

Metoda difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD = Electron Backscatter Diffraction) umožňuje získat informace o orientaci jednotlivých zrn a přítomnosti dalších fází různé krystalografické soustavy v povrchové vrstvě zkoumaného materiálu. Je založená na analýze Kikuchiho linií pozorovaných na fluorescenčním stínidle snímaných CCD kamerou. Při EBSD měření dopadá svazek elektronů na nakloněný vzorek pod úhlem  $70^\circ$  [28].

Rozhodujícím a klíčovým bodem k dosažení dobré EBSD analýzy je kvalita přípravy povrchu vzorku. Povrch vzorku by měl být relativně rovný a neměl by vykazovat znaky deformace (např. mechanickou přípravou), protože by docházelo k narušení signálu vystupujícího z nakloněného vzorku [28].

Výsledkem EBSD jsou krystalografické mapy označené různými barvami. K určité orientaci zrna je přiřazena jednotlivá barva, která udává informace o orientaci a rozmístění hranic zrn. Dále lze z EBSD analýzy vyčíst podíl jednotlivých fází vyskytujících se v mikrostruktuře. Kvalita výsledného EBSD difraktogramu je ovlivněna především parametry elektronového svazku a snímání, a to např. urychlovacím napětím, hodnotou proudu, časem snímání nebo kvalitou vakua. Pro každý vzorek je proto vhodné hledat optimální parametry.



Obr. 20 Elektrolytická leštička Struers LectroPol-5

### Difraktometr AXS Bruker D8 Discover

Rentgenová difrakční fázová analýza byla provedena za použití automatického práškového difraktometru (AXS Bruker D8 Discover). Jedná se o difraktometr s plošným pozičně citlivým detektorem HI-STAR s kobaltovou rentgenovou lampou ( $\lambda_{K\alpha} = 0,1790307$  nm). Přístroj je dále vybaven polykapilárou, která fokusuje primární svazek na kruhovou stopu o průměru 0,5 mm.

RTG difrakční fázová analýza byla provedena na metalografickém výbrusu tištěného, žíhaného a vytvrzeného stavu aditivně zpracované a konvenční maraging oceli ve výzkumném centru Nové technologie (NTC) Plzeň. Měření byla provedena ve středu metalografických výbrusů v intervalu difrakčních úhlů  $2\theta \div 110^\circ$ .

## 9.4 Metodika přípravy vzorků pro konvenční a aditivně zpracovanou maraging ocel

### 9.4.1 Příprava vzorků pro konvenční maraging ocel

Na všech experimentálních vzorcích, ať už bez tepelného zpracování (základní stav) či s tepelným zpracováním (žíhání, vytvrzení) tvaru válce o rozměrech 40 x 20 mm, byly za pomoci metalografické pily Struers Secotom 50 (obr. č. 12) zhotoveny příčné řezy. Po rozřezu byly vzorky zalaty za tepla (při teplotě 180 °C) do vodivé hmoty MultiFast v zalévacím lisu (obr. č. 13). Vybroušení probíhalo na brusce/leštičce (obr. č. 14) na SiC brusných kotoučích o velikosti zrna 800 – 2000  $\mu\text{m}/2 - 3$  min. Vyleštěny byly za pomoci diamantových suspenzí na leštících kotoučích o zrnitosti 9 – 1  $\mu\text{m}/2$  min s následným oplachem v ethanolu a důkladným osušením. Následně byla vyvolána mikrostruktura za pomoci leptadla Adler (u základního stavu) a Lučavky (v poměru  $\text{H}_2\text{O}:\text{HNO}_3:\text{HCl} = 6:1:3$ ) u žíhaného a vytvrzeného stavu. Pozorování výsledných mikrostruktur proběhlo při různých zvětšeních na světelném mikroskopu Olympus BX61 (obr. č. 16) a Zeiss Axio Lab. A1 (obr. č. 15) a rádkovacím elektronovém mikroskopu CrossBeam 340 Zeiss (obr. č. 19).

Pro přípravu základního stavu vzorku konvenční maraging oceli pro EBSD analýzu byla použita elektrolytická leštička Struers LectroPol-5. Na EBSD analýzu byl vzorek připraven v počáteční fázi standardní mechanickou přípravou: broušení na SiC brusném kotouči o zrnitosti 2000  $\mu\text{m}/1$  min s následným leštěním na leštících kotoučích o zrnitosti 9 – 1  $\mu\text{m}/2$  min. Následně byl vzorek doleštěn chemicko-mechanickou cestou za použití koloidního roztoku  $\text{SiO}_2$ . V druhé fázi přípravy byl zvolen vhodný elektrolyt a parametry pro následné elektrolytické leštění na elektrolytické leštičce (obr. č. 20). Elektrolyt

obsahoval směs: 500 ml ethanolu, 25 ml 60 % HClO<sub>4</sub> a 7,5 ml HNO<sub>3</sub>. Parametry leštění sestávaly z: napětí 31 V, průtok elektrolytu (Flow rate) 14, čas leštění 10 s a teplota elektrolytu 22 °C. Po vyjmutí vzorku z elektrolytické leštičky byl vzorek omyt v ethanolu, důkladně osušen a vložen do komory SEM pro následnou EBSD analýzu. V poslední fázi byly zvoleny parametry pro EBSD analýzu na řádkovacím elektronovém mikroskopu. Parametry sestávaly z: urychlovacího napětí 20 kV, proudu 3,5 nA a vzdálenosti 9,5 mm. Oblast zájmu byla vybrána náhodně o rozměrech 10 x 4 μm, s krokem 0,0592 μm a přibližným časem snímání 1 hod. Vzorek byl nakloněn pod úhlem 70 °.

Na výbrusech všech tří experimentálních stavů byla měřena mikrotvrdoost dle Vickerse HV 0,1 na mikrotvrdoměru UHL VMHT (obr. č. 17). Provedeny byly tři zkušební vtisky vždy ze středu všech vzorků.

#### **9.4.2 Příprava vzorků aditivně zpracované maraging oceli**

Na vzorcích tvaru válce se stejnými rozměry, parametry a za pomoci stejných metalografických přístrojů, jako u konvenčních vzorků byly zhotoveny 2 řezy – podélný a příčný.

Po rozřezu byly vzorky zality opět za tepla (při teplotě 180 °C) do vodivé hmoty MultiFast v zalévacím lisu. Vybroušeny byly taktéž na brusce/leštičce na SiC brusných kotoučích o velikosti zrna 800 – 2000 μm/2 – 3 min. Vyleštěny byly za pomoci diamantových suspenzí na leštících kotoučích o zrnitosti 9 – 1 μm/2 min s následným oplachem v ethanolu a důkladným osušením. Následně byla vyvolána mikrostruktura za pomoci 3 % Nitalu. Pozorování mikrostruktur proběhlo při různých zvětšeních na světelném mikroskopu Olympus BX61 a řádkovacím elektronovém mikroskopu CrossBeam 340 Zeiss. V případě zachycení částic byla provedena chemická mikroanalýza z různých oblastí metalografických výbrusů vzorků za pomoci EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) detektoru na řádkovacím elektronovém mikroskopu.

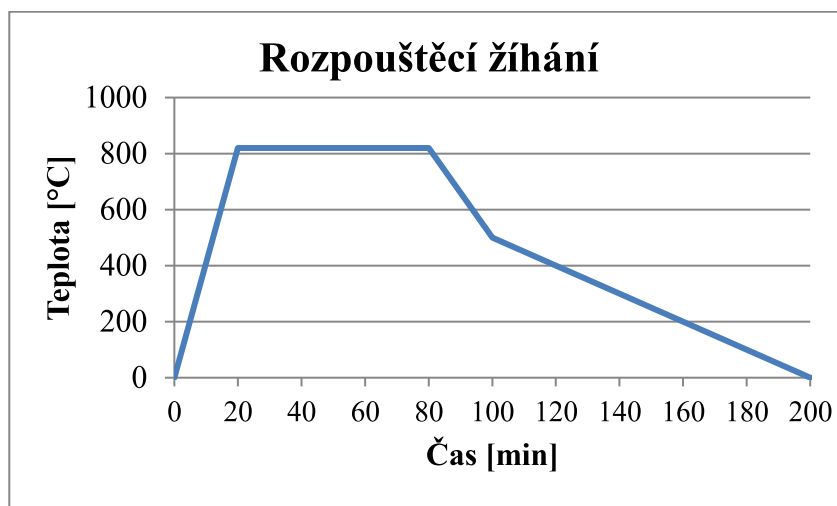
Experimentální vzorky na EBSD analýzu byly připraveny stejným způsobem a parametry, jako u konvenční maraging oceli.

Mikrotvrdoost dle Vickerse HV 0,1 byla provedena na vzorcích jak bez tepelného, tak i s tepelným zpracováním, a to příčného i podélného řezu. Na každém vzorku byly provedeny tři zkušební vtisky.

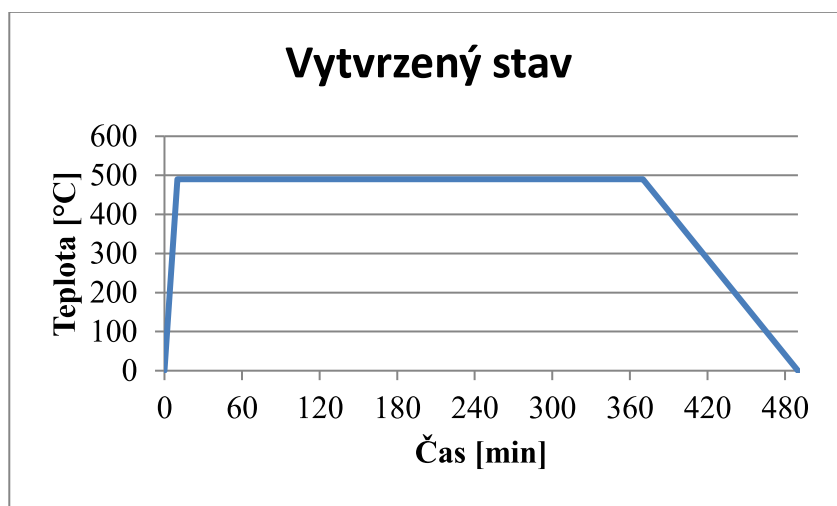
### **9.5 Tepelné zpracování**

V této práci byly pro konvenční a aditivně zpracované vzorky maraging oceli zvoleny dva režimy tepelného zpracování. Jak již bylo zmíněno v kapitole 8.1, prvním způsobem tepelného zpracování bylo žíhání s teplotou austenitizace 820 °C (v ochranné atmosféře argonu) a prodlevou 20 minut. Poté následovalo prudké ochlazení na teplotu pod 500 °C (graf č. 1). Výsledný materiál byl chlazen v peci na pokojovou teplotu. Druhým způsobem tepelného zpracování bylo precipitační vytvrzení s teplotou ohřevu 490 °C (v ochranné atmosféře argonu) a prodlevou 6 hodin, poté následovalo pozvolné chlazení v peci opět na pokojovou teplotu (graf č. 2).





Graf 1 Postup tepelného zpracování – žíhání (rozpouštěcí žíhání)



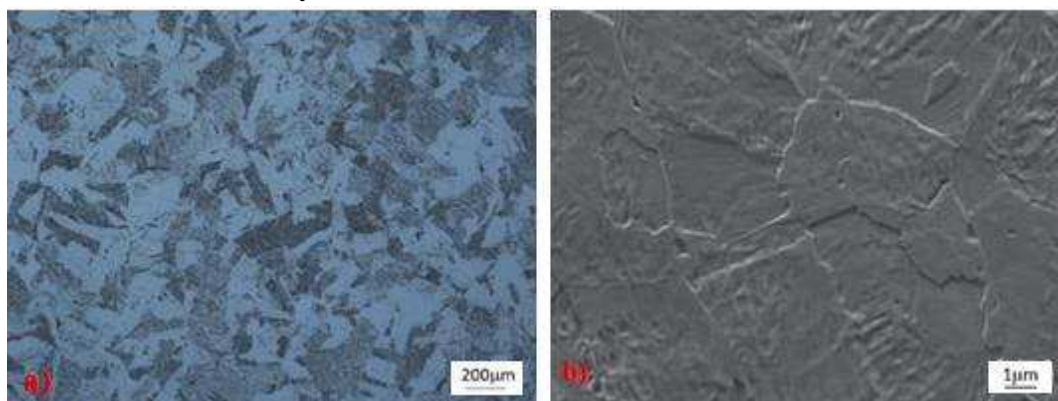
Graf 2 Postup tepelného zpracování – vytvrzený stav

## 9.6 Konvenční maraging ocel (Vaco 180)

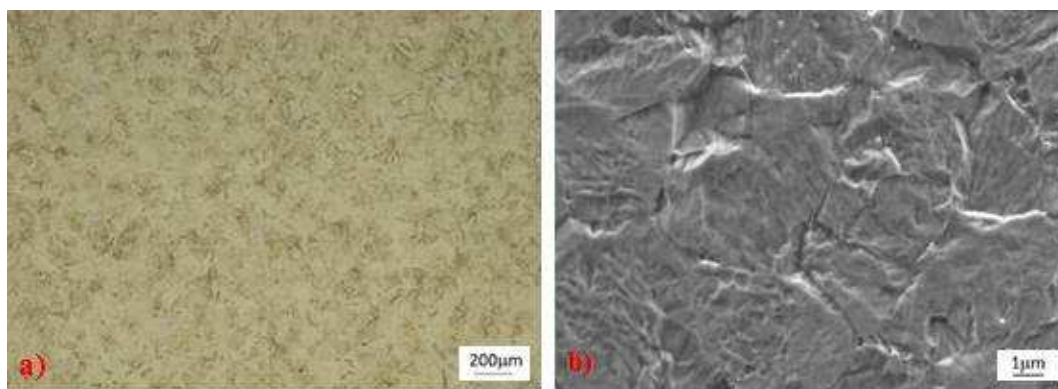
Prvním zkoumaným experimentálním materiálem byly vzorky konvenční maraging oceli. Jak již bylo zmíněno v kapitole 9.1, ocel je možné získat i jako konvenčně vyráběnou ocel pod obchodním označením Vaco 180 od firmy Bohdan Bolzano s.r.o. Konvenční ocel je dodávána od výrobce ve formě tyčí ve vyžíhaném stavu. Jedná se o vysoce-pevnou, martenziticky vytvrditelnou ocel, která dosahuje optimální kombinace, a to vysoké pevnosti v tahu a houževnatosti. Typické oblasti použití jsou např. zápustky pro tváření za studena, jádra či formy pro tlakové lití pro slitiny těžkých i lehkých nezelezných kovů [38].

V této práci byly zkoumány celkem tři experimentální stavy konvenční maraging oceli. První zkoumaný stav byl bez tepelného zpracování – základní stav (dodaný přímo od výrobce). Další dva experimentální stavy byly vzorky již s tepelným zpracováním, a to v žíhaném a vytvrzeném stavu.

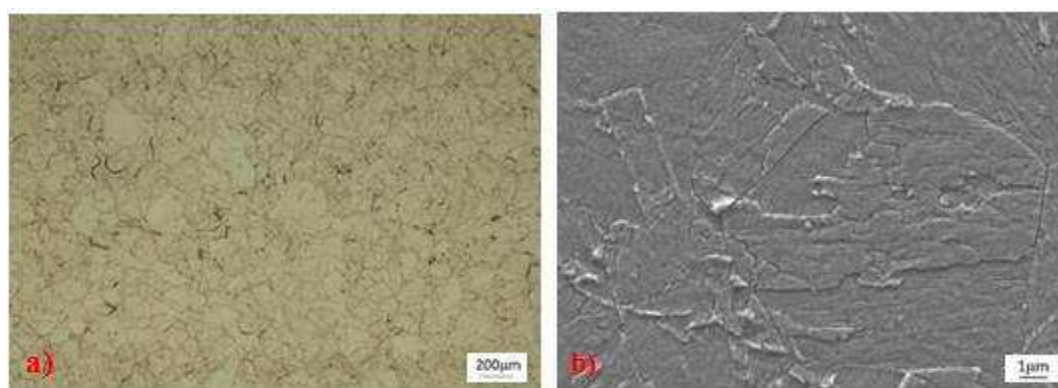
### 9.6.1 Mikrostrukturní analýza



Obr. 21 Mikrostruktury základního stavu konvenční maraging oceli v příčném řezu: a) světelná mikroskopie, použité leptadlo Adler; b) řádkovací elektronová mikroskopie, použité leptadlo Adler



Obr. 22 Mikrostruktury žíhaného stavu konvenční maraging oceli v příčném řezu: a) světelná mikroskopie, použité leptadlo Lučavka; b) řádkovací elektronová mikroskopie, použité leptadlo Lučavka



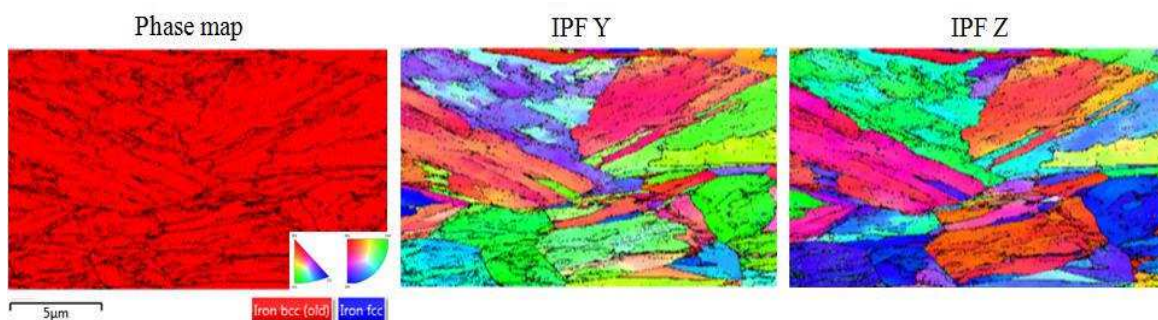
Obr. 23 Výsledné mikrostruktury vytvrzeného stavu konvenční maraging oceli v příčném řezu: a) světelná mikroskopie, použité leptadlo Lučavka; b) řádkovací elektronová mikroskopie, použité leptadlo Lučavka

U všech třech stavů byla pozorována martenzitická mikrostruktura, která je typická pro konvenční maraging oceli. Obrázky č. 21 – 23 zachycují světelnou a řádkovací elektronovou mikroskopii konvenčně zpracované maraging oceli z různých stavů zpracování. Základní stav sestával z jedno-fázové martenzitické mikrostruktury, jak je dokumentováno světelnou a řádkovací elektronovou mikroskopií na obr. č. 21 a), b). Na obr.

č. 22 a), b) – 23 a), b) jsou zachyceny detailní mikrostruktury žíhaného a vytvrzeného stavu, které sestávaly taktéž z martenzitické mikrostruktury s poměrně hrubými laťkami. Globulární částice nebyly pozorovány v žádném z experimentálních stavů.

### 9.6.2 EBSD analýza

EBSD analýza byla provedena pouze na základním stavu konvenční maraging oceli. Z výsledku EBSD analýzy lze usoudit, že v materiálu je majoritně zastoupená kubická prostorově středěná mřížka (BCC) s minoritním zastoupením kubické plošně středěné mřížky (FCC). Modré oblasti značí zbytkový austenit, jehož hodnota se pohybovala okolo 1 % (obr. č. 24). Na všech třech stavech (základní, žíhaný a vytvrzený stav) konvenční oceli byla provedena i RTG difrakční fázová analýza. V případě základního stavu bylo naměřeno okolo 1 % zbytkového austenitu, u žíhaného stavu nebyl detekován zbytkový austenit a v případě stavu vytvrzeného se pohybovalo naměřené množství zbytkového austenitu okolo 8 %.



Obr. 24 EBSD analýza základní stavu konvenční maraging oceli zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostrukturu

### 9.6.3 Měření tvrdosti

Výsledné hodnoty z měření byly shrnuty do tab. č. 5. Průměrná hodnota mikrotvrdosti byla pro: základní stav 330 HV 0,1, žíhaný stav 342 HV 0,1 a vytvrzený stav 596 HV 0,1.

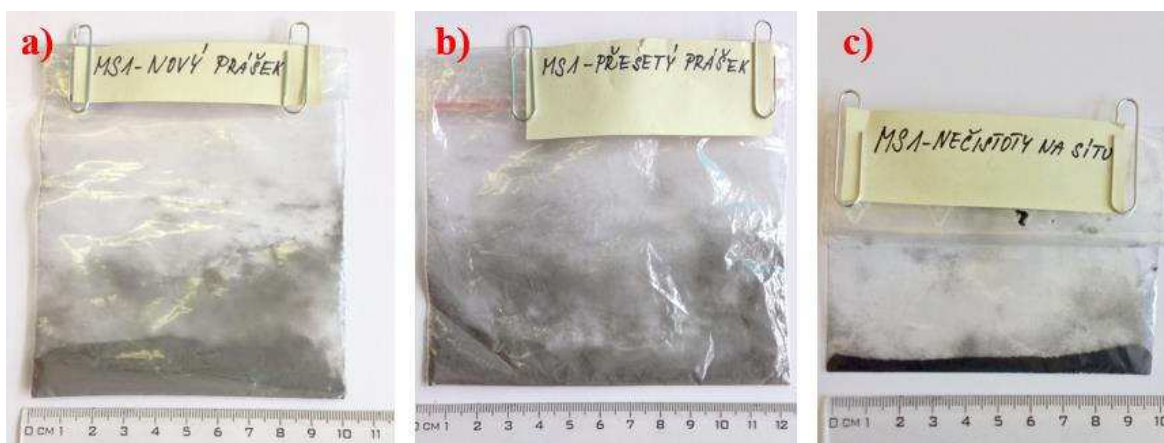
	1. vtisk HV 0,1	2. vtisk HV 0,1	3. vtisk HV 0,1	Průměrné hodnoty
<b>Základní stav</b>	330	328	331	330 HV 0,1
<b>Žíhaný stav</b>	344	342	341	342 HV 0,1
<b>Vytvrzený stav</b>	591	603	593	596 HV 0,1

Tab. 5 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti experimentálních stavů konvenční maraging oceli

## 9.7 Experimentální materiál – volný prášek

Zkoumány byly tři druhy 3D prášků (obr. č. 25) ze stejného materiálu, a to z nástrojové martenziticky vytvrditelné oceli s cílem dokumentace tvaru nebo rozložení velikosti prášku. Označení prášků:

- *Nový prášek* – nový nepoužitý prášek odebraný z barelu,
- *Přesetý prášek* – prášek nasypáný do komory tiskárny, který se při procesu DMLS nespekl,
- *Nečistoty na sítu* – odpadní prášek, který po procesu přesetí zůstal na sítu.

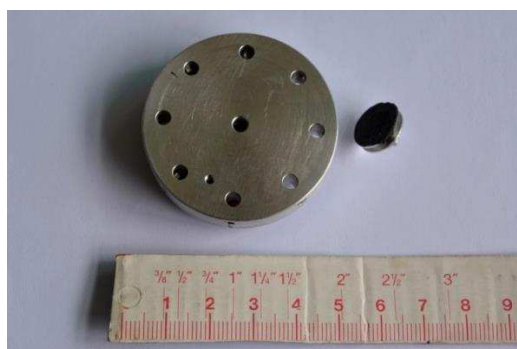


Obr. 25 Označení experimentálních prášků: a) Nový prášek; b) Přesetý prášek; c) Nečistoty na sítu

Z každého druhu prášku byla nejprve provedena řádkovací elektronová mikroskopie volného prášku při různých zvětšeních se zaměřením na sledování tvaru, velikosti zrn a jejich povrchové struktury. Světelná mikroskopie nebyla k analýze použita z důvodu nedostatečné hloubky ostrosti.

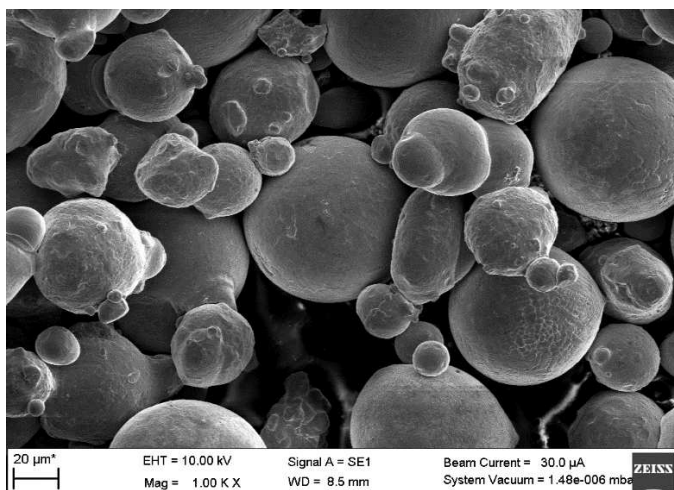
#### 9.7.1 Příprava volného prášku

Malé množství prášku bylo rozsypano na standardní stub (terčik) pro SEM o průměru 12 mm, na který se nalepí elektricky vodivá uhlíková páska. Za pomoci této pásky dojde k uchycení částic prášku a nedochází tak k jejich rozptýlu v komoře mikroskopu a k zanášení filtrů. Před vložením vzorku do komory mikroskopu je nutné provést „ofouknutí“, aby se odstranily částice, které nejsou dostatečně k pásce přilepeny. Po přípravě je terčik s experimentálním práškem upevněn do stolku mikroskopu (obr. č. 26) s následnou analýzou v komoře řádkovacího elektronového mikroskopu EVO MA25 Zeiss (obr. č. 18).

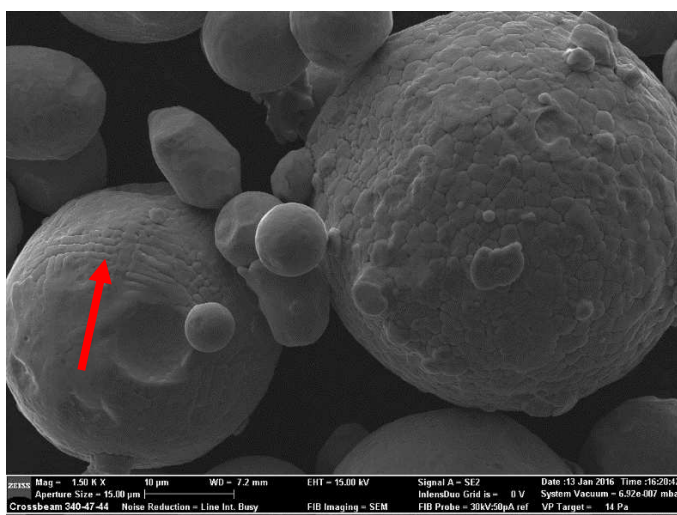


Obr. 26 Snímek stolku mikroskopu, zprava – stub (terčik)

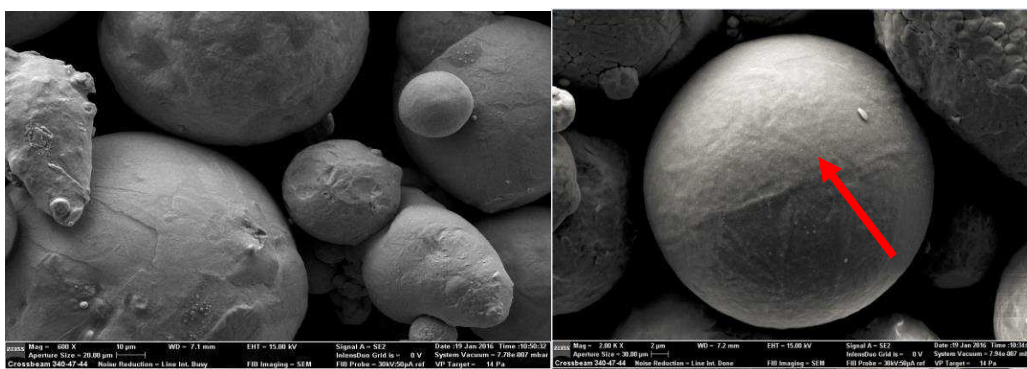
### 9.7.2 Mikrostrukturní analýza volného prášku



Obr. 27 Nový prášek oceli MSI, SEM



Obr. 28 Přesetý prášek oceli MSI, SEM



Obr. 29 Nečistoty na sítu oceli MSI, SEM

Na základě snímků pořízených ze SEM (obr. č. 27 – 29) lze konstatovat, že většina částic má kulový tvar. Některé částice mohou být k sobě „přilepeny“, což lze pozorovat jak u malých, tak velkých částic. Příčina je pravděpodobně během výrobního procesu, kdy se částice prášku nestihnou před ztuhnutím rozdělit, což má za následek různé podoby částic prášku, např. od dvou k sobě „přilepených“, až přes protáhlý tvar zrn. V pořízených snímcích

jsou patrné i menší kulové částice „přilepené“ na větší, které jsou nazývány satelity [34]. Na obr. č. 29 (viz červená šipka) je možné pozorovat na povrchu prášku obálku (skořápku). Z detailnějšího pozorování částic z povrchu je patrná i tzv. dendritická struktura (červená šipka, obr. č. 28).

Na první pohled nebyl pozorován rozdíl mezi všemi třemi zkoumanými prášky. Na prášku přisetém a nečistotách na sítu byla pozorována zrna prášku s velmi hladkým povrchem (červená šipka, obr. č. 29). Důvodem zmiňovaného hladkého povrchu může být to, že dendrity nedorostou až k povrchu zrn prášku, na kterém se utvořila obálka. Jednalo se o částice prášku, které se v původním prášku nevyskytovaly. Průměr těchto hladkých částic by větší oproti původnímu prášku a výskyt ojedinělý.

### 9.7.3 Velikost zrna volného prášku

Tvar a velikost zrn prášku je dán zejména jeho výrobou. Výrobce udává, že distribuční rozdělení velikosti prášku je dle Gausse a 90 % zrn prášku by mělo mít velikost cca 50  $\mu\text{m}$ . O zbývajících 10 % udává, že obsahuje zrna prášku o velikosti 10 – 50  $\mu\text{m}$ . Dále udává, že tvar částic prášku by měl být sférický, a to kvůli jeho dobré zabíhavosti (tekutosti) [15, 16].

Zrna všech zkoumaných prášků byla dokumentována na řádkovacím elektronovém mikroskopu a následně hodnocena. Hodnocení velikosti zrna bylo provedeno ze zhotovených snímků při zvětšení 500x, vždy z 250 hodnot s využitím SW „Zrno“ vyvinutém v rámci RTI. Z těchto hodnot pak byla pro každý zkoumaný prášek vypočítána průměrná velikost zrna prášku. Tab. č. 6 ukazuje zastoupení velikosti zrn zkoumaných prášků. Průměrná velikost zrna na *Novém prášku* byla 24, 8  $\mu\text{m}$ , na *Přisetém prášku*: 18, 1  $\mu\text{m}$  a na *Nečistotách na sítu*: 50,1  $\mu\text{m}$ . Dále byla měřena a zkoumána velikost zrn prášku s rozdílem jednoho roku, a to na dvou vybraných prášcích: *Nový prášek* a *Nečistoty na sítu*. Výsledky jsou patrné opět z tab. č. 6. Z nich lze shrnout, že velikosti zrn se od sebe významně neliší.

	Rozptyl velikostí			
	První zkoumání		Po roce zkoumání	
	[ $\mu\text{m}$ ]	[%]	[ $\mu\text{m}$ ]	[%]
Nový prášek	0 - 10	0,5	0 - 10	0,6
	10 - 20	20,5	10 - 20	20,6
	20 - 30	59	20 - 30	57
	30 - 40	18	30 - 40	18
	40 - 50	2	40 - 50	1
	50 - 60	1	50 - 60	0
Přesetý prášek	0 - 10	14	-	-
	10 - 20	61	-	-
	20 - 30	19	-	-
	30 - 40	4	-	-
	40 - 50	22	-	-
	50 - 60	0	-	-
Nečistoty na sítu	0 - 10	0	0 - 10	0
	10 - 20	2	10 - 20	1
	20 - 30	16	20 - 30	16
	30 - 40	26	30 - 40	25
	40 - 50	18	40 - 50	16
	50 - 60	7	50 - 60	10
	60 - 70	6	60 - 70	9
	70 - 80	8	70 - 80	8
	80 - 90	10	80 - 90	7
	90 - 100	6	90 - 100	7
	100 - 110	1	nad 100	7

Tab. 6 Rozptyl velikostí zrna prášku: Nový prášek – po roce zkoumání; Přesetý prášek; Nečistoty na sítu – po roce zkoumání

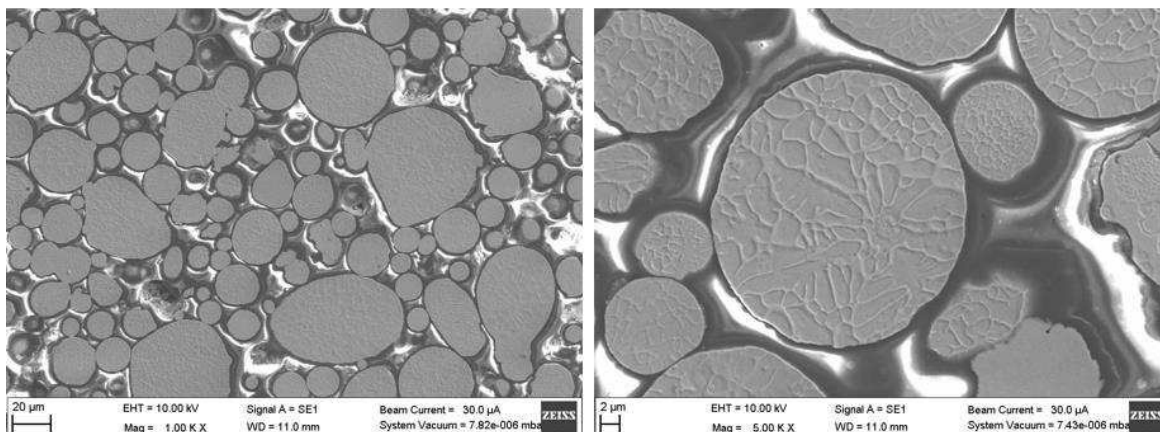
#### 9.7.4 Příprava metalografického výbrusu prášku

Metalografická příprava zrn prášku se lišila od pozorování volného prášku tím, že ze zrn prášku byl proveden metalografický výbrus standardní metalografickou cestou. Metalografický výbrus byl proveden na *Novém prášku*. Pro analýzu mikrostruktury a následné zkoumání byl vzorek prášku naleptán do 3 % Nitalu (roztok kyseliny dusičné v methylalkoholu).

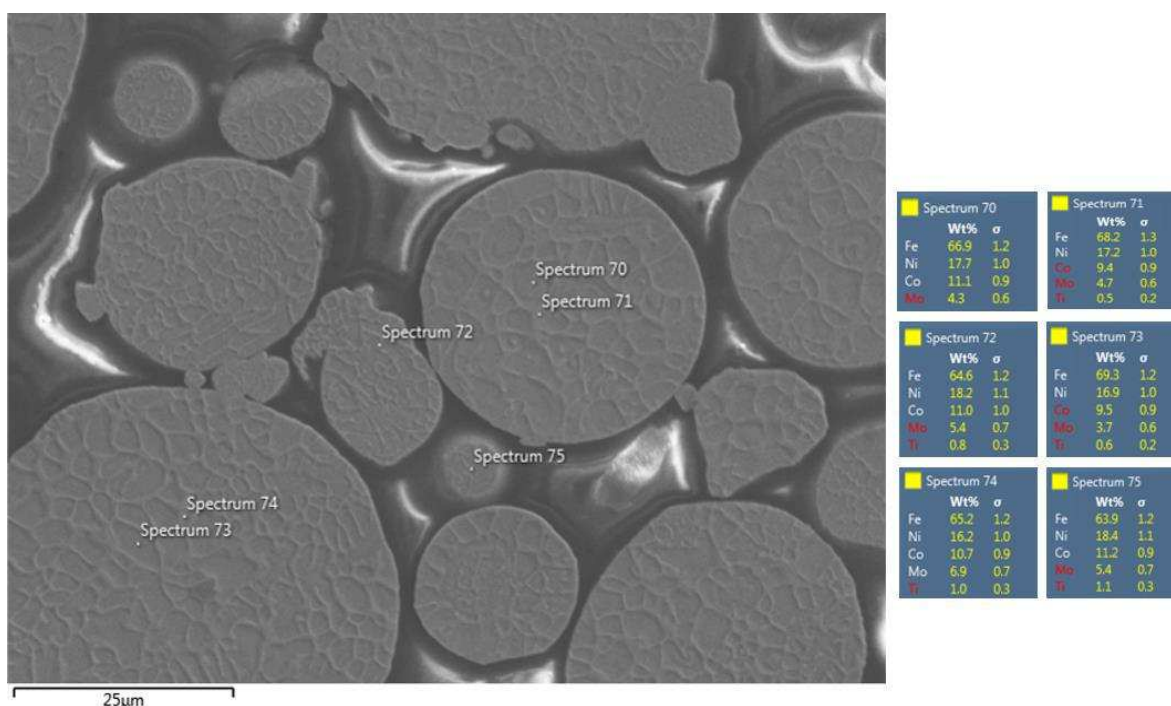
Na obrázku č. 30 je patrné, že na metalografickém výbrusu lze pozorovat buněčnou/dendritickou mikrostrukturu, která vznikla krystalizací. Vznikající osy dendritů rostou ve směru teplotního gradientu (proti směru odvodu tepla). Tato dendritická mikrostruktura tak tvoří povrch částic prášku.

Bodová chemická mikroanalýza byla provedena z různých oblastí metalografického výbrusu prášku, a to především uvnitř (obr. č. 31, spektrum 70, 73) a na hranicích buněk

(obr. č. 31, spektrum 71, 74). Z ní je patrné, že na hranicích buněk (obr. č. 31, spektrum 71, 74) bylo zjištěno větší množství Ti a Mo, než v matici.



Obr. 30 Mikrostruktury zkoumaného Nového prášku v naleptaném stavu, SEM



Obr. 31 Bodová chemická analýza z různých částí mikrostruktur z metalografického výbrusu zkoumaného prášku, SEM

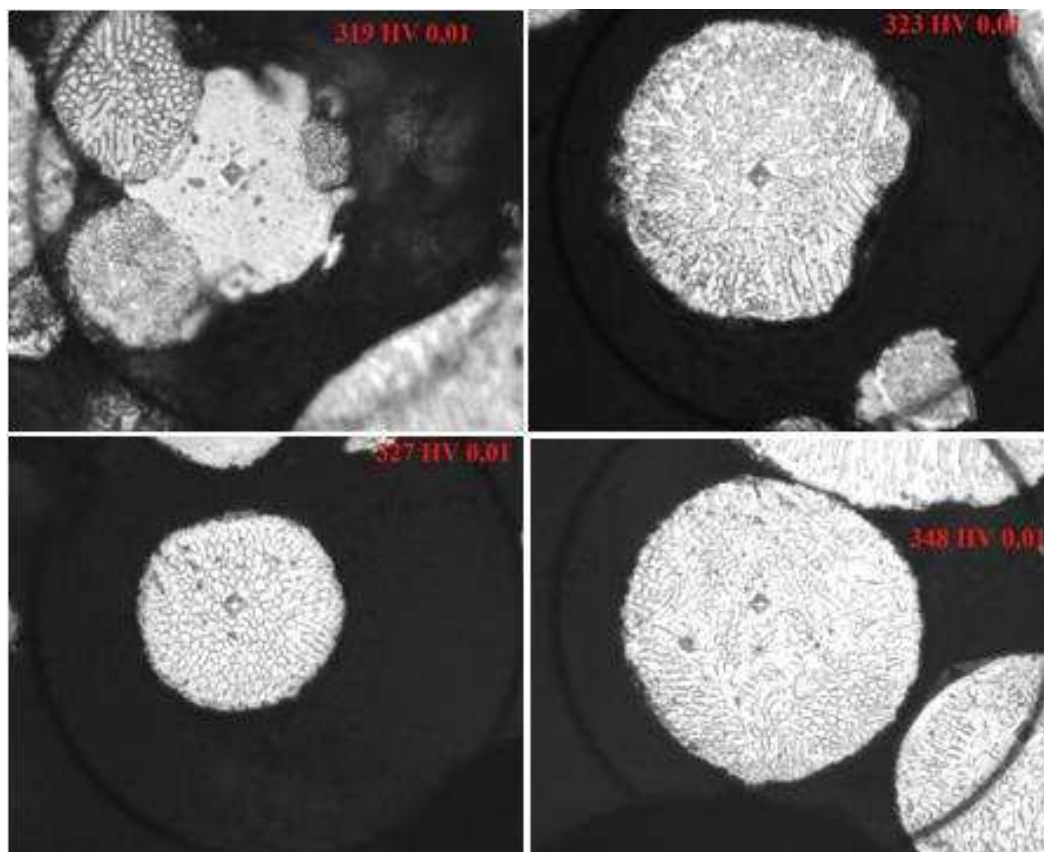
### 9.7.5 Měření tvrdosti

Na metalografickém výbrusu byla měřena mikrotvrdost dle Vickerse HV 0,01. Provedeny byly čtyři zkušební vtisky na náhodně vybraných zrnech prášku (obr. č. 32). Průměrná hodnota mikrotvrdosti byla  $329 \pm 20$  HV 0,01 (tab. č. 7).



Zkušební vtisk	Měření mikrotvrdomosti HV 0,01
1. vtisk	319 HV 0,01
2. vtisk	323 HV 0,01
3. vtisk	327 HV 0,01
4. vtisk	348 HV 0,01
Průměrná hodnota	329 HV 0, 01

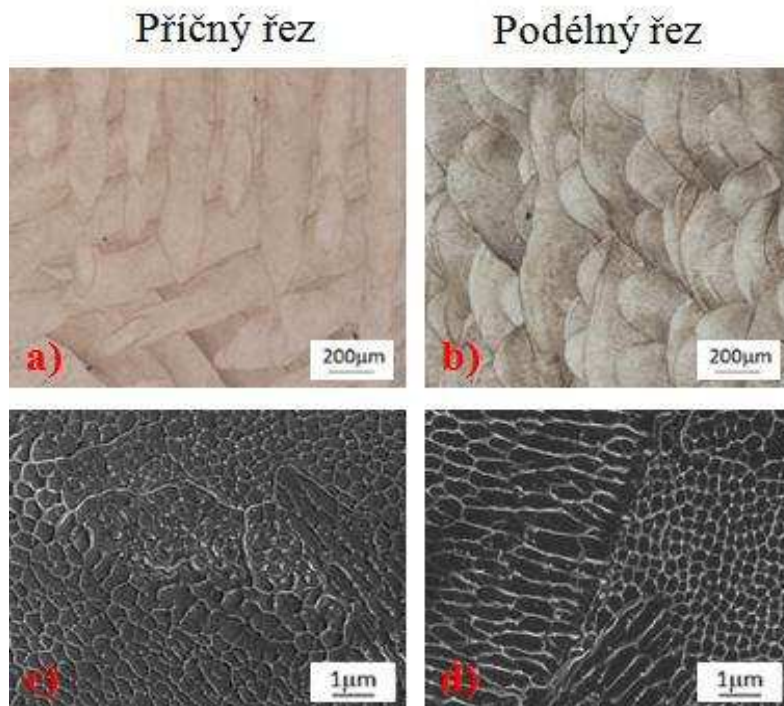
Tab. 7 Výsledné hodnoty mikrotvrdomosti dle Vickerse HV 0,01 metalografického výbrusu prášku



Obr. 32 Snímky zrn prášku s naměřenou mikrotvrdomostí dle Vickerse HV 0,01

## 9.8 Aditivně zpracovaná maraging ocel – tištěný stav

### 9.8.1 Mikrostrukturní analýza

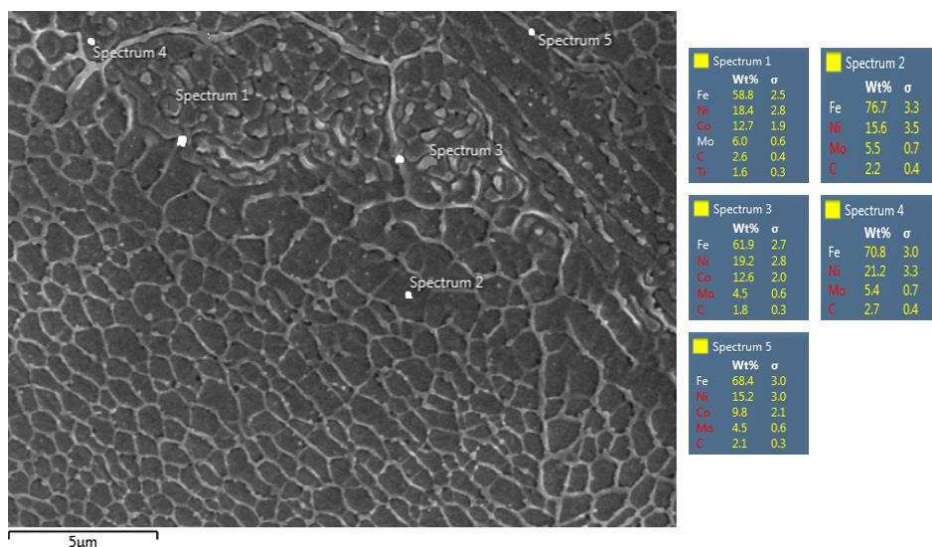


Obr. 33 Mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli – tištěný stav: 33 a) a 33 c) příčný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie; 33 b) a 33 d) podélný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie

Obrázek č. 33 zachycuje mikrostrukturu tištěné oceli MS1 v příčném a podélném řezu. Je z nich patrné, že mikrostruktura byla v každém řezu mírně odlišná. Na vyleštěných výbrusech bylo pozorováno velmi málo pórů, celková pórovitost byla nižší než 1 %. Na příčném řezu obr. č. 33 a) lze pozorovat laserové dráhy křížící se pod úhlem 67°. Na podélném řezu obr. č. 33 b) jsou vidět stopy po laserovém paprsku (tzv. laserová stopa), kdy šířka jednotlivých stop byla různě velká a dosahovala max. 100  $\mu\text{m}$ . Mikrostruktury obou řezů se jevily pod světelným mikroskopem jako jemné a lamelární, avšak byly těžko rozpoznatelné.

Z obr. č. 33 c) a obr. č. 33 d) z řádkovací elektronové mikroskopie lze shrnout, že mikrostruktura tištěné oceli MS1 je tvořena buněčnou mikrostrukturou uvnitř „svarových housenek“. Mikrostruktura na obou řezech sestávala z tuhého roztoku, hranic buněk a jemných částic. Velikost a tvar buněk se lišily v různých oblastech vzorků a mezi těmito oblastmi se vyskytoval ostrý přechod. Dále lze pozorovat, že místy docházelo k epitaxnímu růstu (prorůstání) některých buněk do sousedních oblastí.

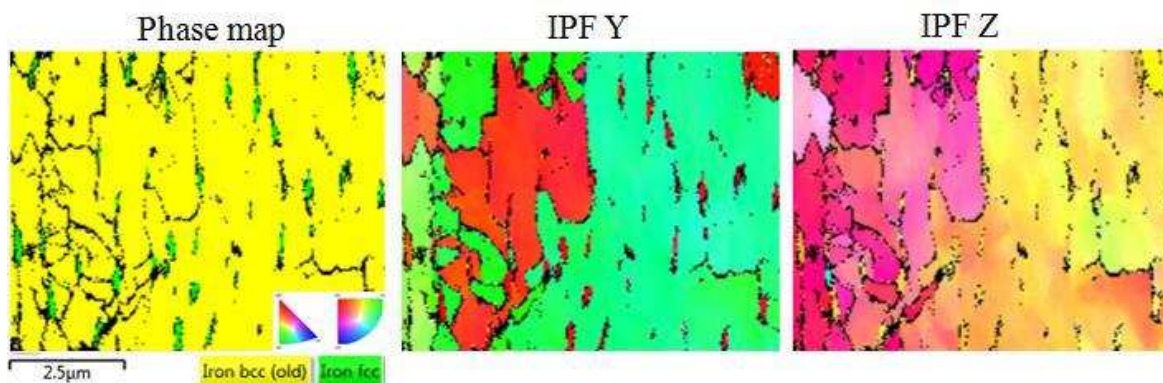
Následně byla provedena chemická mikroanalýza, konkrétně bodová, převážně na hranicích buněk na jemných částicích a uvnitř matrice. Hranice jednotlivých buněk byly bohatší na Co a Mo (viz obr. č. 34, spektrum 1, 3, 5), zatímco základní matrice sestávala převážně z Ni, Mo (viz obr. 34, spektrum 2 a 4).



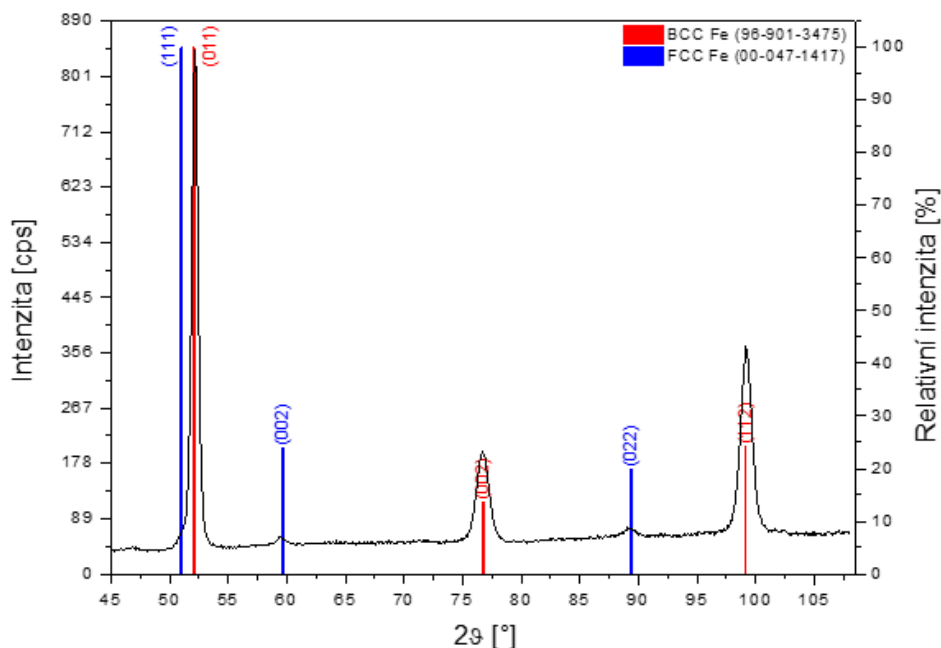
Obr. 34 Bodová chemická analýza tištěné oceli MSI, SEM

### 9.8.2 EBSD analýza

Příprava vzorku pro EBSD analýzu tištěného stavu byla srovnatelná s přípravou základního stavu konvenční maraging oceli. Z výsledku EBSD analýzy (obr. č. 35) lze usoudit, že v materiálu je majoritně zastoupená kubická prostorově středěná mřížka (BCC) s minoritním zastoupením kubické plošně středěné mřížky (FCC). Zelené oblasti (ve Phase map) značí zbytkový austenit, kterého bylo detekováno na hranicích buněk zhruba 2,27 %. Na obr. č. 36 je patrný difraktogram tištěného stavu s identifikovanými fázemi. RTG difrakční fázová analýza ukázala, že složení vzorku je tvořeno majoritním množstvím  $\alpha$ -Fe a 3,7 %  $\gamma$ -Fe fáze. Nižší množství austenitu detekované EBSD metodou může být způsobeno jeho přítomností na hranicích buněk, kde je celkově nejvyšší počet neindexovaných oblastí a také relativně malou hodnocenou oblastí. Podíly fází stanovené RTG analýzou lze proto považovat za přesnější avšak neposkytovaly nám žádnou informaci o distribuci zbytkového austenitu.



Obr. 35 EBSD analýza tištěného stavu zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře



Obr. 36 Difraktogram tištěného stavu s identifikovanými fázemi

### 9.8.3 Měření tvrdosti

Na obou experimentálních vzorcích příčného i podélného směru byla změřena mikrotvrdość dle Vickerse HV 0,1. Na každém vzorku byly provedeny tři zkušební vtisky. Tvrdost byla v obou řezech srovnatelná a dosahovala průměrné hodnoty 370 HV 0,1 (tab. č. 8).

	1. vtisk HV 0,1	2. vtisk HV 0,1	3. vtisk HV 0,1	Průměrné hodnoty
<b>Příčný řez</b>	364	373	370	369 HV 0,1
<b>Podélný řez</b>	365	377	372	371 HV 0,1

Tab. 8 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti dle Vickerse HV 0,1 tištěné oceli MS1

## 9.9 Aditivně zpracovaná maraging ocel – žíhaný stav

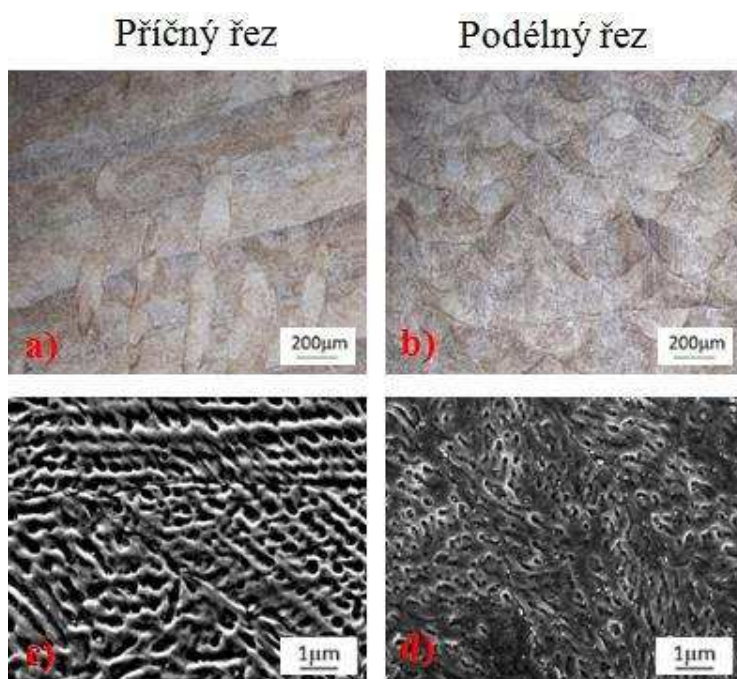
### 9.9.1 Tepelné zpracování

Druhým stavem aditivně zpracované maraging oceli je žíhaný stav. Postup tepelného zpracování byl stejný, jako u konvenčně zpracované oceli žíhaného stavu (graf č. 1). Ohřev probíhal na teplotu austenitizace 820 °C v ochranné atmosféře argonu s prodlevou 20 minut. Následovalo ochlazení opět v ochranné atmosféře argonu pod 500 °C. Závěrečné dochlazení vzorků probíhalo v laboratorní peci na pokojovou teplotu.

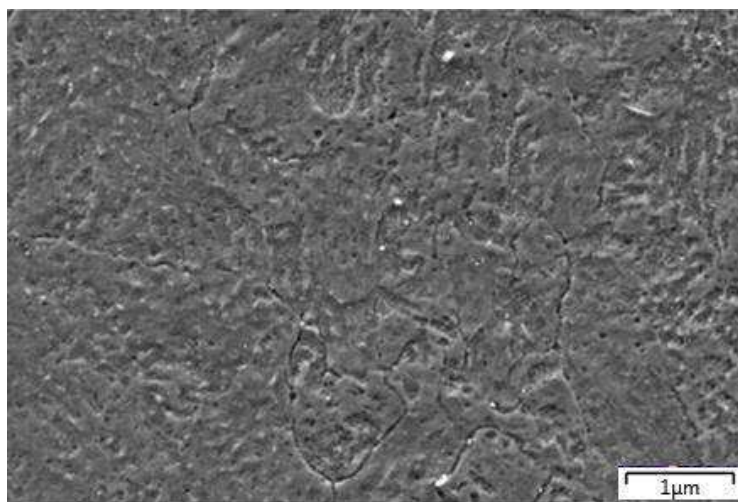
### 9.9.2 Mikrostrukturní analýza

Mikrostruktury analyzované světelnou mikroskopií z příčného obr. č. 37 a) a podélného řezu obr. č. 37 b) se velmi podobaly mikrostrukturám tištěného stavu. Z obou experimentálních řezů lze usoudit, že výsledné struktury jsou jemné, avšak pro detailnější poznání mikrostruktury je zapotřebí řádkovací elektronové mikroskopie. Detailní finální mikrostruktury žíhaných vzorků byly pořízeny na příčném, tak podélném výbrusu. Plynulo

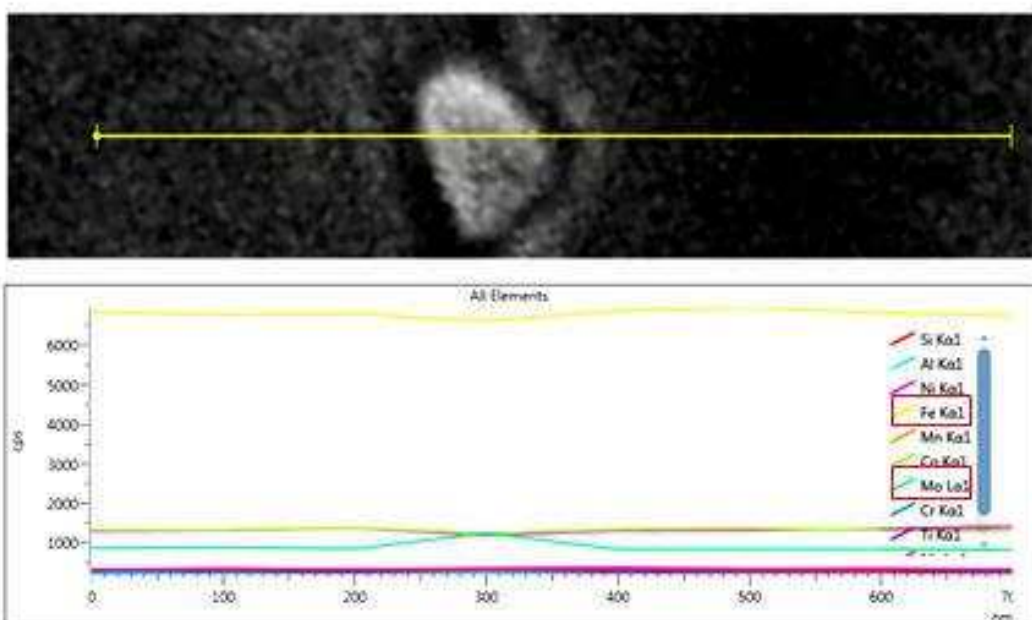
z nich, že 3% Nital selektivně odleptal matrici kolem částic, nebo jejich skupin (obr. č. 37 c) a obr. č. 37 d). Toto selektivní vyleptávání odhalilo velké množství globulárních částic různých velikostí uvnitř matrice. Obr. č. 38 zobrazuje vhodněji připravený výbrus výsledné mikrostruktury žíhaného stavu leptaného Lučavkou (poměr 6:1:3). Na rozdíl od 3 % Nitalu, matrice kolem částic selektivně napadena a bylo tak dosaženo lepšího vyhodnocení výsledné mikrostruktury. Na globulárních částicích byla provedena jak liniová (obr. č. 39), tak bodová (obr. č. 40) chemická analýza. Liniová analýza byla provedena na třech částicích, které obsahovaly větší procento Mo (obr. č. 39), avšak procento železa se snižovalo. Bodová chemická analýza byla měřená na náhodných částicích (obr. č. 40, spektrum 20, 23, 25, 26) a v matrici (obr. č. 40, spektrum 24, 27). Z těchto měření chemické mikroanalýzy bylo patrné, že matrice částice oproti matrici základní obsahuje vyšší množství Mo a některé další prvky - Ti nebo Al.



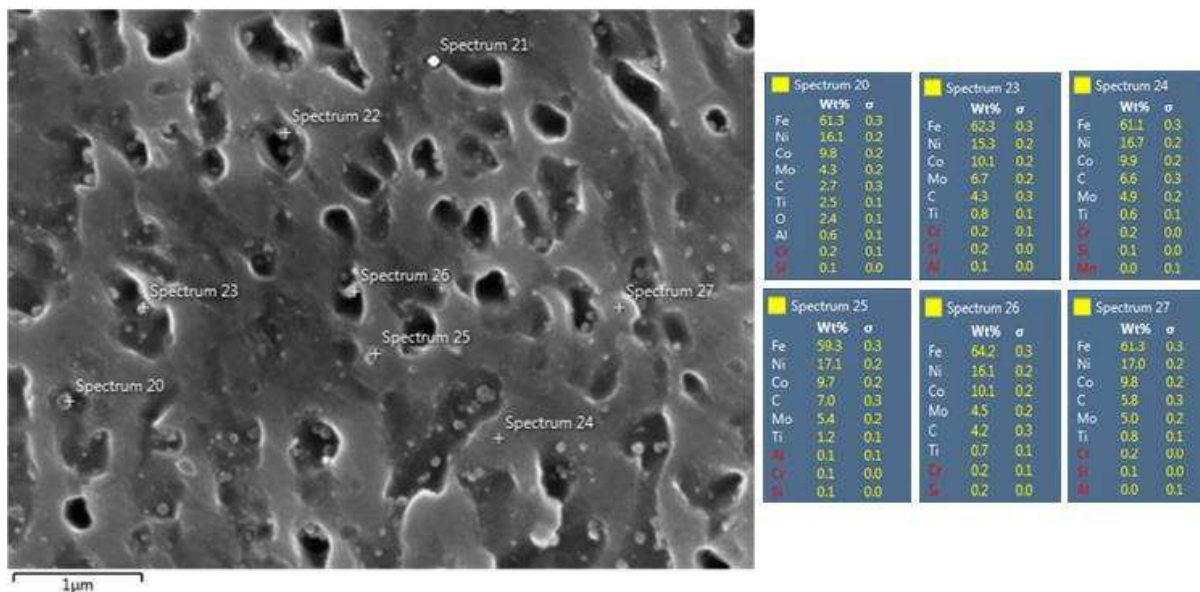
Obr. 37 Mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli – žíhaný stav: 37 a) a 37 c) příčný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie; 37 b) a 37 d) podélný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie



Obr. 38 Mikrostruktura aditivně zpracované oceli – žíhaný stav, leptáno Lučavkou, SEM



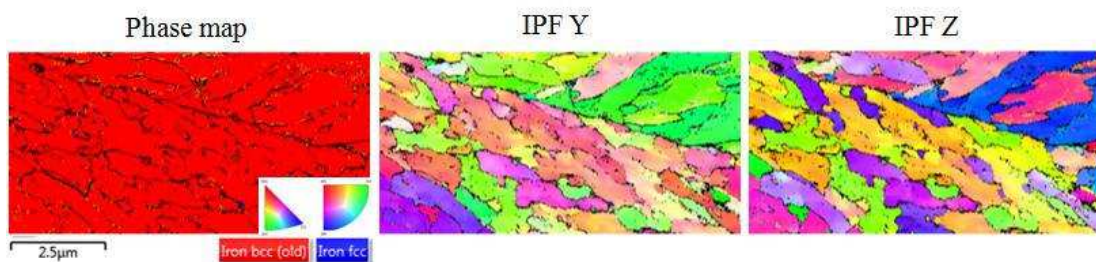
Obr. 39 Liniová chemická analýza částic žíhaného stavu, SEM



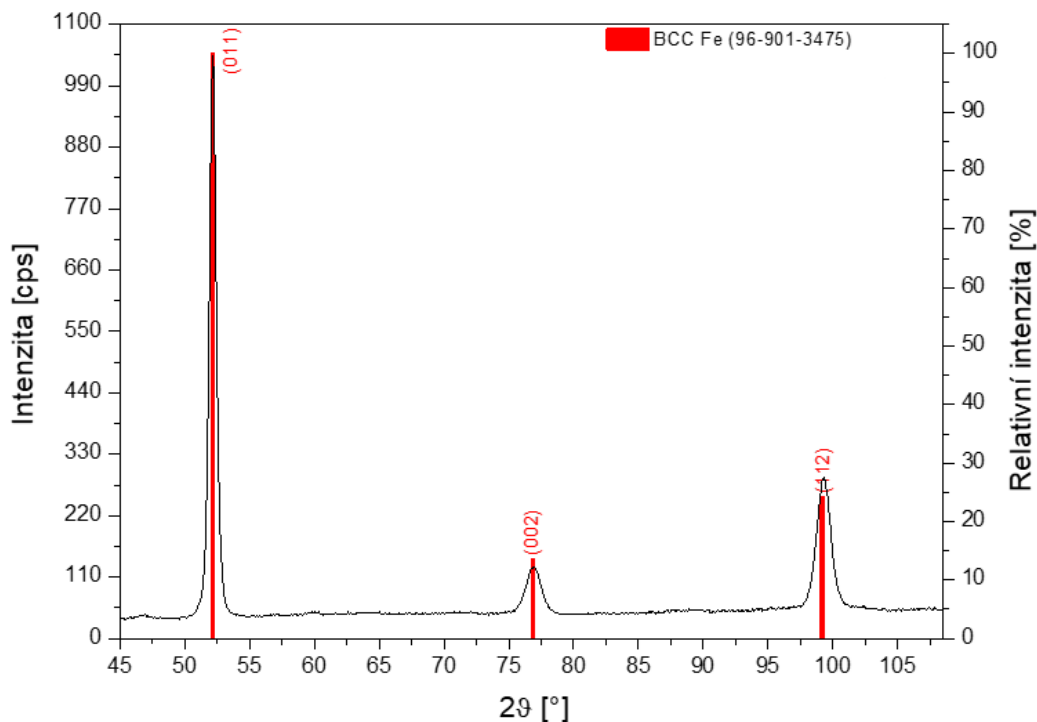
Obr. 40 Bodová chemická analýza částic žíhaného stavu, SEM

### 9.9.3 EBSD analýza

Příprava vzorku pro EBSD analýzu žíhaného stavu byla totožná s přípravou pro EBSD analýzu u předchozích vzorků. Z výsledku EBSD analýzy (obr. č. 41) lze usoudit, že v materiálu je majoritně zastoupená kubická prostorově středěná mřížka (BCC). Fázový podíl z RTG analýzy ukázal, že složení vzorku je tvořeno majoritním množstvím  $\alpha$ -Fe a neobsahoval žádné naměřené množství zbytkového austenitu. EBSD analýza byla porovnána s výsledky z RTG difrakce (obr. č. 42), ze které byla zjištěna přítomnost kubické prostorově centrované mřížky. Zbytkový austenit v tomto případě nebyl detekován.



Obr. 41 EBSD analýza žíhaného stavu zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře



Obr. 42 Difraktogram žíhaného stavu s identifikovanými fázemi

#### 9.9.4 Měření tvrdosti

Na každém řezu byly provedeny tři zkušební vtisky a změřena mikrotvrdość dle Vickerse HV 0,1. U žíhaných vzorků se výsledné hodnoty tvrdosti pohybovaly v průměru okolo 326 HV 0,1 (tab. č. 9).

	1. vtisk HV 0,1	2. vtisk HV 0,1	3. vtisk HV 0,1	Průměrné hodnoty
<b>Příčný řez</b>	318	329	335	327 HV 0,1
<b>Podélný řez</b>	320	331	322	324 HV 0,1

Tab. 9 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti dle Vickerse HV 0,1 žíhaného stavu

### 9.10 Aditivně zpracovaná maraging ocel – vytvrzený stav

#### 9.10.1 Tepelné zpracování

Postup tepelného zpracování pro vytvrzený stav byl stejný jako u konvenční maraging oceli u vytvrzeného stavu (graf č. 2). Tepelné zpracování probíhalo z rychlého ohřevu (cca 10 min) na teplotu ohřevu 490 °C v ochranné atmosféře argonu s prodlevou na této teplotě cca 6 hodin. Následně byl vzorek pozvolna ochlazen, opět v ochranné atmosféře argonu, v laboratorní peci na pokojovou teplotu.

#### 9.10.2 Mikrostrukturní analýza

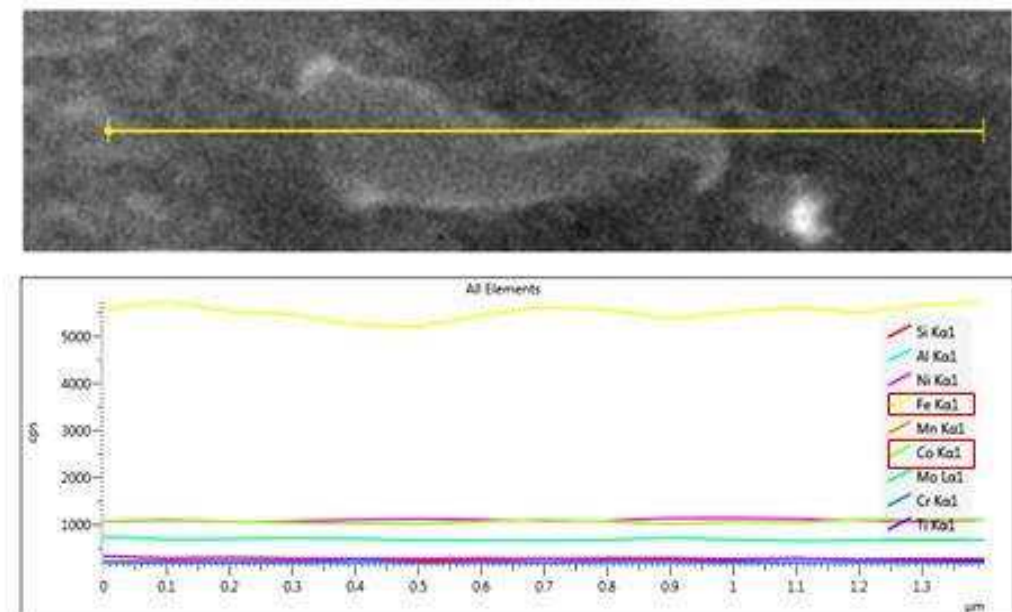
Finální mikrostruktura vytvrzeného stavu byla v každém řezu mírně odlišná (viz obr. č. 43). Mikrostruktury obou řezů byly jemné a těžko zhodnotitelné za použití světelného mikroskopu. Z mikrostruktur ze světelné mikroskopie byly patrné, jak z příčného, tak podélného řezu, laserové stopy, které byly taktéž pozorovatelné jak v tištěném, tak žíhaném



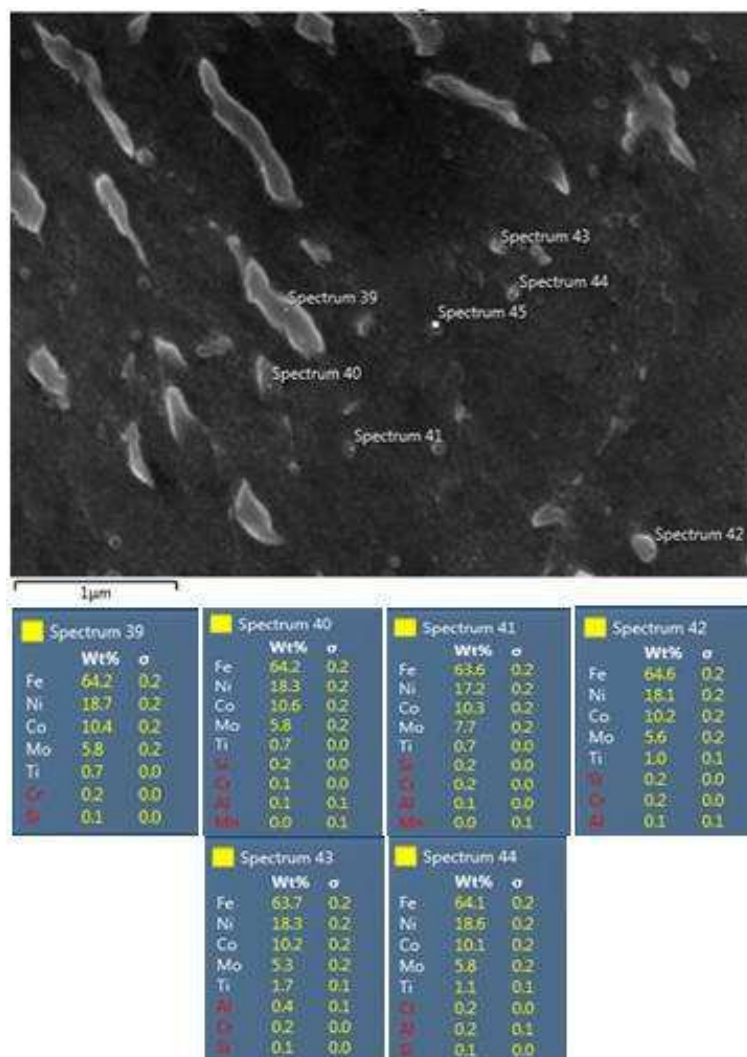
stavu. Na obr. č. 43 c) a obr. č. 43 d) jsou vyobrazené finální mikrostruktury z řádkovací elektronové mikroskopie vytvrzeného stavu. Z těchto obrázků je patrné, že původní buněčná mikrostruktura se částečně rozpadla. V matici byly také pozorovány rozptýlené podlouhlé ostrůvky (bílá barva), které zůstaly na předchozích buněčných hranicích. Na hrubších útvarech byla provedena jak liniová (obr. č. 44), tak bodová chemická analýza (obr. č. 45). Liniová chemická analýza byla provedena na třech hrubších útvarech, ve kterých byly zastoupeny vyšší obsahy Co a Ni. Bodová chemická analýza, měřená na náhodných částicích, ukázala z výsledných spekter (viz obr. č. 45) zvýšené obsahy Ti (spektrum 42-44) a Mo (spektrum 41).



Obr. 43 Mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli – vytvrzený stav: 43 a) a 43 c) příčný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie; 43 b) a 43 d) podélný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie



Obr. 44 Liniová chemická analýza částic vytvrzeného stavu, SEM

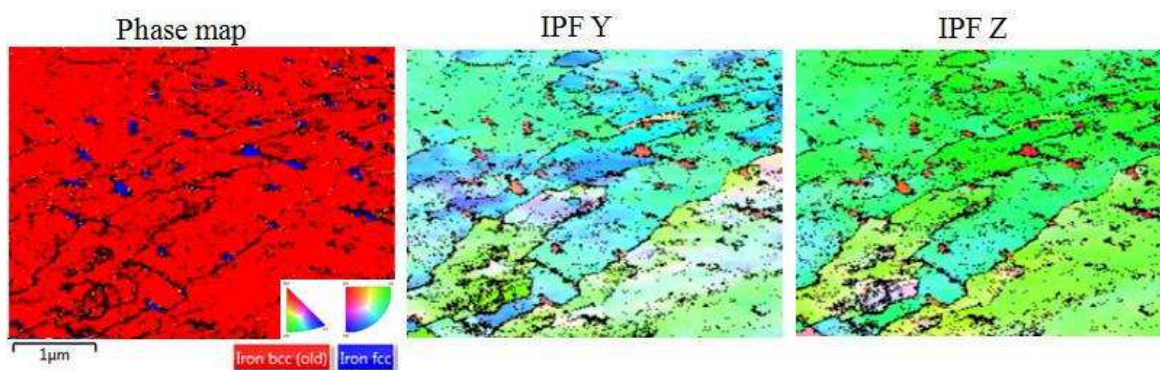


Obr. 45 Bodová chemická analýza částic vytvrzeného stavu, SEM

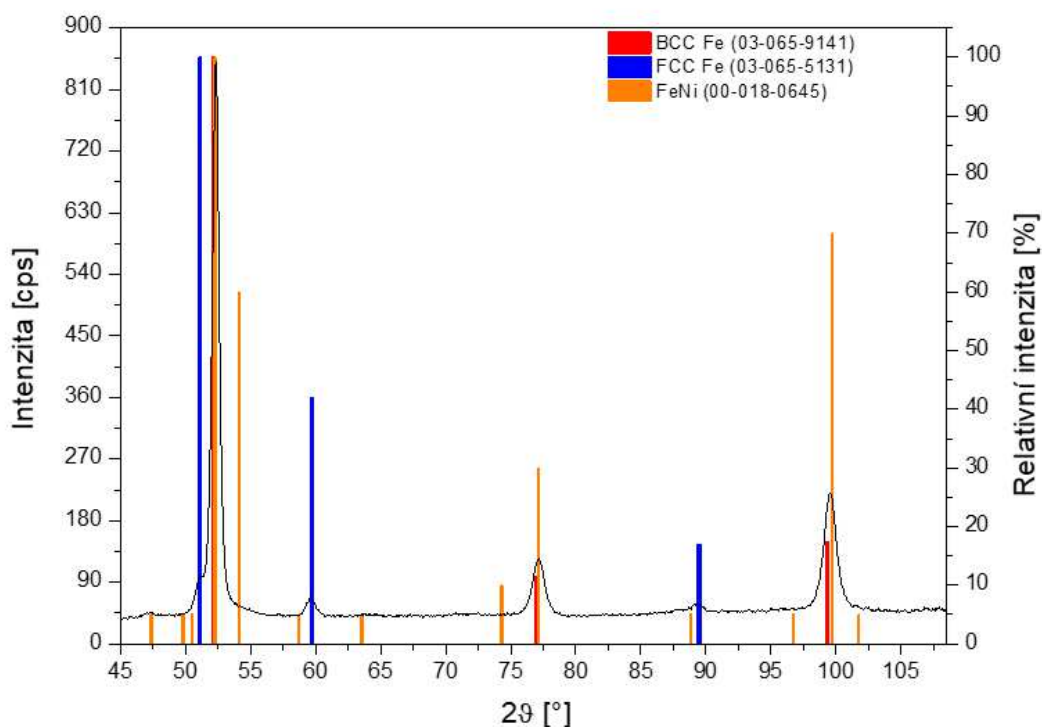
### 9.10.3 EBSD analýza

Příprava vzorku pro EBSD analýzu vytvrzeného stavu byla opět totožná s předchozími stavy. Z EBSD analýzy (obr. č. 46) bylo zjištěno, že v materiálu je majoritně zastoupená kubická prostorově středěná mřížka (BCC). Modré oblasti vyskytující se v matici, udávají minoritně zastoupenou fázi kubické plošně centrované mřížky (FCC) a značí výskyt zbytkového austenitu s procentuálním zastoupením 1,76 %.

EBSA analýza byla porovnána s podílem zbytkového austenitu stanoveného z difraktogramu na obr. č. 47. RTG difrakční fázovou analýzou bylo naměřeno 7,6 % zbytkového austenitu, což výrazně převyšovalo hodnotu stanovenou pomocí EBSD. RTG analýzou byl stanoven téměř dvojnásobně vyšší podíl zbytkového austenitu, než u tištěných vzorků.



Obr. 46 EBSD analýza vytvrzeného stavu zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře



Obr. 47 Difraktogram vytvrzeného stavu s identifikovanými fázemi

#### 9.10.4 Měření tvrdosti

Na obou zkoumaných řezech byla taktéž naměřena mikrotvrdość dle Vickerse HV 0,1. Průměrné hodnoty se pohybovaly okolo 669 HV 0,1 (tab. č. 10).

	<b>1. vtisk HV 0,1</b>	<b>2. vtisk HV 0,1</b>	<b>3. vtisk HV 0,1</b>	<b>Průměrné hodnoty</b>
<b>Příčný řez</b>	669	672	660	667 HV 0,1
<b>Podélný řez</b>	660	682	670	671 HV 0,1

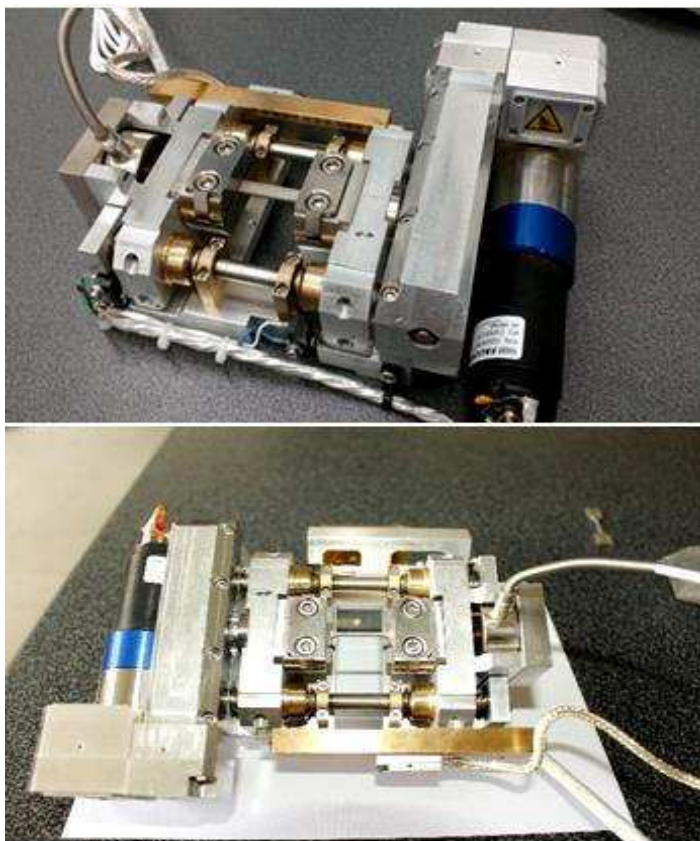
Tab. 10 Výsledné hodnoty mikrotvrdości dle Vickerse HV 0,1 vytvrzeného stavu

#### 9.11 Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena přístroji MTII/Fullam SEM Tester 1000 EBSD na aditivně zpracovaných a konvenčních vzorcích maraging oceli.

##### 9.11.1 Popis použitého zařízení

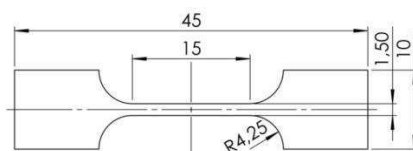
Zařízení MTII/Fullam SEM Tester 1000 EBSD (obr. č. 48), které bylo použito pro zkoušku tahem, je deformační stolek, který je schopen zatěžovat experimentální vzorek tahem, tlakem, ohybem a únavou. Zátěžná síla dosahuje maximální hodnoty 4500 N s rychlostí deformace v rozmezí min. 0,02 – 2 mm/s. Uvedené zatížení lze aplikovat do teploty 1200 °C. Použitá velikost vzorků závisí na zkoušeném materiálu a typu zkoušky. Maximální rozměry mohou dosahovat: 2,5 x 64 x 10 mm. Řídící jednotka stolku umožňuje automatické řízení servomotoru a snímání dat pomocí softwaru MTEST Quattro™ od Admet Inc. Software automaticky vyhodnocuje veličiny, jako jsou napětí, tah, tlak, modul pružnosti, mez pevnosti atd. Samostatná deformační jednotka může pracovat nejen v mikroskopu, ale i v prostředí s atmosférickým tlakem, a právě toho bylo využito pro provedení tahových zkoušek.



Obr. 48 Deformační stoleček MTII/Fullam SEM Tester 1000 EBSD

### 9.11.2 Zkušební vzorky

Zkušební vzorky s přesně definovanými rozměry pro následné přetržení na deformačním stolečku byly vyřezány pomocí vodního paprsku. Obr. č. 49 ukazuje rozměry zkušební vzorku pro zkoušku tahem.



Obr. 49 Rozměry zkušební vzorku pro zkoušku tahem

### 9.11.3 Provedení a výsledky zkoušky tahem

Zkouška tahem byla provedena za pokojové teploty na aditivně vyrobených zkušebních vzorcích ve stavu po tisku, a ve stavu následně žíhaném a vytvrzeném. Ve všech případech se jednalo o vzorky tištěné v ose Z. Pro srovnání, byla za stejných podmínek provedena zkouška tahem rovněž na konvenčních vzorcích ve stavu základním, žíhaném a vytvrzeném martenziticky vytvrditelné oceli. Rychlost pohybu čelistí deformačního stolku byla 2 mm/s.

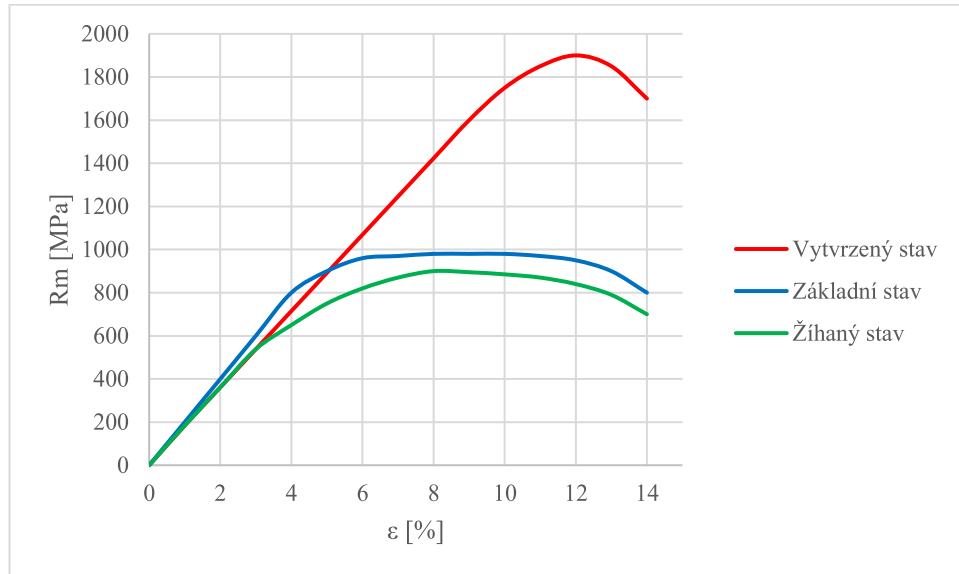
	Zpracování	$\epsilon$ [%]	$\sigma$	Rm [MPa]	$\sigma$	Rp <sub>0,2</sub> [MPa]	$\sigma$
Aditivně zpracovaná MS1	Tištěný stav	7	1,5	1023	40	940	65
	Žíhaný stav	6	1	990	30	839	47
	Vytvrzený stav	3	1,1	1852	23	1577	84
Konvenční maraging ocel	Základní stav	9	1,5	969	47	897	60
	Žíhaný stav	11	0,6	925	65	808	52
	Vytvrzený stav	5	0,2	1870	45	1644	66

Tab. 11 Výsledky zkoušky tahem pro aditivně zpracovanou a konvenční maraging ocel a směrodatné odchylky mechanických vlastností

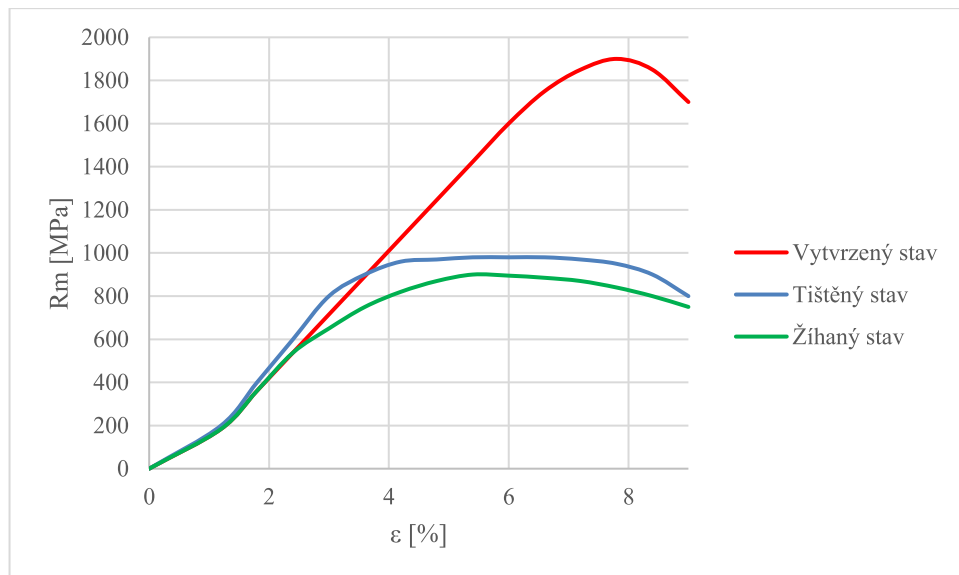
Tabulka č. 11 udává výsledné hodnoty prodloužení ( $\epsilon$ ), meze pevnosti (Rm) a smluvní meze kluzu (Rp<sub>0,2</sub>) z provedené zkoušky tahem, a to na aditivně zpracované i konvenční maraging oceli. Tištěný a základní stav vykazovaly pro oba materiály téměř srovnatelné výsledky meze pevnosti a smluvní meze kluzu. V případě pevnosti se jednalo o hodnoty v rozmezí 969 – 1023 MPa, u meze kluzu se hodnoty pohybovaly mezi 897 – 940 MPa. Prodloužení v obou případech dosahovalo hodnot mezi 7 – 9 %. Žíhané stavy v případě aditivně zpracované a konvenční oceli dosahovaly podobných hodnot meze pevnosti a smluvní meze kluzu, jako u vzorků bez tepelného zpracování. Meze pevnosti dosahovaly hodnot 925 – 990 MPa, mez kluzu 808 – 839 MPa. Prodloužení však dosahovalo nižších hodnot, konkrétně 7 % u aditivně zpracované oceli, než u konvenční, kde se hodnota prodloužení pohybovala okolo 11 %. Vytvrzený stav v případě konvenčního i aditivně zpracovaného materiálu vykazoval vyšší hodnoty meze pevnosti 1852 – 1870 MPa a smluvní meze kluzu 1577 – 1644 MPa, v porovnání s žíhanými stavy a stavy bez tepelného zpracování. Prodloužení vykazovalo u obou zpracovaných ocelí nejnižší hodnoty. V případě aditivně zpracované oceli činila hodnota 3%, u konvenční maraging oceli byla naměřena hodnota okolo 5 %.

Graf č. 3 znázorňuje výsledné křivky (pro základní, žíhaný a vytvrzený) z tahové zkoušky, v závislosti na prodloužení (osa x) a na mezi pevnosti (osa y), pro konvenčně zpracovanou maraging ocel. Z grafu je patrné, že meze pevnosti pro žíhaný a základní stav, vykazují podobné výsledky oproti stavu vytvrzenému, který dosahuje větší meze pevnosti.

Graf č. 4 znázorňuje výsledné křivky (pro stav po tisku, žíhaný a vytvrzený) z tahové zkoušky, v závislosti na prodloužení (osa x) a na mezi pevnosti (osa y), pro aditivně zpracovanou maraging ocel. Z grafu je patrné, že meze pevnosti pro žíhaný a stav po tisku, vykazují podobné výsledky oproti stavu vytvrzenému, který dosahuje opět vyšší meze pevnosti.



Graf 3 Výsledné křivky tahové zkoušky konvenčně zpracované maraging oceli ve směru tisku osy Z pro základní, žíhaný a vytvrzený stav



Graf 4 Výsledné křivky tahové zkoušky aditivně zpracované maraging oceli ve směru tisku osy Z pro tištěný, žíhaný a vytvrzený stav

## Shrnutí a diskuze

V rámci této práce byla provedena detailní mikrostrukturní analýza nástrojové martenziticky vytvrditelné oceli (Maraging steel) zpracované DMLS technologií a konvenčně vyrobené maraging oceli. Analýzy byly provedeny na vstupním materiálu (prášku) a dále na mikrostrukturách získaných přímo tiskem a na mikrostrukturách, které byly po tisku žíhány a precipitačně vytvrzeny. Stejně analýzy byly provedeny na konvenčně zpracovaném materiálu, konkrétně na základním stavu (bez tepelného zpracování) a na dvou tepelně zpracovaných stavech, a to na žíhaném a vytvrzeném. Pro všechna zpracování byly stanoveny mechanické vlastnosti měřením tvrdosti a zkouškou tahem.

Úvod experimentálního programu byl zaměřen na popis tepelného zpracování a mikrostrukturní analýzy konvenčně zpracovaných vzorků maraging oceli. Jednalo se celkem o popis tří experimentálních stavů, a to stavu základního, žíhaného a vytvrzeného. První, základní stav, sestával z jedno-fázové martenzitické mikrostruktury. Poslední dva tepelně zpracované vzorky žíhaného a vytvrzeného stavu konvenční oceli sestávaly taktéž z martenzitické mikrostruktury s poměrně hrubými latkami. Globulární částice nebyly pozorovány v žádném z experimentálních stavů. Z výsledku EBSD analýzy lze usoudit, že u základního stavu bylo naměřeno EBSD analýzou, tak RTG difrakční fázovou analýzou okolo 1 % zbytkového austenitu. RTG difrakční fázovou analýzou, v případě žíhaného stavu, nebyl detekován zbytkový austenit a v případě stavu vytvrzeného bylo naměřeno okolo 8 % zbytkového austenitu. Měření mikrotvrdomosti dle Vickerse HV 0,1 ukázalo, že průměrná hodnota mikrotvrdomosti se pohybuje v případě základního stavu 330 HV 0,1 a žíhaného stavu 342 HV 0,1 na podobných hodnotách. Vytvrzený stav však ukazoval daleko vyšší hodnotu mikrotvrdomosti, než předchozí dva stavy, a to 600 HV 0,1.

Byl proveden rozbor 3D prášku používaného pro DMLS metodu. Cílem bylo dokumentovat případné změny tvaru nebo rozložení velikosti prášků, které již prošly komorou 3D tiskárny v porovnání s novým nepoužitým práškem. Z tohoto důvodu byl zkoumán *Nový prášek*, *Přesetý prášek* (tzn. prášek nasypáný do komory tiskárny, který se při procesu DMLS nespek) a *Nečistoty na sítu (odpadní prášek)*, který po procesu přesetí zůstal na sítu. Výrobce udával, že distribuční rozložení velikosti prášku je dle Gausse, a že 90 % zrn prášku by mělo mít velikost okolo 50  $\mu\text{m}$ , přičemž zbývajících 10 % by se mělo pohybovat v rozmezí velikosti zrn prášku 10 – 50  $\mu\text{m}$ . Z výsledků měření se reálná velikost zrn všech zkoumaných prášků pohybovala v rozmezí 18 – 50  $\mu\text{m}$ . Největší procento velikosti zrna prášku bylo naměřeno v rozmezí 10 – 30  $\mu\text{m}$ . Dalšími dílčími úkoly bylo provést přípravu volného prášku s následnou analýzou částic a mikrostruktur zrn prášku pod řádkovací elektronovou mikroskopií. Ze snímků pořízených řádkovací elektronovou mikroskopií lze konstatovat, že většina částic nového prášku má kulový tvar. Objevují se však i protažené částice a malá kulovitá zrna přilepená k větším částicím, označovaná jako satelity [34]. Na první pohled nebyl pozorován rozdíl mezi všemi třemi zkoumanými prášky. Na prášku *Přesetém prášku* a *Nečistotách na sítu* byly pozorovány zrna prášku s hladkým povrchem. Důvod hladkého povrchu může být to, že dendrity nedorostou až k povrchu zrna prášku, které tvoří obálku této struktury. Jednalo se o částice prášku, které se v původním prášku nevyskytovaly. Průměr těchto hladkých částic byl větší oproti původnímu prášku a výskyt byl ojedinělý. Z největších zrn *Nového prášku* byl připraven standardní



metalografický výbrus dokumentující buněčnou/dendritickou strukturu prášku, která vznikla krystalizací, přičemž osy dendritů rostou ve směru teplotního gradientu. Na zrnech prášku byla provedena bodová chemická mikroanalýza z různých oblastí metalografického výbrusu prášku, a to především uvnitř a na hranicích buněk. Z ní je patrné, že na hranicích buněk bylo zjištěno větší množství Ti a Mo, než v matici. Měření mikrotvrdomosti dle Vickerse HV 0,01 ukázalo, že průměrná hodnota mikrotvrdomosti se pohybovala okolo  $329 \pm 20$  HV 0,01.

Hlavní náplní práce byla mikrostrukturní analýza vlastních tištěných vzorků, která byla prováděna ve dvou na sebe kolmých řezech. Ze zhotovených snímků světelné a řádkovací elektronové mikroskopie lze shrnout, že výsledná mikrostruktura z příčného řezu (odpovídajícího rovině skenování laseru) a podélného řezu (ve směru růstu tištěného vzorku) byla mírně odlišná. Mikrostruktura příčného řezu ukazovala stopy laseru. Průřez této laserové stopy je patrný v podélném řezu, kde zakřivené plochy odpovídaly spečené oblasti jedné vrstvy. V obou řezech byla pozorována buněčná mikrostruktura tvořená tuhým roztokem s homogenním chemickým složením, které se měnilo v oblasti hranic buněk, a jemnými částicemi. V některých oblastech byl pozorován epitaxní růst buněk. Chemická mikroanalýza byla provedena v matici a na hranicích buněk, konkrétně na jemných částicích. Hranice jednotlivých buněk byly bohatší na Co a Mo, zatímco základní matrice sestávala převážně z Ni, Mo. Měření mikrotvrdomosti dle Vickerse HV 0,1 dosahovalo hodnoty na obou řezech v průměru okolo 370 HV 0,1. Z EBSD analýzy vyplynulo, že ve zkoumaném materiálu je majoritně zastoupená kubická prostorově centrovaná mřížka (BCC). Po hranicích buněk bylo detekováno malé množství austenitu. Zbytkový austenit byl detekován výhradně na hranicích buněk a jeho množství 2,27 %, stanovené pomocí EBSD bylo nižší, než množství stanovené RTG analýzou, které bylo 3,7 %. Přínos EBSD analýzy nespočívá s ohledem na velmi malé sledované oblasti a velmi jemných ostrůvků zbytkového austenitu ve struktuře v kvantifikaci fází, ale především v identifikaci různých typů fází ve struktuře. Problémem v tomto konkrétním případě může být i přítomnost zbytkového austenitu na hranicích buněk, kde je při EBSD analýze celkově nejvyšší počet neindexovaných oblastí. Podíly fází stanovené RTG analýzou lze proto považovat za přesnější. Kempen K. a kol. uvádí ve své studii [35], že podíl zbytkového austenitu naměřeného RTG analýzou na tištěné oceli MS1 se pohyboval okolo 5,8 %. Další studie, Tan Ch. a kol. uvádí [36], že podíl zbytkového austenitu detekovaného RTG analýzou se v jejich případě pohyboval okolo 10,3 %.

Pro odstranění vnitřního pnutí byl tištěný vzorek vyžhán při teplotě 820 °C, na kterém byly zopakovány stejné analýzy, jako na tištěném vzorku. I u žháného vzorku byla pozorována buněčná mikrostruktura s pravidelnými buňkami. Uvnitř buněk byly patrné globulární částice, které byly selektivně vyleptávané a 3 % Nital se tudíž ukázal jako nevhodné leptadlo pro tyto struktury. Bylo odzkoušeno leptání Lučavkou, při kterém nedocházelo k selektivnímu nápadní matrice v okolí částic, a mikrostruktura byla rovnoměrně naleptaná. Na globulárních částicích byla měřena jak liniová, tak bodová chemická analýza. Liniová analýza měřená na částicích ukázala větší procento Mo. Bodová chemická analýza byla měřená na náhodných částicích a v matici. Z těchto měření chemické mikroanalýzy bylo patrné, že matrice částice oproti matici základní obsahuje vyšší množství Mo a některé další prvky - Ti nebo Al. Měření mikrotvrdomosti dle Vickerse HV 0,1 udávalo

průměrnou hodnotu z obou řezů 326 HV 0,1, která je nižší než u tištěného stavu a shoduje se s tvrdostí volného prášku. EBSD analýzou byla zjištěna přítomnost téměř výlučně kubické prostorově centrované mřížky. Zbytkový austenit nebyl detekován ani EBSD ani RTG analýzou. Tento výsledek je v souladu s publikovanými výsledky, např. Tan Ch. a kol. uvádí ve své studii [36], že žíhaný stav obsahuje také pouze kubickou prostorově centrovanou mřížku.

Poslední vzorek byl pro zvýšení pevnosti po tisku podroben precipitačnímu vytvrzení na teplotu ohřevu 490 °C. Na vzorku byly opět provedeny všechny standardní metalografické analýzy. Byl zde patrný výraznější rozdíl v mikrostruktuře v porovnání s předchozími stavy. Tepelným zpracováním došlo k výraznému rozpadu původní buněčné mikrostruktury a v matici byly patrné pouze hrubší protažené ostrůvky, na kterých bylo liniovou chemickou analýzou zjištěno vyšší množství Co a Ni. Bodová chemická analýza, měřená na náhodných částicích, ukázala naopak zvýšené obsahy Ti a Mo. Průměrná hodnota mikrotvrdoosti dle Vickerse HV 0,1 byla u obou řezů okolo 669 HV 0,1 a potvrzovala výrazný nárůst pevnosti a tvrdosti v důsledku zvoleného tepelného zpracování. EBSD analýzou bylo ověřeno, že matrice byla opět tvořena kubickou prostorově středěnou mřížkou (BCC), ve které byly rozptýleny drobné oblasti kubické plošně centrované mřížky austenitu. Podíl zbytkového austenitu stanovený EBSD analýzou byl opět nižší a tvořil 1,76 %, než bylo zjištěno RTG difrakční fázovou analýzou, kde bylo naměřeno 7,6 %. RTG analýzou byl stanoven téměř dvojnásobně vyšší podíl zbytkového austenitu, než u tištěných vzorků. Nárůst podílu zbytkového austenitu po precipitačním vytvrzení tištěné oceli MS1 potvrzuje i Kempen K. a kol. [35], kteří zaznamenali nárůst z 5,8 % na 9,4 %. Další studie, Tan Ch. a kol. [36] uvádí zvýšení podílu zbytkového austenitu detekovaného RTG analýzou na 11 %.

Na deformačním stolku MTII/Fullam SEM tester 1000 EBSD byla provedena za pokojové teploty zkouška tahem na zkušebních vzorcích ve stavu po tisku, žíhaném i vytvrzeném. Ve všech případech se jednalo o vzorky aditivně zpracované ve směru osy Z. Pro porovnání výsledků byla zkouška tahem provedena také na zkušebních vzorcích konvenční (tvářené) oceli se stejným chemickým složením s obchodním označením Vaco 180 od firmy Bohdan Bolzano, a to v základním, žíhaném a vytvrzeném stavu. Základní a tištěný stav obou zpracovaných materiálů měly výsledky meze pevnosti a smluvní meze kluzu podobné. Hodnoty meze pevnosti dosahovaly v rozmezí kolem 969 – 1023 MPa a meze kluzu 897 – 940 MPa. Prodloužení dosahovalo hodnot u obou materiálů mezi 7 – 9 %. Žíhané stavy v případě aditivně zpracované a konvenční oceli dosahovaly podobných hodnot meze pevnosti a smluvní meze kluzu jako u vzorků bez tepelného zpracování. Meze pevnosti dosahovaly 925 – 990 MPa, mez kluzu 808 – 839 MPa. Prodloužení dosahovalo nižších hodnot u aditivně zpracované oceli 7 %, než u konvenční oceli, kde se hodnota pohybovala okolo 11 %. Vytvrzený stav v případě konvenčního i aditivně zpracovaného materiálu vykazoval vyšší hodnoty meze pevnosti 1852 – 1870 MPa a smluvní meze kluzu 1577 – 1644 MPa, v porovnání s žíhanými stavy a stavy bez tepelného zpracování. Prodloužení vykazovalo u obou zpracovaných ocelí nejnižší hodnoty. V případě aditivně zpracované oceli činila hodnota 3 %, u konvenční maraging oceli bylo naměřeno 5 %.

Tan Ch. a kol. uvádí v jejich studii [36], že tištěný a žíhaný stav vykazoval přibližně stejné hodnoty meze pevnosti a meze kluzu. Vytvrzený stav z jejich studie ukázal vyšší

hodnoty meze pevnosti a meze kluzu, jako u námi naměřených hodnot. Prodloužení v jejich případě vykazovalo vyšší hodnotu u žíhaného stavu (14 %), zatímco nejnižší hodnota byla naměřena u vytvrzeného stavu (3,28 %). Tištěný stav vykazoval v jejich případě hodnotu prodloužení (11 %).

## **Závěr**

Aditivní výroba kovových součástí je poměrně nová a v posledních letech velmi často používaná a dynamicky se rozvíjející technologie. Díky své krátké době působnosti však stále poskytuje prostor pro analýzy používaných prášků, získaných mikrostruktur a mechanických vlastností.

Cílem diplomové práce bylo provést materiálovou analýzu používaného prášku oceli MS1 a detailní mikrostrukturní analýzu vzorků po aditivním zpracování (tisku), a vzorků, které po tisku prošly dalším tepelným zpracováním na odstranění pnutí nebo na zvýšení pevnosti. Pro srovnání byla provedena mikrostrukturní analýza konvenčně zpracované maraging oceli se stejnými experimentálními stavy a parametry jako u aditivně zpracované. Dílčím cílem bylo rovněž porovnání dosažených mechanických vlastností tištěných vzorků s mechanickými vlastnostmi materiálu stejného chemického složení vyrobeného konvenčními technologiemi.

Všechny výše uvedené cíle byly v diplomové práci splněny. Byla popsána metodika přípravy vzorků pro mikroskopické analýzy prášků a tištěných a konvenčních vzorků oceli MS1, včetně EBSD analýzy. Následně byly tyto analýzy úspěšně provedeny a jejich výsledky popsány.

Dále byly stanoveny mechanické vlastnosti tištěných a konvenčních vzorků, konkrétně tvrdost, mez pevnosti, prodloužení a smluvní mez kluzu a tím byl poskytnut ucelený popis všech zkoumaných stavů.

## Seznam použité literatury

- [1] GEBHARDT, A., HÖTTER, J. S., *Additive Manufacturing: 3D Printing for Prototyping and Manufacturing*. Munich: Hanser Publishers, 2016. ISBN 978-1-56990-582-1.
- [2] Speciální technologie výroby - *Aditivní technologie Rapid Prototyping* [online]. [cit. 2017-11-18]. Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/podklady/sto\\_bak/cv\\_STV\\_04\\_Aditivni\\_techologie\\_metody\\_Rapid\\_Prototyping.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/podklady/sto_bak/cv_STV_04_Aditivni_techologie_metody_Rapid_Prototyping.pdf).
- [3] What is rapid Prototyping?. In HEYNICK, Mitch; STOTZ, Ivo. *3D CAD, CAM and Rapid Prototyping* [online]. [cit. 2017-10-27]. Dostupné z: [http://fractalsibois.epfl.ch/wiki/images/4/42/3D\\_CAD\\_CAM\\_Rapid\\_Prototyping.pdf](http://fractalsibois.epfl.ch/wiki/images/4/42/3D_CAD_CAM_Rapid_Prototyping.pdf).
- [4] Rapid Prototyping Primer [online]. [cit. 2017-10-28]. *The Basic Process*. Dostupné z: <http://www.me.psu.edu/lamancusa/rapidpro/primer/chapter2.htm>.
- [5] SEKYRA, V., *Výroba dílů technologií DMLS a jejich porovnávání s jinými konvenčními technologiemi z hlediska ekonomické náročnosti*, Brno, 2011. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce: Ing. Josef Sedlák, Ph.D.
- [6] *Selective Laser Sintering*. [online]. [cit. 2017-09-28]. Dostupné z: WorldWide Web: <http://www.3dsystems.com/products/sls/index.asp>.
- [7] ČAPEK, J., *Hodnocení kvality 3D tisku na RepRap tiskárně*, Pardubice, 2016. Diplomová práce. Univerzita Pardubice, Fakulta chemicko-technologická. Vedoucí práce: Ing. Ondřej Panák.
- [8] ČAPKOVÁ, V., *Omezující parametry 3D tisku*, Plzeň, 2015. Diplomová práce. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní. Vedoucí práce: Ing. Miroslav Zetek, Ph.D.
- [9] *Introduction to Additive Manufacturing Brochure*. Epma [online]. [cit. 2017-11-18]. Dostupné z: <http://www.epma.com/additive-manufacturing>.
- [10] DAWES, J., BOWERMAN, R., TREPLETON, R. *Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy*, Johnson Matthey Technol. Rev., 59 (3) (2015), 243-256. DOI: <https://doi.org/10.1595/205651315X688686>.
- [11] Atomization proces: *Slide share*. [online]. [cit. 2017-11-17]. Dostupné z: <https://www.slideshare.net/NikhilBorale/pm-14886129>.

- [12] Metal powders – the Raw Materials: *Metal AM*. [online]. [cit. 2017-011-17].  
Dostupné z:  
<http://www.metal-am.com/introduction-to-metal-additive-manufacturing-and-3d-printing/metal-powders-the-raw-materials/>.
- [13] EOS Materials for Metal Additive Manufacturing: *Material Data Sheet* [online]. [cit. 2017-12-03]. Dostupné z: <https://www.eos.info/material-m>.
- [14] HOEGES, S., SCHADE CH. T., CAUSTON R. *Development of a Maraging Steel Powder for Additive Manufacturing* [online]. 2015 [cit. 2017-12-03].  
Dostupné z:  
[http://www.gkngroup.com/hoeganaes/media/Tech%20Library/MPIF2015%20-%20216%20-%20Hoeges%20-%20%20Development%20of%20a%20Maraging%20Steel%20Powder%20for%20Additive%20Manufacturing%20\(2\).pdf](http://www.gkngroup.com/hoeganaes/media/Tech%20Library/MPIF2015%20-%20216%20-%20Hoeges%20-%20%20Development%20of%20a%20Maraging%20Steel%20Powder%20for%20Additive%20Manufacturing%20(2).pdf).
- [15] ISLAM, M., TAIMISTO, L., PIILI, H., et al., *Comparision of the Theoretical and Practical Studies of Heat Input in Laser Assisted Additive Manufacturing of Stainless Steel*, Springer, 2012, 365–368.
- [16] ZETKOVÁ, I., *Problematika výroby strojních kovových součástí 3D tiskem*, Plzeň, 2017. Disertační práce. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní. Vedoucí práce: Doc. Ing. Jiří Česánek, Ph.D.
- [17] Engineering.com: *3D Printing: Standardization* [online]. [cit. 2018-03-04].  
Dostupné z:  
<https://www.engineering.com/3DPrinting/3DPrintingArticles/ArticleID/3918/3D-Printing-Speaking-the-Language.aspx>.
- [18] VÁVRA, Z., *Čištění a úprava drsnosti povrchů vyrobených 3D tiskem*, Praha, 2017. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní. Vedoucí práce: Doc. Ing. Viktor Kreibich, CSc.
- [19] Tisknu levně 3D: *Technologie 3D tisku* [online]. [cit. 2018-03-04]. Dostupné z: <http://www.tisknulevne3d.cz/technologie-3d-tisku>.
- [20] KUČEROVÁ, L., ZETKOVÁ, I., *Metallography of 3D Printed 1.2709 Tool Steel*, Manufacturing technology, 16 (1) (2016) 140 -144.
- [21] DVOŘÁK, J., *Technologické možnosti aditivních technologií*, Praha, 2017. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní. Vedoucí práce: Ing. Libor Beránek, Ph.D.

- [22] AMC – Advanced Powders & Systems: *Powders* [online]. [cit. 2018-03-04]. Dostupné z:<http://amc-powder.com/POWDERS/>.
- [23] *Additive Manufacturing of Al Alloys and Aluminium Matrix Composites (AMCs)*. INTECH [online]. 2014 [cit. 2018-03-04]. Dostupné z:  
<https://www.intechopen.com/books/light-metal-alloys-applications/additive-manufacturing-of-al-alloys-and-aluminium-matrix-composites-amcs->
- [24] KIELBUS, A. *Structure of the AlSi10Mg Alloy* [online]. [cit. 2018-03-04]. Dostupné z:  
[https://www.google.cz/search?rlz=1C1LENN\\_enCZ660CZ660&biw=1366&bih=637&tbm=isch&sa=1&ei=6eqaWrzLLMb4kwW8r7qAAQ&q=AlSi10Mg+mikrostruktura&oq=AlSi10Mg+mikrostruktura&gs\\_l=psy-ab.3...65261.74121.0.74427.38.25.5.0.0.163.1559.22j1.23.0....0...1c.1.64.psy-ab..13.13.627...0i19k1.0.wWlh0zZHEG0#imgc=CTfWfPO8\\_A\\_R-M](https://www.google.cz/search?rlz=1C1LENN_enCZ660CZ660&biw=1366&bih=637&tbm=isch&sa=1&ei=6eqaWrzLLMb4kwW8r7qAAQ&q=AlSi10Mg+mikrostruktura&oq=AlSi10Mg+mikrostruktura&gs_l=psy-ab.3...65261.74121.0.74427.38.25.5.0.0.163.1559.22j1.23.0....0...1c.1.64.psy-ab..13.13.627...0i19k1.0.wWlh0zZHEG0#imgc=CTfWfPO8_A_R-M).
- [25] BÁRTKOVÁ, D., *Vysokocyklová únava titanové slitiny Ti6Al4V*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 97s. Vedoucí diplomové práce: Prof. Ing. Stanislav Věchet, CSc.
- [26] ZABA, K., PUCHLERSKA, S., *The Influence of Heat Treatment on Properties of Cold Rolled Alloyed Steel and Nickel Super alloys Sheets Used in Aircraft Industry, Materials Science and Engineering*, 179 (2017), DOI: 10.1088/1757899X/179/1/012070.
- [27] Regionální technologický institut: *Laboratoř experimentálního obrábění* [online]. [cit. 2018-03-04]. Dostupné z:  
<http://www.rti.zcu.cz/laboratore/obrabeni/vybaveni.html>.
- [28] KRAJŇÁK, T., *Studium vývoje mikrostruktury jemnozrnných IF ocelí*, Praha, 2010. Diplomová práce. Univerzita Karlova - Katedra fyziky materiálů. Vedoucí práce: RNDr. Kristián Máthis, Ph.D.
- [29] SURHONE, L. M., TIMPLEDON, M. T., HENSSONOW, S. F., *Selective Laser Sintering: Carbon Dioxide Laser, Plastic, Metal, Direct Metal Laser Sintering*, Betascript Publishing, 2010. ISBN 978-613-1-02423-8.
- [30] SRIVATSAN, T. S., SUDARSAN, T. S., *Additive Manufacturing*, Taylor & Francis Group, 2015. ISBN 978-1-498-71477-8.
- [31] HRADIL, D., *Mechanicko-strukturní charakteristiky materiálů vyrobených metodou SLM*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 87 s. Vedoucí diplomové práce: Doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

- [32] ABOULKHAIR, N. T., et al., *Reducing Porosity in AlSi10Mg Parts Processed by Selective Laser Melting*, Additive Manufacturing, 1-4 (2014) 77–86.
- [33] ALTERA, D., *Vliv technologie výroby na strukturu vybrané Al slitiny*, Praha, 2015. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní, Ústav materiálového inženýrství. Vedoucí práce: Prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
- [34] MASNERI, C., *Microstructural and mechanical properties of Maraging steel parts produced by selective laser melting*, Milano 2016. Master Thesis. School of Industrial and Information Engineering, Master Degree in Materials Engineering and Nanotechnology. Vedoucí práce: Prof. Maurizio Vedani.
- [35] KEMPEN, K., YASA, E., THIJS, L. et al., *Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel*, Phys. Procedia, 12 (2011) 255-263. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.033>. ISSN 1875-3892.
- [36] TAN, CH., ZHOU, K., MA, W. et al., *Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel*, Materials & Design, 134 (2017) 23-24. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.08.026>. ISSN 0264-1257.
- [37] KUČEROVÁ, L., ZETKOVÁ, I., JANDOVÁ, A. et al., *Microstructural characterization and in-situ straining of additive manufactured X3NiCoMoTi 18-9-5 maraging steel*, Materials Science & Engineering A, 750 (2019) 70-80. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.041>.
- [38] Bolzano. Materiálový list Vaco 180. [online]. 2013 [cit. 2019-05-10]. Dostupné z: [https://www.bolzano.cz/assets/files/materialove\\_listy/Vaco%20180\(1\).pdf](https://www.bolzano.cz/assets/files/materialove_listy/Vaco%20180(1).pdf).



## Seznam obrázků

Obr. 1 Rozdělení metod 3D tisku z hlediska vstupního materiálu [5] .....	11
Obr. 2 Rozdělení aditivní technologie dle materiálu [18] .....	12
Obr. 3 Konverze ploch modelu na trojúhelníkovou síť [5] .....	12
Obr. 4 Popis DMLS metody [5] .....	14
Obr. 5 Přepravní barely 3D prášků [16] .....	14
Obr. 6 Princip Gas atomization metody [9, 16].....	15
Obr. 7 Princip Plasma atomization metody [9, 16] .....	16
Obr. 8 SEM snímky tvarů částic Ti-6Al-4V prášku pro různé metody výroby: a) HDH metoda; b) Gas atomization metoda; c) Plasma atomization metoda; d) rozprašování rotující elektrodou [9, 16] .....	16
Obr. 9 Naměřené hodnoty tvrdosti a meze kluzu různých materiálů pro aditivní technologii [9, 16] .....	17
Obr. 10 Ukázka vlivu rychlosti skenování na množství a tvar pórů (slitina AlSi10Mg): a) 250 mm/s; b) 500 mm/s; c) 750 mm/s; d) 1000 mm/s [31].....	18
Obr. 11 3D tiskárna EOS M290 v Laboratoři experimentálního obrábění RTI.....	25
Obr. 12 Metalografická pila Struers Secotom 50; Obr. 13 Zalévací lis Struers CitoPress 10 .....	26
Obr. 14 Metalografická bruska/leštička Struers Tegramin 30 (vlevo); Obr. 15 Světelný mikroskop Zeiss Axio Lab. A1(vpravo).....	26
Obr. 16 Světelný mikroskop Olympus BX61 (vlevo);.....	27
Obr. 17 Mikrotvrdoměr UHL VMHT (vpravo).....	27
Obr. 18 Řádkovací elektronový mikroskop EVO MA25 Zeiss (vlevo);.....	28
Obr. 19 Řádkovací elektronový mikroskop CrossBeam 340 Zeiss (vpravo) .....	28
Obr. 20 Elektrolytická leštička Struers LectroPol-5.....	29
Obr. 21 Mikrostruktury základního stavu konvenční maraging oceli v příčném řezu: a) světelná mikroskopie, použité leptadlo Adler; b) řádkovací elektronová mikroskopie, použité leptadlo Adler .....	32
Obr. 22 Mikrostruktury žíhaného stavu konvenční maraging oceli v příčném řezu: a) světelná mikroskopie, použité leptadlo Lučavka; b) řádkovací elektronová mikroskopie, použité leptadlo Lučavka.....	32
Obr. 23 Výsledné mikrostruktury vytvrzeného stavu konvenční maraging oceli v příčném řezu: a) světelná mikroskopie, použité leptadlo Lučavka; b) řádkovací elektronová mikroskopie, použité leptadlo Lučavka.....	32
Obr. 24 EBSD analýza základní stavu konvenční maraging oceli zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře .....	33
Obr. 25 Označení experimentálních prášků: a) Nový prášek; b) Přesetý prášek; c) Nečistoty na sítu.....	34
Obr. 26 Snímek stolku mikroskopu, zprava – stub (terčík).....	34
Obr. 27 Nový prášek oceli MS1, SEM.....	35
Obr. 28 Přesetý prášek oceli MS1, SEM.....	35
Obr. 29 Nečistoty na sítu oceli MS1, SEM .....	35
Obr. 30 Mikrostruktury zkoumaného Nového prášku v naleptaném stavu, SEM.....	38

Obr. 31 Bodová chemická analýza z různých částí mikrostruktur z metalografického výbrusu zkoumaného prášku, SEM.....	38
Obr. 32 Snímky zrn prášku s naměřenou mikrotvrdostí dle Vickerse HV 0,01 .....	39
Obr. 33 Mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli – tištěný stav: 33 a) a 33 c) příčný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie; 33 b) a 33 d) podélný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie.....	40
Obr. 34 Bodová chemická analýza tištěné oceli MS1, SEM.....	41
Obr. 35 EBSD analýza tištěného stavu zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře .....	41
Obr. 36 Difraktogram tištěného stavu s identifikovanými fázemi .....	42
Obr. 37 Mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli – žíhaný stav: 37 a) a 37 c) příčný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie; 37 b) a 37d) podélný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie.....	43
Obr. 38 Mikrostruktura aditivně zpracované oceli – žíhaný stav, leptáno Lučavkou, SEM.....	44
Obr. 39 Liniová chemická analýza částic žíhaného stavu, SEM.....	44
Obr. 40 Bodová chemická analýza částic žíhaného stavu, SEM.....	45
Obr. 41 EBSD analýza žíhaného stavu zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře .....	45
Obr. 42 Difraktogram žíhaného stavu s identifikovanými fázemi .....	46
Obr. 43 Mikrostruktury aditivně zpracované maraging oceli – vytvrzený stav: 43 a) a 43 c) příčný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie; 43 b) a 43 d) podélný řez, světelná a řádkovací elektronová mikroskopie.....	47
Obr. 44 Liniová chemická analýza částic vytvrzeného stavu, SEM .....	48
Obr. 45 Bodová chemická analýza částic vytvrzeného stavu, SEM .....	48
Obr. 46 EBSD analýza vytvrzeného stavu zobrazující velikost a tvar jednotlivých zrn a podíl jednotlivých fází v mikrostruktuře .....	49
Obr. 47 Difraktogram vytvrzeného stavu s identifikovanými fázemi .....	49
Obr. 48 Deformační stoleček MTII/Fullam SEM Tester 1000 EBSD .....	51
Obr. 49 Rozměry zkušební vzorku pro zkoušku tahem.....	51

## Seznam tabulek

Tab. 1 Materiály používané pro aditivní výrobu [12, 16] .....	20
Tab. 2 Ochranné atmosféry pro 3D prášky firmy EOS GmbH [12, 16] .....	21
Tab. 3 Chemické složení aditivně zpracované (MS1) a konvenční (Vaco 180) nástrojové martenziticky vytvrditelné oceli .....	24
Tab. 4 Parametry tisku zvolené na 3D tiskárně EOS M290 .....	25
Tab. 5 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti experimentálních stavů konvenční maraging oceli .....	33
Tab. 6 Rozptyl velikostí zrna prášku: Nový prášek – po roce zkoumání; Přesetý prášek; Nečistoty na sítu – po roce zkoumání.....	37
Tab. 7 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti dle Vickerse HV 0,01 metalografického výbrusu prášku .....	39
Tab. 8 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti dle Vickerse HV 0,1 tištěné oceli MS1 .....	42

Tab. 9 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti dle Vickerse HV 0,1 žíhaného stavu .....	46
Tab. 10 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti dle Vickerse HV 0,1 vytvrzeného stavu.....	50
Tab. 11 Výsledky zkoušky tahem pro aditivně zpracovanou a konvenční maraging ocel a směrodatné odchylky mechanických vlastností .....	52

## **Seznam grafů**

Graf 1 Postup tepelného zpracování – žíhání (rozpouštěcí žíhání) .....	31
Graf 2 Postup tepelného zpracování – vytvrzený stav .....	31
Graf 3 Výsledné křivky tahové zkoušky konvenčně zpracované maraging oceli ve směru tisku osy Z pro základní, žíhaný a vytvrzený stav.....	53
Graf 4 Výsledné křivky tahové zkoušky aditivně zpracované maraging oceli ve směru tisku osy Z pro tištěný, žíhaný a vytvrzený stav .....	53