

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B 2301 Strojní inženýrství

Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Tepelné zpracování vzorků vyrobených SLM technologií

Autor: **Josef Somr**

Vedoucí práce: **Ing. David BRICÍN**

Akademický rok 2018/2019

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2018/2019

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Josef SOMR**
Osobní číslo: **S18B0367P**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Téma práce: **Tepelné zpracování vzorků vyrobených SLM technologií**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Problematika 3d tisku- používané materiály a technologie, se zaměřením na SLM technologii
2. Vady vznikající při aditivní výrobě vzorků technologií SLM
3. Tepelné zpracování a jeho možnost aplikace v procesu SLM
4. Experimentální část
5. Diskuse výsledků
6. Závěr

Rozsah bakalářské práce: **30-40 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

HEINDL, Michal. *3D tisk* [online]. Plzeň, 2011 [cit. 2018-09-10]. Dostupné z: <<https://theses.cz/id/2a6cbd/>>. Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická. Vedoucí práce Ing. Petr Řezáček, Ph.D..

KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1.

SKOTNICOVÁ, Kateřina. *Prášková metalurgie: studijní opory : učební text, scénáře, testy*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.

CASTRO, Ricardo H. R. *Overview of Conventional Sintering*. CASTRO, Ricardo a Klaus VAN BENTHEM, ed. Sintering [online]. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013, 2012-9-8, s. 1-16 [cit. 2018-09-10]. Engineering Materials. DOI: 10.1007/978-3-642-31009-6_1. ISBN 978-3-642-31008-9. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-31009-6_1

VENUVINOD, Patri K. a Weiyin MA. *Rapid Prototyping* [online]. Boston, MA: Springer US, 2004 [cit. 2018-09-10]. ISBN 978-1-4419-5388-9.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. David Bricín**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce: **Ing. Zbyněk Špirit**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

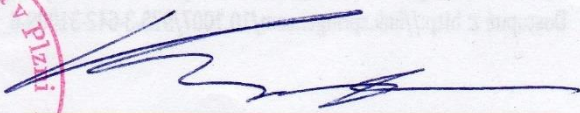
Datum zadání bakalářské práce: **5. října 2018**
Termín odevzdání bakalářské práce: **24. května 2019**

V Plzni dne 30. října 2018



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan





Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

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

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval svému vedoucímu Ing. Davidu Bricínovi za odborné konzultace při psaní této bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat své rodině a svým přátelům za psychickou podporu během celého studia.

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Somr	Jméno Josef	
STUDIJNÍ OBOR	B2301 Strojní inženýrství		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulu) Ing. Bricín	Jméno David	
PRACOVISTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Tepelné zpracování vzorků vyrobených SLM technologií		

FAKULTA	Strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2019
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	53	TEXTOVÁ ČÁST	53	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	----	---------------------	----	--------------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Bakalářská práce je zaměřena na seznámení s technologií SLM, která patří mezi technologie 3D tisku. Hlavním cílem práce je popsání vad výtisku vzniklých při výrobě touto technologií. Následně prověření možností post-processing operací k jejich odstranění. V experimentální části je zkoumán vliv tepelného zpracování na vlastnosti výtisku.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	3D tisk, post-processing, selective laser sintering, vady výtisku, delaminace vrstev, poréznost výtisku, nedodržení struktury, slinování, napouštění, tepelné zpracování, WC-Co

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Somr	Name Josef		
FIELD OF STUDY				
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Ing. Bricin	Name David		
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Heat treatment of samples produced by SLM technology			

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material Science and Technology	SUBMITTED IN	2019
----------------	------------------------	-------------------	---------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	53	TEXT PART	53	GRAPHICAL PART	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The bachelor thesis is focused on the 3D printing technology SLM. The main aim of the work is to describe the possible defects that products printed with this technology can have. Subsequent post-processing options leading to defects removal are also mentioned. The experimental part is dealing with the effect of heat treatment on a print.
KEY WORDS	3D printing, after-treatment, selective laser sintering, print defects, layer delamination, print porosity, structure failure, sintering, infiltration, heat treatment, WC-Co

Obsah

Seznam použitých zkratk	10
Úvod	11
Teoretická část	13
1. Technologie Selective Laser Sintering	13
1.1. Průběh tisku	14
1.2. Výhody a nevýhody metody SLS	15
1.3. Rozdělení metod SLS	15
1.3.1. Metal Laser Sintering	16
1.3.2. Plastic Laser Sintering	16
1.3.3. Ceramics Laser Sintering	17
1.3.4. Foundry sands Laser Sintering	17
2. Post-processing operace 3D tisku	17
2.1. Operace k dosažení požadovaných rozměrů	18
2.1.1. Odstranění podpůrné konstrukce	18
2.1.2. Odstranění okolního nepoužívaného materiálu	19
2.1.3. Oddělení výtisku od stavěcí desky	19
2.2. Operace k dosažení fyzikálních a mechanických vlastností	19
2.2.1. Infiltrace nízkotavitelnými kovy	20
2.2.2. Tepelné zpracování	21
2.2.3. Precipitační vytvrzování	22
3. Vady výrobků vyráběných SLM metodou	23
3.1. Delaminace vrstev	23
3.2. Poréznost výtisku	23
3.2.1. Uzavřené póry	24
3.2.2. Otevřené póry	24
3.3. Nedodržení struktury	25
3.4. Výskyt trhlin	25
3.4.1. Trhliny v rovině tisku	25
3.4.2. Trhliny kolmé na rovinu tisku	26
3.5. Balling effect	26
4. Struktura materiálu z karbidických prášků	26
Experimentální část	28
5. Výroba vzorků	28
5.1. Použitý experimentální materiál	29
5.2. 3D tiskárna	31

5.3. Post-processing zpracování výtisků	32
6. Dokumentace výskytu vad	34
6.1. Vady na povrchu	34
6.1.1. Balling effect	34
6.1.2. Delaminace od základní desky	35
6.2. Vady uvnitř materiálu	36
6.2.1. Trhliny	36
6.2.1.1. Trhliny v rovině tisku	37
6.2.1.2. Trhliny kolmé na rovinu tisku	38
6.2.2. Pórovitost	38
6.2.2.1. Uzavřené póry	39
6.2.2.2. Otevřené póry	40
7. Metalografický rozbor vzorků	40
8. Kvantifikace pórovitosti	44
8.1. Analýza obsahu pórovitosti	45
8.2. Analýza tvaru a velikosti pórů	46
9. Analýza tvrdosti jednotlivých fází	48
Diskuse výsledků	49
Závěr	51
Seznam použité literatury	52

Seznam použitých zkratk

3D – Three Dimensional

Co – kobalt

Cr – chrom

Cu – měď

EBM – Electron Beam Melting

FDM – Fused Deposition Modeling

LOM – Laminated Object Manufacturing

Mn – mangan

Mo – molybden

Nb – niob

Ni – nikl

ŘEM – řádkovací elektronový mikroskop

Si – křemík

SLA – Stereolitography

SLS – Selectiv Laser Sintering

SLM – Selective Laser Melting

SK – slinutý karbid

UV – ultrafialové záření

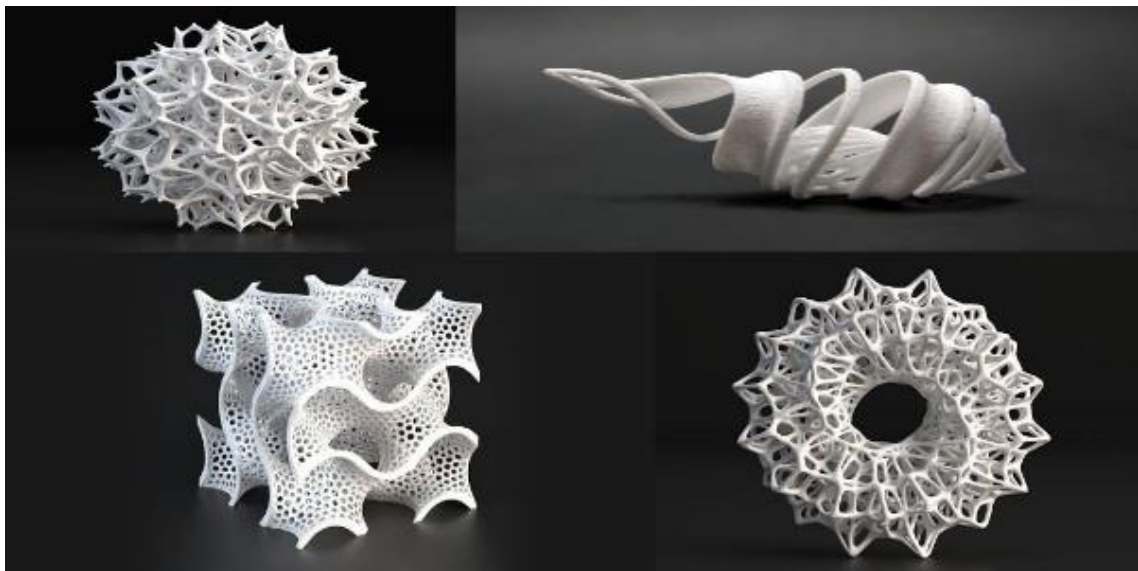
WC – karbid wolframu

Úvod

Technologie 3D tisku se v posledních 30-ti letech stala nedílnou součástí strojí výroby. Jedná se o progresivní způsob výroby, který nachází široké uplatnění v oborech jako architektura, lékařství, strojírenství, ale také ve vojenském či kosmickém průmyslu. Výroba pomocí 3D tisku se hodí hlavně pro malosériovou výrobu. Výrobu součástí se složitou geometrií, které by jinými metodami (obráběním, slévání nebo tvářením) bylo obtížné nebo příliš nákladné vyrobit. [1,6]

Pod označení 3D tisk spadá hned několik samostatných metod zároveň. Společným znakem všech je průběh vytváření samotného výtisku. Výtisky jsou vždy vytvářeny postupným nanášením materiálu ve vrstvách. Jednotlivé metody se rozlišují způsobem nanášení a použitým materiálem. [1,6]

Samotný výrobní proces lze rozdělit do tří výrobních fází. První část se zabývá přípravou tisku. Tyto operace jsou označovány jako pre-processing. V této fázi dochází k výrobě 3D modelu v CAD softwaru, který je následně rozdělen do vrstev. Software rozdělí model do vrstev v rozmezí 0,01 - 0,7 mm podle možností použité výrobní metody. U výrobních metod, kde je to potřeba je programem dopočítána i podpůrná konstrukce pro převislé části výtisku. [1]



Obrázek 1: Ukázka složitosti tvarových ploch vybitelných technologií 3D tisku [21]

Druhá fáze je samotná výroba tzv. processing. Do 3D tiskárny jsou zadány parametry výrobku a tiskárna bez dalších vnějších zásahů nanáší materiál vrstvu po vrstvě až vytiskne celý výrobek. V závislosti na použité technologii, obsahuje výtisk podpůrnou konstrukci nebo je napevno přidělaný k tiskovému stolu. [1]

Velmi rozšířená metoda používaná hlavně pro výrobu modelů je Fused Deposition Modeling. Tato metoda je založena na principu tavení plastu a jeho následného nanášení pomocí trysky. Materiál je většinou dodáván v podobě plastového vlákna navinutého na cívce. Pro výrobu touto metodou je potřeba vyrábět podpůrnou konstrukci pro převislé části výtisku. Ta je většinou vyráběna z jiného materiálu, který jde snáze odstranit. [1]

Mezi další metody patří tisk pomocí laseru. Nejrozšířenější je metoda Selective Laser Sintering (dále jen SLS). Ta využívá k výrobě výtisku granulát, který slouží i jako podpůrná konstrukce. Velkou výhodou této metody je možnost využití různých druhů materiálů. Další je Stereolitografie (dále jen SLA). Zde je jako výrobní materiál použita akrylátová nebo epoxidová pryskyřice v tekutém stavu, která je pomocí laserového paprsku vytvrzována. [1]

Mezi metody 3D tisku je bezpochyby nezbytné zařadit i metodu tisku pomocí InkJet tiskové hlavy. Tato metoda využívá místo laserového spékání granulátu (jako u SLS), nástřik tekutého lepidla ke spojení granulí tištěného materiálu. [1]

Třetí, a tedy poslední fáze post-processing, obsahuje veškeré operace prováděné na hotovém výtisku. Tyto operace jsou prováděny z důvodu odstranění podpůrné konstrukce, dosažení výsledných rozměrů, nebo ke zlepšení vlastností materiálu (např. zvýšení pevnosti, snížení pórovitosti, dodržení struktury). [1]

Hlavní náplní této práce je zmapovat vady ve výtiscích vyrobených technologií SLS a ověřit možnosti využití post-processing operací ke zlepšení vlastností výtisku. Konkrétně je zkoumán vliv infiltrace a tepelného zpracování na kvalitu povrchu výtisků a jeho mechanické vlastnosti.

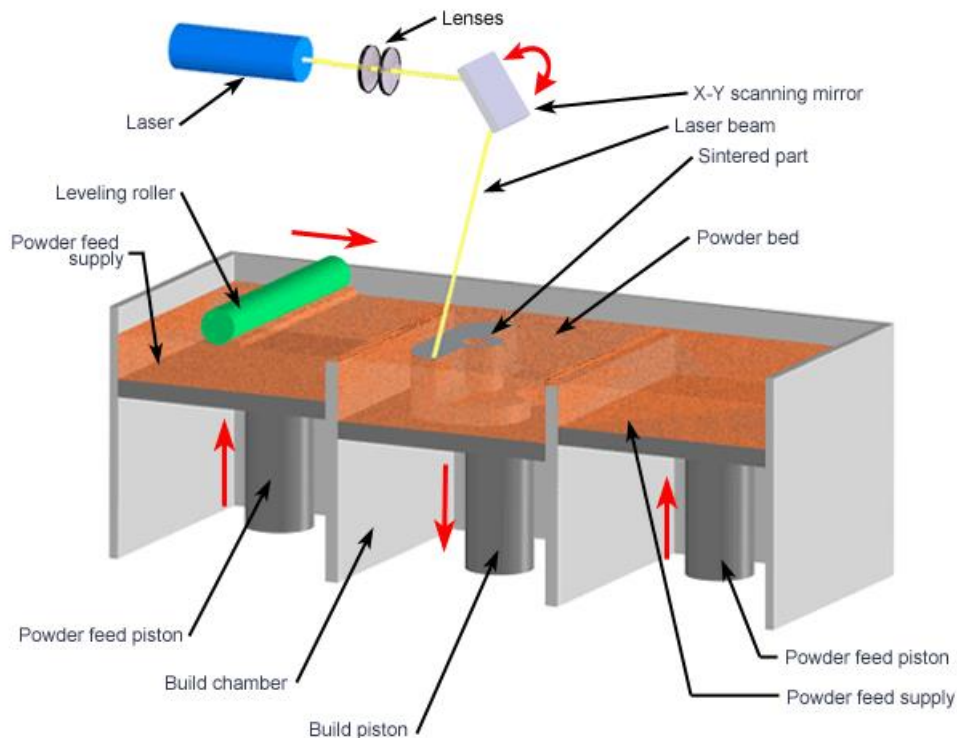
Teoretická část

Cílem teoretické části je získat dostatečné teoretické podklady k provedení plánovaného experimentu. Získat potřebné znalosti o principech 3D tisku. Zmapovat průběh výroby vzorků zvolenou technologií. Dále vysvětlit jednotlivé post-processing operace a jejich vliv na vlastnosti výtisku. V neposlední řadě zmapovat vady vyskytující se u výtisků s ohledem na zvolenou technologii i použitý materiál.

1. Technologie Selective Laser Sintering

Technologie SLS (někdy označována jako SLM – Selective Laser Melting) byla vynalezena Carlem Deckardem a jeho týmem z University of Texas v Austinu již v polovině 80-tých let 20. století. K patentování technologie došlo v roce 1989 pod firmou DTM, na jejímž vzniku se podílel právě Carl Deckard. Technologii SLS odkoupila v roce 2001 firma „3D Systems“, která patří mezi špičku ve výrobě 3D tiskáren a snaží se o sjednocení všech technologií 3D tisku. [1,5,8,9,15]

Princip, na kterém je technologie založena, je v základu značně podobný metodě SLA. Při výrobě jednotlivých vrstev výtisku dochází ke spékání materiálu pomocí vysoce výkonného laseru. Nejčastěji je využíván CO₂ laser. Základním rozdílem mezi SLS



Obrázek 2: Schéma technologie Selective Laser Sintering [23]

a SLA je použitý materiál. Technologie SLS používá k výrobě výtisku granulát. Velkou předností této technologie je rozmanitost používaných materiálů. Lze vyrábět výtisky z práškových plastů, kovů, keramiky ale i slévárenských písků. [1,5,9]

Tiskové zařízení lze rozdělit do těchto hlavních částí: stavěcí komora (tiskový prostor), zásobník s granulátem, stavěcí píst, který pohybuje základní deskou, na kterou je postupně nanášen granulát, laserový systém, který zajišťuje spékání granulátu, podávací píst a vyrovnávací válec (zajišťují dodávky granulátu pro nové vrstvy). [1,6,9]

1.1. Průběh tisku

Samotný proces výroby probíhá buď ve vakuu (je tedy potřeba před zahájením tisku odsát vzduch) nebo je do stavěcí komory vpuštěn ochranný plyn, jako ochranná atmosféra (např. argon, nebo dusík). Nejprve je do tiskárny nahrán soubor obsahující tiskové parametry pro daný tisk. Tiskárna je uvedena do počátečního stavu. Stavěcí píst uvede základní desku do nulové pozice. Dojde ke kalibraci a tím připraví tiskárna stavěcí komoru pro tisk. [1,6,15]

Pomocí podávacího pístu a vyrovnávacího válce je do stavěcí komory nanášena vrstva granulátu. Nyní je do činnosti uveden laser. Nejčastěji bývá používán CO₂ laser. Stavěcí komora je oskenována. Granulát před samotným tiskem může být předehříván. Předehřev granulátu na teplotu pod teplotu tavení zajišťuje snazší natavení v průběhu tisku a menší tepelné rázy, což vede k lepším vlastnostem výtisku (menší hodnota



Obrázek 3: Sinterstation Pro firmy 3D Systems [24]

pórovitosti). Pokud sken vyhodnotí dosavadní kroky za odpovídající všem požadavkům, započne samotný proces slinování. Působením laseru na granulát dojde k lokálnímu natavení, přesně podle připraveného schématu ze 3D modelu. [1,6,15]

Po vyhotovení celé jedné vrstvy se stavěcí píšť sníží o výšku odpovídající velikosti granulátu a pomocí vyrovnávacího válce je nanášena další vrstva z podávací komory. Následuje opětovné slinování dle potřebných parametrů pro příslušnou vrstvu. Působením laseru dochází k extrémnímu lokálnímu ohřevu, proto je spékání v dané vrstvě prováděno spékáním po částech, ne v jedné navazující linii. Tímto způsobem jsou postupně vyrobeny všechny vrstvy výtisku. Často bývá pro dosažení vyšší efektivity práce tisknuto více výtisků najednou, aby byla lépe využita kapacita tiskárny. Záleží na velikosti vyráběných částí. Na trhu lze pořídit slinovací tiskárny do velikosti stavěcí komory až 559x559x762 mm. Na závěr je okolní nepoužitý granulát odstraněn a výtisk je oddělen od základní desky.

Dále probíhají operace post-processingu, za účelem dosažení přesných rozměrů tělesa a zvýšení jakosti povrchu výtisku. Značná část granulátu, který nebyl při tisku slinován, ale působil jako výplň okolního prostoru (podpěra pro převislé části) může být znovu využita. [1,6,15]

1.2. Výhody a nevýhody metody SLS

Mezi největší výhodu této metody můžeme zařadit její variabilitu v oblasti použitého materiálu. Kromě různých druhů plastů, lze vyrábět výtisky z kovů, keramiky nebo slévárenských písků. Další velkou výhodou je nepotřeba samostatné podpůrné konstrukce pro převislé části výtisku. Nespékaný granulát, který obklopuje výtisk po celou dobu výroby slouží i jako podpůrná konstrukce. Bohužel tento jev má i svá negativa. Protože je výtisk neustále obklopen nespečeným granulátem, nelze touto metodou 3D tisku vyrobit uzavřenou dutou plochu (nepoužitý granulát by zůstal uvnitř tělesa). [1,6,15]

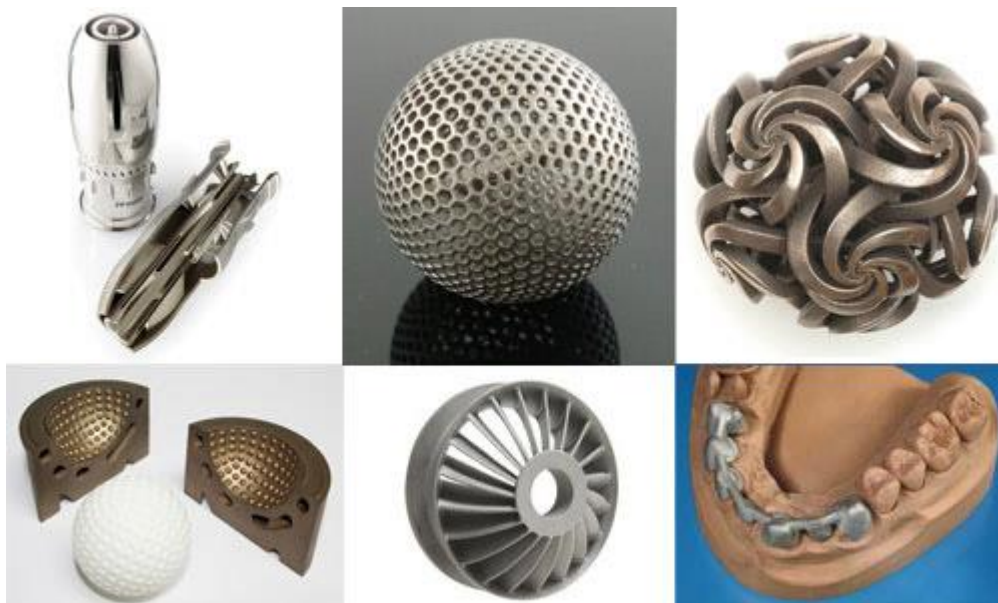
1.3. Rozdělení metod SLS

Technologie SLS bývá často rozdělena do skupin podle toho, jaký materiál je využíván pro výrobu výtisku. Proto se v odborné literatuře můžeme setkat s názvy: Metal Laser Sintering, Plastic Laser Sintering, Ceramics Laser Sintering nebo Foundry sands Laser Sintering.

1.3.1. Metal Laser Sintering

Jedná se o metodu využívající pro výrobu výtisku jako stavební materiál kovový granulát. Tato metoda je jedinečná svojí schopností kombinovat různé kovy. Lze vyrábět výtisky ze slitin, které by jinými výrobními metodami nemohli vzniknout. Využívají se různé druhy ocelí, bronzů, ale i samotných kovů jako hliník, měď, kobalt, chrom nebo titan. [1,5]

Pokud je používán pouze čistý kov, jedná se o metodu Direct Metal Laser Sintering. Častěji je kovový granulát používán v kombinaci s nějakým polymerním pojivem. Směs dvou prášků nebo jsou kovové částice potaženy. To napomáhá spojení při tisku. V kategorii post-processingu jsou následně zařazeny operace k odstranění tohoto pojiva a výtisk je napuštěn jiným kovem o nižší teplotě tavení pro zvýšení hustoty výtisku. Tato metoda je pro vysokou kvalitu výroby často využívána k výrobě forem pro vstřikování nebo v lékařském průmyslu na výrobu biomedicínských náhrad. [1,5]

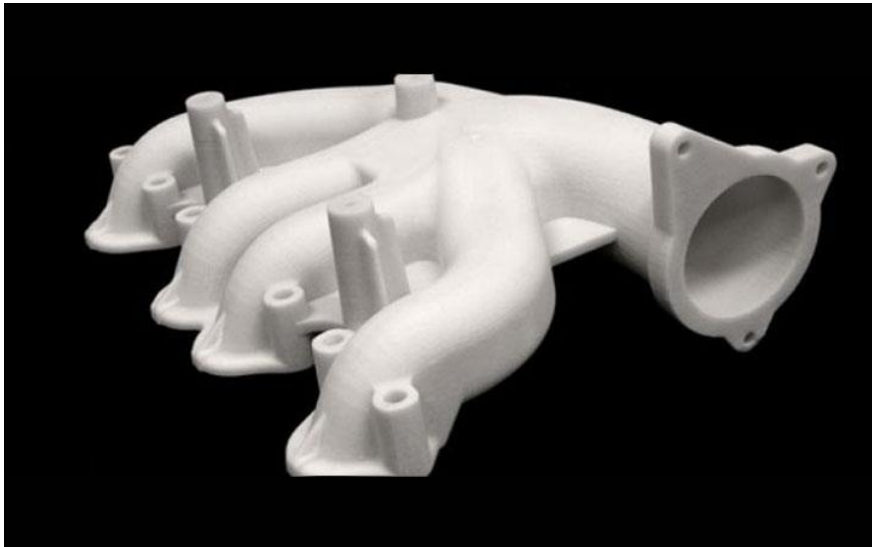


Obrázek 4: Ukázka výroby metodou DMLS [25]

1.3.2. Plastic Laser Sintering

Jak je již z názvu patrné, tato metoda využívá jako granulát nějaký druh plastu. Na výběr je z široké škály. Různé plasty s velkou rozmanitostí mechanických a fyzikálních vlastností. Nejčastěji se můžeme setkat s polystyrenem nebo nylonem. Nylon je využíván v různých odvětvích strojírenství. Mezi nejvýznamnější oblasti patří automotive nebo letectví. V těchto odvětvích jsou výtisky z nylonu využívány hlavně pro jeho dobré

mechanické vlastnosti (teplotní odolnost, vysoká houževnatost nebo vysoká tvrdost).
[1,11]



Obrázek 5: Využití Plastic SLS v automotive [26]

1.3.3. Ceramics Laser Sintering

Základním vstupním materiálem této technologie je keramický prášek smíchaný s pojivem. Lze spékat různé druhy oxidů. Nejčastěji se využívají SiO_2 , ZrSiO_4 , Al_2TiO_5 a SiC . Tato technologie našla své uplatnění v oblasti výroby obráběcích nástrojů, ale i při výrobě jader pro přesné lití. [1,12]

1.3.4. Foundry sands Laser Sintering

Tato technologie využívá upravený slévárenský písek. Lze s její pomocí vyrábět slévárenské formy. Jedná se o značně specializovanou metodu, a proto není příliš rozšířená. [1]

2. Post-processing operace 3D tisku

Post-processing je souhrnný název pro skupinu operací prováděných na výtiscích. Tyto operace jsou prováděny za účelem dosažení požadovaných parametrů výrobku. Post-processing lze rozdělit do dvou skupin operací. Operace prováděné k dosažení požadovaných rozměrů výtisku a operace vedoucí k dosažení fyzikálních a mechanických vlastností výtisku.

2.1. Operace k dosažení požadovaných rozměrů

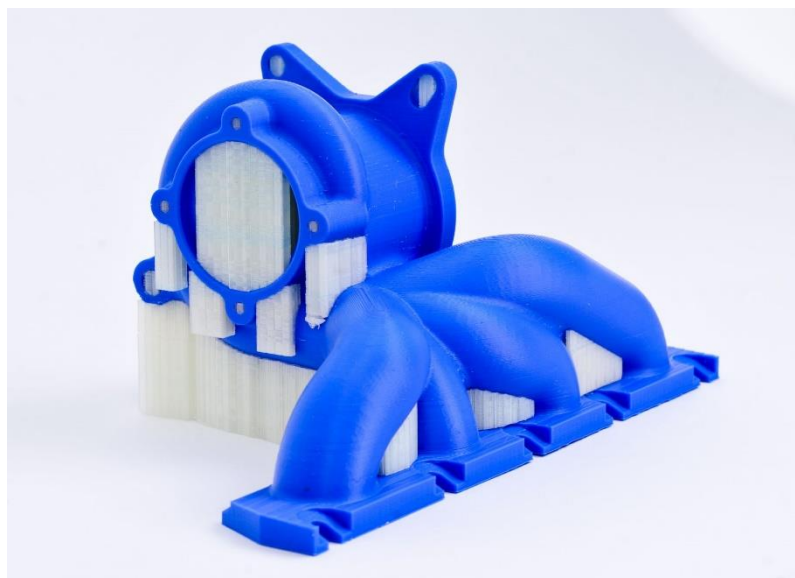
V této podskupině post-processing operací se nachází všechny operace vedoucí k dosažení tvarových a rozměrových hodnot, které jsou pro výrobek předepsány. Pro jednotlivé metody 3D tisku se potřeba aplikace těchto operací liší. V obecném souhrnu do této podskupiny operací můžeme zařadit:

- odstranění podpůrné konstrukce
- odstranění okolního nepoužitého materiálu
- oddělení výtisku od stavěcí desky

2.1.1. Odstranění podpůrné konstrukce

Některé metody 3D tisku vyžadují k výrobě některých částí výtisku tzv. podpůrnou konstrukci. Vždy se jedná o převislé části, které při tisku dané vrstvy nesouvisí se zbytkem výtisku. Výroba podpůrné konstrukce je nutná pro takovéto části výtisku u následujících metod tisku: SLA, FDM, LOM, Poly Jet, InkJet Printing. [1]

Často bývá podpůrná konstrukce vyráběna z jiného materiálu než zbytek výtisku. Použití jiného materiálu může být například z ekonomických důvodů (je levnější), ale i z technických důvodů (je snazší ho následně odstranit). Podpůrnou konstrukci z jiného materiálu lze vyrobit u následujících metod 3D tisku: FDM, Poly Jet a InkJet Printing. U metod SLA a LOM je podpůrná konstrukce ze stejného materiálu jako samotný výtisk. [1]



Obrázek 6: Podpůrná konstrukce, která je po výrobě odstraněna [22]

Možností, jak odstranit podpůrnou konstrukci, je několik. Některé podpůrné konstrukce lze odstranit ručně (odlomením, odříznutím). To však nezanechává povrch výtisku v dobré kvalitě. Tento způsob se používá často u modelů, kde není případná jakost povrchu funkčně důležitá. Pro strojní výrobu je nevhodný. Vhodnějším způsobem je WaterJet. Zařízení, které působením vysokotlakého proudu vody oddělí podpůrnou konstrukci. Tímto způsobem je dosažena vysoká kvalita povrchu. [1]

2.1.2. Odstranění okolního nepoužitého materiálu

Tento proces je obdobou odstranění podpůrné konstrukce. Využívá se ho u metod, které mají výtisk v průběhu výroby obklopený stavěcím materiálem. Tuto operaci je nezbytné provádět u následujících technologií 3D tisku: 3D Printing, EBM, SLA, SLS. Nepoužitý materiál bývá často po odstranění recyklovatelný. Po přečištění lze značnou část použít k výrobě jiného výtisku. [1,5,15]

2.1.3. Oddělení výtisku od stavěcí desky

Při výrobě může být výtisk vyráběn na odnímatelném podstavci, na kterém následně zůstane nebo je pevně přichycen ke stavěcí desce. V těchto případech je potřeba vyrobřit podpůrnou část, která je nakonec odstraněna. Nejčastěji je výtisk ze stavěcí desky odříznut. [1,5,15]

2.2. Operace k dosažení fyzikálních a mechanických vlastností

Tyto operace jsou přímo navázány na vady a nedostatky vzniklé při výrobě vlivem nedokonalosti výrobní technologie nebo vlastnostmi vstupního materiálu. Různé metody výroby 3D tisku vyžadují rozdílné operace. V obecném výčtu se může jednat o tyto operace: tepelné zpracování, infiltrace (někdy označována jako napouštění), vytvrzování UV zářením, broušení, leštění, lakování a barvení. Klíčovou roli při rozhodování, která z těchto operací bude do výrobního procesu zařazena, hraje materiál, ze kterého je výtisk vyroben. Dále technologie, kterou byl výtisk vyroben a v neposlední řadě následné použití výtisku. [1,5,15]

Některé plastové materiály používané k výrobě výtisků potřebují po výrobě k dosažení pevnosti dodatečně vytvrdit, to probíhá pomocí UV záření. Kvalita povrchu výtisků také není u všech metod dostatečně vysoká, a proto je někdy nutné výtisky vybrousit nebo vyleštit. S ohledem na využití (prezentační účely) bývají některé výtisky barveny nebo lakovány. Barevnost používaných materiálů je totiž omezena.

Nejdůležitějšími operacemi jsou bezpochyby tepelné zpracování a napouštění, ty jsou využívány k dosažení požadovaných vlastností u kovových a kompozitních výtisků. Tyto operace umožňují užití výtisků v aplikacích s vysokými nároky na mechanické vlastnosti (pevnost, houževnatost, tvrdost). [1,5,15]

2.2.1. Infiltrace nízko tavitelnými kovy

Proces infiltrace pomocí nízko tavitelných kovů je používán u výrobků z práškových kovů pro dosažení vyšší tvrdosti, pevnosti a hustoty výsledného výrobku. Jedná se o post-processing operaci, která výtisk obohacuje o nový materiál. U většiny post-processing operací je tomu naopak.

Tlaková infiltrace probíhá ve speciálním zařízení, kam je infiltrovaný vzorek uložen. Zde pomocí působení tlaku dochází k infiltraci roztaveného infiltrátu (nízko tavitelná slitina) do otevřených pórů. Póry výtisku jsou postupně zaplněny infiltrátem. Pro úspěšný proces infiltrace je nesmírně důležitá kombinace několika faktorů výtisku, infiltrátu i samotného nastavení procesu infiltrace. [19,20]

K úspěšnému zaplnění pórů přispívá jejich tvar a vhodná velikost. Pokud je pór příliš členitý nedojde k jeho plnému zalití. Důležitý je již samotný otvor, kterým pór ústí na povrch výtisku. V případě příliš malého otvoru nedojde k infiltraci vůbec. [19,20]

U infiltrátu je důležité, aby se jednalo o slitinu s nízkou teplotou tavení. Pokud by byla teplota tavení příliš vysoká, nebylo by možné provést infiltraci výtisku, bez jeho degradace vlivem vysoké teploty. Pro infiltraci se proto nejčastěji používají slitiny mědi, olova a hliníku. [19,20]

Kromě nízké teploty tavení jsou dalšími velice důležitými fyzikálními vlastnostmi infiltrátu smáčivost, vzlínavost a zabíhavost taveniny. Smáčivost je schopnost taveniny se spojit s jiným materiálem. Smáčivost taveniny je hodnocena pomocí stykového úhlu α . Čím menší úhel je dosažen, tím lepší má tavenina smáčivost. Pro úspěšnost infiltrace je potřeba, aby byl stykový úhel v intervalu (0° až 90°). Vzlínavost (někdy též kapilarita) je schopnost taveniny vyplnit úzkou mezeru ve svislém směru. Velikost kapilární síly je určována podle zákonů hydromechaniky pro laminární proudění. Aby mohla kapilární síla působit, nesmí být štěrbinu příliš široká. Zabíhavost je schopnost taveniny vyplnit spáru v materiálu ve vodorovném směru. [19,20]

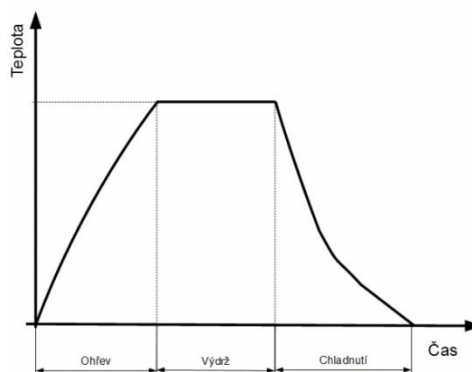
Tlaková infiltrace může být prováděna dvěma způsoby. Pomocí zařízení, kde je tlak vytvářen mechanicky působením pístu na taveninu, která je v přímém kontaktu s výtiskem. Nebo lze k infiltraci použít zařízení využívající tlaku plynu. V druhém

případě je výtisk uložen do komory s integrovanou nádrží s taveninou. Z komory je odsát vzduch, následně je tavenina nalita na výtisk. Do komory je pod tlakem pouštěn inertní plyn, který působí na taveninu a napomáhá infiltraci do otevřených pórů výtisku. Při tomto procesu se využívá tlaku v rozmezí 1 až 10 MPa. [19,20]

2.2.2. Tepelné zpracování

Jedná se bezpochyby o užitečnou metodu úpravy materiálů, jejich vnitřní struktury a v důsledku toho jejich mechanických vlastností. Použitím tepelného zpracování nedochází k výrazné změně tvaru výrobku, jako tomu je u běžných strojních technologií (obrábění, tváření apod.), i přesto lze tepelným zpracováním měnit vlastnosti výrobku. Smyslem této technologie je změna vnitřní stavby, využití fázových změn materiálu a tím u výrobku dosáhnout lepších mechanických vlastností. [2]

Proces souhrnně nazývaný tepelným zpracováním materiálu lze označit sérií činností. Nejprve dochází k cílenému ohřevu na předem definovanou teplotu. Při dosažení teploty je potřeba zajistit ohřev v celé cílové oblasti, tedy zajistit dostatečné prohřátí objemu materiálu. Toho je dosaženo prodlevou při dané teplotě po potřebný čas. Závěrečnou fází procesu je ochlazování. To je nezbytná část procesu, která značně ovlivňuje výslednou strukturu. Pro všechny části procesu tepelného zpracování je potřeba zajistit dostatečnou přesnost v dosažení teploty a rychlosti její změny. K účinnému využití změn dosažených tepelným zpracováním je potřeba vycházet z teoretických znalostí materiálůvých diagramů, ale i křivek chladnutí a jejich vlivu na fázové změny. [2]



Obrázek 7: Schématické znázornění průběhu tepelného zpracování

Do kategorie tepelného zpracování, s ohledem na zlepšení vlastností materiálu, lze také zařadit chemicko-tepelné zpracování. Proces, kdy je do některé z částí procesu ohřev-prodleva-ochlazování, zařazen vliv nějaké chemické látky na povrch výrobku. Tím

je dosaženo chemické reakce a dojde k navázání aplikované látky na částice výrobku. Tím může být dosaženo značné změny mechanických i fyzikálních vlastností. Ve strojní výrobě se nejčastěji používá působení dusíku a uhlíku. Takové procesy se pak nazývají nitridace, cementace nebo v případě jejich kombinace nitrocementování a karbonitridování. [2]

Po ekonomické stránce je proces tepelného zpracování nákladnou operací. Dosažení potřebných teplot a prodlev je značně energeticky náročné. V mnohých případech je to ale jediná cesta, jak dosáhnout u výrobku požadovaných vlastností. Může být tímto procesem dosaženo stavu, kdy značně poklesne hmotnost výrobku při zachování potřebných mechanických vlastností nebo může být značně prodloužena životnost výrobku. V takových případech se tepelné zpracování jako nákladná operace vyplatí. [2]

U výroby pomocí technologie SLM je tepelné zpracování považováno za jednu z post-processing operací. V mnoha případech se dá tepelným zpracováním kompenzovat nedostatek mechanických vlastností, který vznikl v důsledku samotného procesu výroby. A to jako vedlejší účinek výrobních parametrů nebo vinou práškové směsi. [2]

2.2.3. Precipitační vytvrzování

V případě, že chceme dosáhnout zvýšení tvrdosti materiálu, jeho meze kluzu a pevnosti je možné použít technologii precipitačního vytvrzování. Precipitační vytvrzování je typ tepelného zpracování materiálu složeného ze tří samostatných procesů. Tím jsou rozpouštěcí žíhání, ochlazení a proces stárnutí, který může být samovolný nebo umělý. Pro proces precipitace je nezbytné, aby zpracovávaná slitina obsahovala přesycený tuhý roztok. [2]

Proces precipitačního vytvrzování se často využívá u feritických a austenitických ocelí. Dále také u niklových, hliníkových a různých karbidických slitin. Při rozpouštěcím žíhání je slitina zahřata na vhodnou teplotu, pak je ponechána při této teplotě po dostatečně dlouhou dobu, aby došlo k rozpuštění jedné či více fází v tuhém roztoku a následně je provedeno dostatečně rychlé zchlazení za účelem udržení rozpuštěných fází v tuhém roztoku. [2]

Druhou fází procesu je stárnutí, kdy dochází k vyloučení určité fáze. Stárnutí, které proběhne při nezvýšené (pokojové) teplotě nazýváme „přirozené“. Pokud probíhá stárnutí při zvýšených teplotách, jedná se o stárnutí umělé. Tyto teploty musí být dostatečně vysoké, aby docházelo k vyloučení fáze ze zrn, ale teplota nesmí přesáhnout teplotu solidu. Působením zvýšené teploty pod teplotou solidu, začne vylučování fáze s vyšší

koncentrací prvku, kterým je původní fáze přesycena. Při delší výdrži na teplotě stárnutí dochází k nežádoucímu hrubnutí rovnovážného precipitátu, tím klesá tvrdost. Toto stádium označujeme jako přestárnutí. [2]

3. Vady výrobků vyráběných SLM metodou

U technologie SLM dochází velice často při výrobě k výskytu některé z možných výrobních vad. Mezi běžně se vyskytující vady patří např. delaminace vrstev nebo vznik trhlin. Dále může docházet k nedodržení struktury nebo výskytu balling effectu. Některé výtisky jsou po výrobě také značně porézní. Tyto výrobní vady jsou v mnoha případech přímo spojeny s výrobními parametry a někdy je jejich odstranění při výrobním procesu nemožné. Jejich výskyt je často vedlejším účinkem nezbytného nastavení parametrů technologie. Mezi časté příčiny patří velká rychlost laseru, díky čemuž dochází k nedostatečnému natavení granulátu. Častou příčinou bývá také smrštění vlivem špatného odvodu tepla po působení laseru na granulát. [15,16]

3.1. Delaminace vrstev

Další velice zjevnou vadou viditelnou i pouhým okem je delaminace výtisku od stavěcí desky. Tato vada je u metody SLM velice běžná. Vzniká na rozhraní stavěcí desky a prvních několika vrstev spékaného materiálu. Jedná se o odtržení spékané vrstvy od stavěcí desky, které vede ke značnému zablouknutí tuhnutí vrstvy materiálu. Uvolnění napětí většinou vyústí ve vznik trhliny napříč tiskovými vrstvami. [15,16]

Vada je založena na velkých rozdílech v chladnutí materiálu. Dochází k rozdílnému odvodu tepla po tavně prášku v různých směrech. Stavěcí deska pod taveninou odvádí teplo lépe než vzduch nad ní. U tuhnutí vrstvy dojde k tak výraznému smrštění při tuhnutí taveniny, že se až oddělí od stavěcí desky. Tuto vadu lze částečně kompenzovat, nebo ji dokonce předcházet, pokud je stavěcí deska vyhřívána. Což sníží teplotní rozdíl. [15,16]

3.2. Poréznost výtisku

Pórovitost je obecně špatná vlastnost vyskytující se u výrobků z práškových směsí. Při konvenčním slinování je však vlivem použití velkých tlaků značně redukována. Zato u výrobků technologie SLM bývá zastoupení pórovitosti i v řádu desítek procent. [4,15,16]

Vliv na množství vyskytujících se pórů v materiálu má několik faktorů. Mezi časté příčiny patří nevhodná vlhkost granulátu při tisku. Když je granulát nanesený planžetou do stavěcí komory vlhký, energie laseru vlhkost odpaří. Částice páry tak mohou zůstat pod nově tuhnoucí vrstvou materiálu. [4,15,16]

Další možnou příčinou u některých výtisků může být použití organického pojiva (pryskyřice), které se do granulátu přidává ke zlepšení vlastností prášku. Při tavně laserem se pryskyřice roztaví a tím vznikají nežádoucí plyny. [4,15,16,17]

3.2.1. Uzavřené póry

Jedná se o vadu, se kterou bez masivního vnějšího zásahu nelze nic dělat. Uzavřené póry jsou celistvé dutiny plynu uvnitř vytištěného materiálu. Často vznikají vlivem zbytkové vlhkosti granulátu při tisku. [4,15,16]

Většinou se jedná o kulovité dutiny vznikající mezi tiskovými vrstvami. Povrch chladnoucí vrstvy materiálu je značně členitý. Často obsahuje malé dutinky či záhyby, přes které je při výrobním procesu následně nanášena nová vrstva granulátu. Ta je natavena laserem a zatéká do členitého povrchu předchozí vrstvy. Zde však zůstává množství plynů a další sekundárně vznikají odpařením zbytkové vlhkosti nebo roztavením pojiva. Po ztuhnutí nové vrstvy zůstává část plynů uvězněná v dutinách materiálu. Uzavřené póry mívají nejčastěji tvar kuliček, v důsledku snahy plynu zaujmout tvar s nejnižší potřebnou energií. Dutinky jiných tvarů vznikají například spojením více pórů, nebo vlivem trhlin. [4,15,16,18]

3.2.2. Otevřené póry

Druhým typem pórovitosti jsou otevřené póry. Jedná se o dutiny ve výtisku jdoucí z povrchu dovnitř do materiálu. Často vznikají hromaděním pórů napříč vrstvami. Při nanášení nových vrstev nedojde k překrytí dutiny taveninou, a tak se pór zvětšuje napříč vrstvami. Pokud dosáhne dutina až na povrch, můžeme takový pór označit jako otevřený.

Tato vada není tak nežádoucí jako uzavřená pórovitost. Jedná se o vadu, se kterou lze v rámci post-processingu něco udělat. K odstranění otevřených pórů se využívá proces infiltrace. Nejčastěji jsou využívány nízko tavitelné kovy, jako bronz nebo slitiny Al. Tento materiál je ve formě taveniny tlakem infiltrován do pórů. Aby tato post-processing operace byla úspěšná, je nezbytná dobrá smáčivost infiltrátu. [4,15,16,18]

3.3. Nedodržení struktury

Výroba výtisků pomocí aditivní technologie umožňuje tvořit součásti se složitou geometrií. Mohou být vyráběny součásti velice malých a složitých tvarů, které by jinak vyrobit nešly. Pro takovouto výrobu může být nemožné aplikovat obráběcí operace k úpravě výtisku, a proto by měl vytištěný tvar odpovídat rovnou požadovaným rozměrům. Proto je důležité, aby při tištění docházelo k co nejpřesnějšímu dodržení požadovaných rozměrů.

Mezi nesporné výhody SLM technologie patří také možnost odlehčení konstrukce, při zachování mechanických vlastností. Tato konstrukční úprava je nazývána „lattice structure“. Kdy je část výrobku při procesu výroby CAD modelu optimalizována a oblast, která by mohla být vyplněna v celém objemu tištěným materiálem, je vyplněna odlehčenou vnitřní konstrukcí. Jedná se o tištění v předem definované mřížce, která zajistí dostatečnou pevnost a pružnost výtisku, ale dojde k razantnímu snížení hmotnosti. [4,15,16]

Jednou z vad, které je důležité posuzovat při vyhodnocení výtisku, je tedy nedodržení struktury. Ať už se jedná o rozměry celého výrobku, nebo o provedení „lattice structure“, která by při nedodržení mohla vést k deformaci výtisku při zatížení. [4,15,16]

3.4. Výskyt trhlin

Velice častou vadou jsou trhliny. Obecně lze u výrobků technologie SLM dokumentovat dva typy trhlin. Trhliny v horizontální rovině a trhliny ve svislém směru, tedy napříč rovinami tisku. Často lze trhliny zaznamenat i pouhým okem, protože mohou dosahovat délky i několik milimetrů, ale při metalografickém rozboru lze odhalit i mikrotrhliny. [15,16]

3.4.1. Trhliny v rovině tisku

Výskyt trhlin v horizontální rovině, tedy rovině tisku, bývá často spojen se špatně zvolenými parametry tisku. Tyto trhliny většinou vznikají v důsledku velkého teplotního gradientu. V průběhu tisku dochází k akumulaci tepla v již vytištěné části výtisku a ta při nanášení nových vrstev chladne pomaleji. Tím dochází k pnutí v materiálu a jeho uvolnění se projeví odtržením jedné vrstvy od druhé. [4,15,16]

Tuto poruchu lze omezit vhodným nastavením skenované dráhy laseru. Paprsek vždy skenuje jen malou část v dané oblasti. Poté se přesune jinam, například na část

jiného vzorku a následně, když se teplota první oblasti již snížila, tak se vrátí a pokračuje ve skenování. Pro jednotlivé vrstvy se při tisku natáčí směr skenování, tzv. šrafování. Toho se využívá hlavně k lepšímu navázání jednotlivých vrstev. [4,15,16]

3.4.2. Trhliny kolmé na rovinu tisku

Další závažnou vadou jsou trhliny procházející napříč tištěnými vrstvami. Výskyt těchto trhlin je často spojený s výskytem delaminace. Trhlina kolmá na rovinu tisku často odděluje část materiálu, který se vlivem vnitřního pnutí smrští. K šíření těchto trhlin značně přispívá výskyt pórů. V těchto místech dochází k oslabení struktury materiálu jako celku. Na hranicích pórů může docházet ke koncentraci napětí a tím se trhlina dále šíří. [4,15,16]

3.5. Balling effect

Jedná se o makroskopickou vadu materiálu, která u metody SLM vzniká na povrchu v důsledku velkého teplotního gradientu. Roztavený prášek, ze kterého je vzorek vyráběn, se laserem vnesenou energií roztaví a následně na povrchu ztuhne ve formě globulí. Kulovitý tvar je způsoben povrchovým napětím. Natavený materiál se snaží dosáhnout stavu s nejnižší energií. Značná část kuliček při výrobě odpadne a zůstane ve směsi po vyjmutí vzorku z tiskárny. Tyto spečené útvary o rozmanité velikosti kuliček se dají od nenataveného materiálu oddělit (pokud se jedná o velké bloky). V případě malých kuliček se v rámci recyklace tiskového prášku použijí při další výrobě a přetaví se v jiný výrobek. [4,15,16]

4. Struktura materiálu z karbidických prášků

Při výrobě technologií SLM jsou často využívány karbidické prášky. Pro správné metalografické vyhodnocení v experimentální části je potřeba vědět, jak vypadá struktura práškové směsi WC-Co.

Vlastnosti SK závisí na jejich chemickém složení a mikrostruktuře. Důležitý je nejen typ a množství karbidů, ale také velikost karbidických zrn a množství pojiva. Karbid wolframu má hexagonální krystalovou strukturu na rozdíl od karbidů Ti, Ta, Nb, V, a Zr. Ty mají kubickou krystalovou strukturu. [3,15]

Ve směsi WC-Co figuruje jako pojivo kobalt. Je nejpoužívanějším pojivem ve slinutých karbidech vůbec. Hlavně pro svoje vynikající vlastnosti jako jsou smáčivost a adheze. [3,15]

Pro vysokou odolnost k jednoduchému abrazivnímu opotřebení nachází tento SK uplatnění v oblasti řezání kovů. Obsah kobaltu v komerčních SK se pohybuje v rozmezí 3 až 25 hm.%. Velikost částic bývá v rozmezí 0,5 - 5 μ m. Pro použití v technologii SLM bývá směs s použitím pojiva (např. pryskyřice) často upravena na velikost granulí v rozmezí 10 až 150 μ m. [3,15]

V ideálním případě obsahuje mikrostruktura SK WC-Co dvě fáze: ostrohranná zrna WC a Co jako pojivo. V průběhu výroby je nezbytné kontrolovat obsah uhlíku. Pokud by byl příliš vysoký, následně by se ve struktuře mohl vyskytnout volný grafit. V případě nedostatku uhlíku by mohlo dojít k tvorbě řady podvojných karbidů (W_3Co_3C), známých jako η -fáze, způsobující nepříznivé zkřehnutí. [3,15]

Do práškových směsí WC-Co je někdy přidán i ocelový prášek. Uložení železa v takové struktuře je v matici s kobaltem a legujícími prvky. Výslednou strukturu ovlivňuje nejen tuhnutí při tavení prášku laserem při tvorbě jednotlivých vrstev, ale také pozdější tepelné zpracování. Vlivem působení tepla dochází ke změně velikosti zrn, ke vzniku nových fází nebo precipitátů. [3,15]



Obrázek 8: Mikrostruktura 97WC-3Co
(středně velká zrna) [3]



Obrázek 9: Mikrostruktura 85WC-15Co
(hrubá zrna) [3]

Experimentální část

Experimentální část popisuje výrobu a pozdější zpracování SK technologií SLM. Charakterizuje použitý vstupní materiál a zvolené parametry výroby vzorků na 3D tiskárně typu SLM. V další části pak popisuje úpravy vzorků, které mohou následovat po jejich vytištění. Cílem těchto úprav je docílení požadovaných vlastností vzorků, tj. snížení jejich porézности, zvýšení kvality jejich povrchu a zlepšení mechanických vlastností.

V rámci experimentální části byl proveden metalografický rozbor na vzorcích vyrobených metodou SLM při použití různých parametrů výroby a použití rozdílných post-processing operací. Vyhodnocovány byly vzorky WC-Co, WC-Co infiltrované hliníkovou slitinou a WC-Co s příměsí ocelového prášku před a po tepelném zpracování. Experiment byl prováděn s cílem zjistit množství vad vyskytujících se ve struktuře jednotlivých výtisků a na jejich povrchu. Následně naměřené výsledky vzájemně porovnat a určit, zdali je vliv post-processing operací přínosný. Výsledky experimentu byly shrnuty v závěru.

Cílem tohoto rozboru bylo:

- Popsat a vyhodnotit jednotlivé typy vyskytujících se vad u různých výtisků technologie SLM (materiál Ceratizit CTE50A a SD251 PH1)
- Popsat struktury, které se u vzorků po tisku vyskytují
- Popsat vliv tepelného zpracování na strukturu materiálu

5. Výroba vzorků

K výrobě zkoumaných vzorků byla použita 3D tiskárna SLM 280 společnosti SLM Solutions z TU Liberec. Vyrobeno bylo několik sad vzorků. První sada byla vyráběna z prášku WC-Co. V druhé sadě byla prášková směs obohacena o ocelový prášek. V rámci první sady byly jednotlivé vzorky tištěny s rozdílnými parametry. Proměnné parametry byly výkon laseru, skenovací rychlost, množství absorbované energie a použití dvou druhů ochranné atmosféry. Část těchto vzorků byla ve fázi post-processing operací infiltrována hliníkovou slitinou.

Druhá sada vzorků byla vyráběna při stejných výrobních parametrech, ale část vzorků byla podrobena tepelnému zpracování. Všechny vzorky jsou tištěny ve formě krychliček o hraně 10 mm. Na stavěcí desku je v průběhu výroby vytištěno 20 vzorků.

Kombinace výrobních parametrů u první sady umožňuje porovnat jejich vliv na tvorbu, výskyt a rozložení různých výrobních vad.



Obrázek 10: Stavěcí deska s vytištěnými vzorky

5.1. Použitý experimentální materiál

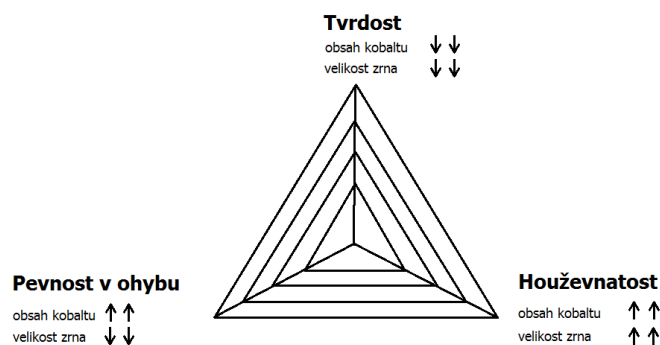
První sada vzorků byla vyrobena z práškové směsi Ceratizit CTE50A. Jedná se o hrubozrný prášek WC-Co. Podle předpisu dané směsi se jedná o granulát s velikostí zrn nad 6 μm s obsahem pojiva 25 %. Částice tohoto prášku jsou vzájemně drženy pohromadě působením adhezivních sil. Díky tomu tvoří granule o velikosti cca 50-350 μm . Složení a vlastnosti výrobků, které byly z této směsi vytvořeny konvenční technikou slinování jsou shrnuty v tabulce č. 1.

Pojivo (Co)	25,0 [m %]
Hustota	13,15 [g/cm ³]
Tvrdość HV10	760
Pevnost v ohybu	2800 [MPa]
Lomová houževnatost	26,0 [MPa*m ^{1/2}]
Pevnost v tlaku	3200 [MPa]
E-modul	450 [GPa]
Tepelná vodivost	97 [W/mK]
Koeficient tepelné roztažnosti	6,8 [10 ⁻⁶ /K]

Tabulka 1: Vlastnosti směsi CTE50A

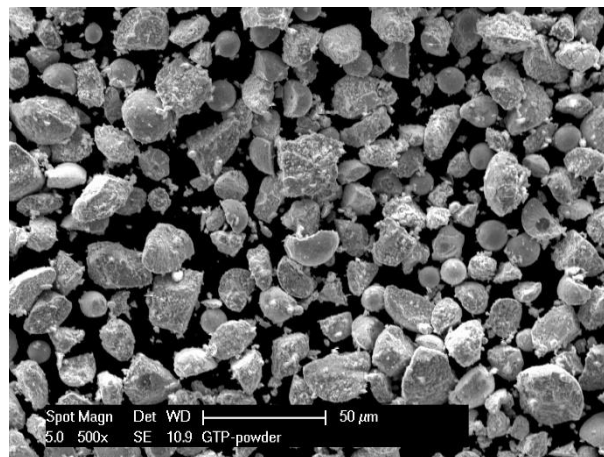
Pro tisk byl zvolen hrubozrnný prášek záměrně. Pro technologii SLM je nevhodné používání jemnějších směsí. Převážně z provozně technických důvodů. Hrozí nebezpečí vniknutí menších částic do filtračního systému tiskárny. Pro dobrou kvalitu výtisku je důležité, aby směs neobsahovala zbytečnou vlhkost. Ta při tisku vede k vyšší pórovitosti. Důkladné promíchání složek směsi je také velice důležité. Přispívá k homogenní struktuře. Špatně promísená směs vede k hromadění jednotlivých složek (například ložiska čistého pojiva uvnitř struktury).

Na výsledné mechanické vlastnosti má velký vliv procentuální zastoupení pojiva ve směsi. U různých hrubozrnných směsí se obsah pojiva pohybuje mezi 10-30 %. Tato konkrétní směs obsahuje 25 % kobaltu. Což predikuje pro vytištěné vzorky vyšší houževnatost a pevnost v ohybu s nižší tvrdostí materiálu. Vliv obsahu pojiva na mechanické vlastnosti materiálu je patrný z obrázku 11.



Obrázek 11: Vliv obsahu pojiva a velikosti karbidických zrn na mechanické vlastnosti

Pro výrobu druhé série vzorků byla zvolena směs karbidického prášku WC-Co s obsahem pojiva 11 %. Do výsledné směsi bylo přidáno 10 % prášku EOS StainlessSteel



Obrázek 12: Prášková směs WC-Co a EOS PH1 při zvětšení 500x

PH1. Prášek EOS StainlessSteel PH1 je legovaná nerezová ocel ve formě jemného prášku o velikosti granulátu $22,7 \pm 6,4 \mu\text{m}$. Dle chemického složení je ocelový prášek legovaný těmito prvky: 14 - 15,5 % Cr, 3,5 - 5,5 % Ni, 2,5 - 4,5 % Cu a obsahuje také do 1 % množství dalších prvků (Mn, Si, Mo, Nb). Chemie této směsi splňuje požadavky DIN 1.4540.

Tento druh oceli se vyznačuje dobrou odolností proti korozi a vynikajícími mechanickými vlastnostmi. Takováto ocel je často používána ve zdravotnickém nebo leteckém průmyslu. Ale i při dalších inženýrských aplikacích vyžadujících vysokou tvrdost, pevnost a odolnost proti korozi.

5.2. 3D tiskárna

Vzorky byly vyráběny v kooperaci s TU Liberec, kde byly vytištěny na 3D tiskárně SLM 280. Zde proběhla výroba všech vzorků. Část první série byla následně zaslána k dalšímu zpracování na univerzitu v Gliwicích v Polsku. Zde byly vzorky podrobeny post-processing operaci infiltraci pomocí hliníkové slitiny. Po výrobě druhé série byla část vzorků odebrána a vzorky byly tepelně zpracovány. Tepelné zpracování probíhalo v laboratořích KMM/FST na ZČU v Plzni.

Výroba na tiskárně SLM 280 byla zvolena hlavně pro možnost tiskárny pracovat při různých parametrech nastavení. Část vzorků byla tištěná v dusíkové ochranné atmosféře, pro výrobu ostatních vzorků byl použit jako ochranný plyn argon.



Obrázek 13: 3D tiskárna SLM 280 [27]

Na jedné stavěcí desce je vždy tištěna celá série vzorků. A to za použití kombinace tiskových parametrů. Při výrobě jednotlivých vzorků se tiskové parametry liší výkonem laseru, který byl pro některé vzorky 40 W pro jiné až 360 W. Další rozdíly při výrobě jsou u skenovací rychlosti, ta byla pro některé vzorky 10 mm/s pro jiné až 300 mm/s.

V příložené tabulce 2. jsou zaznamenány výrobní parametry vzorku označeného S2V2, který byl použit k metalografickému rozboru vad a struktur, které vznikly během jeho zpracování aditivním zařízením.

Výkon laseru	280 [W]	Úhel šrafování	90 [°]
Skenovací rychlost	233 [mm/s]	Tlak v komoře	15 [mbar]
Celková absorbovaná energie	100 [J/mm ³]	Ochranná atmosféra	Argon
Délka dráhy laseru	7,5 [mm]	Tloušťka vrstvy	100 [μm]
Stopa laseru	0,12 [mm]	Rychlost recouteru	1400 [mm/s]
Typ šrafování	lineární	-	-

Tabulka 2: Parametry tisku vzorku S2V2

5.3. Post-processing zpracování výtisků

Post-processing operace jsou prováděny na hotových výtiscích za účelem zvýšení kvality výtisku. Tyto operace upravují fyzikální a mechanické vlastnosti tištěného materiálu. Pro část první série vzorků byla zvolena, jako post-processing operace infiltrace.

Jedná se o proces, kdy se působením tlaku dostává roztavená slitina do otevřených pórů a trhlin na povrchu výtisku. Pro úspěšnost procesu infiltrace je potřeba, aby infiltrát byl tavitelný při nízkých teplotách (do 650 °C). V opačném případě by mohlo docházet k deformaci samotného výtisku vlivem působení tepla. K infiltraci se proto používají nízko tavitelné slitiny. Nejčastěji jsou využívány bronzы a slitiny hliníku. Při infiltraci vzorků z první série byla použita hliníková slitina s příměsí křemíku, tedy silumin. Křemík ve slitině snižuje viskozitu, což vede k lepší zabíhavosti taveniny do pórů a trhlin na povrchu výtisku. Smyslem této post-processing operace je zvýšení pevnosti celého vzorku a snížení obsahu pórovitosti.

Část druhé série vzorků byla při post-processingu tepelně zpracována. Tepelné zpracování bylo zařazeno za účelem pozměnit mechanické vlastnosti výtisku. Dosáhnout zvýšení tvrdosti a snížit pórovitost. Vzorky před vlastním tepelným zpracováním byly očištěny a zabaleny do kalici fólie. Zabalení do fólie bylo zařazeno do procesu tepelného zpracování k ochraně vzorků proti nežádoucím účinkům vzduchu (nadměrné oxidaci povrchu). Zabalené vzorky byly umístěny do atmosférické žíhací pece a byly podrobeny

rozpouštěcímu žhání. To probíhalo při teplotě $1038\text{ °C} \pm 14\text{ °C}$ po dobu 1 hodiny. K ochlazení vzorků byla jako chladicí médium zvolena voda.



Obrázek 14: Výtisky před zabalením do kalící folie

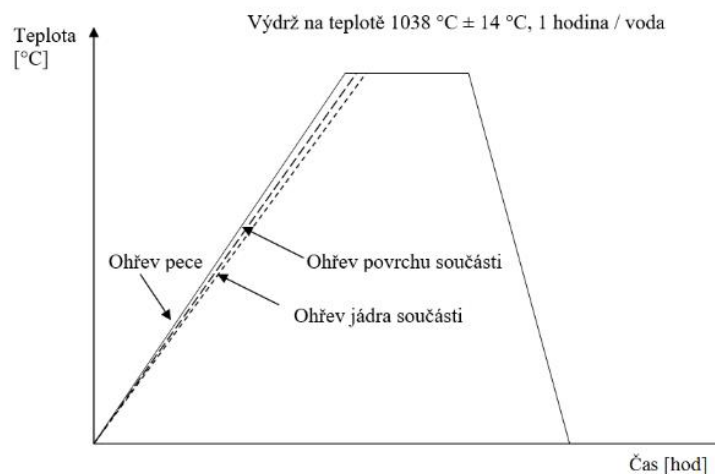


Obrázek 15: Uložení vzorků v žhací peci

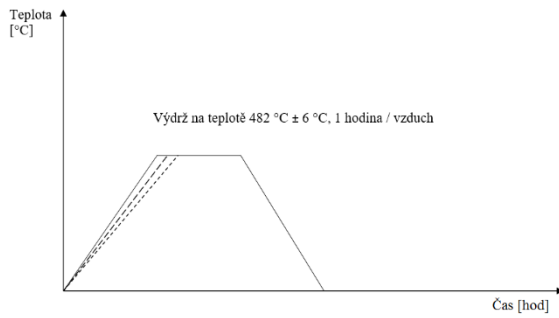
Po rozbalení kalící folie byly vzorky rozděleny do tří skupin a pro každou skupinu byl vybrán jiný druh stárnutí. Skupiny byly označeny jako: H900, H925 a H1025. Průběh jednotlivých tepelných režimů stárnutí je uveden v tabulce 3. a na přiložených grafech.

Podmínky	Teplota		Čas		Ochlazovací prostředí
H900	482 °C	$\pm 6\text{ °C}$	1 hodina	+ 15 minut/ - 0	Vzduch
H925	496 °C	$\pm 6\text{ °C}$	4 hodiny	+ 30 minut/ - 0	Vzduch
H1025	552 °C	$\pm 6\text{ °C}$	4 hodiny	+ 30 minut/ - 0	Vzduch

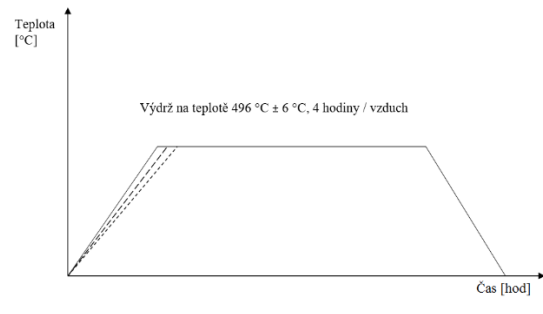
Tabulka 3: Parametry stárnutí výtisků



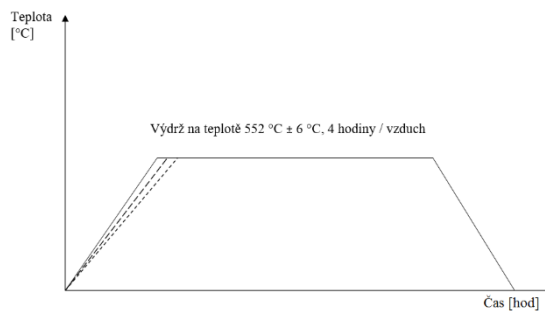
Obrázek 16: Graf rozpouštěcího žhání



Obrázek 17: Graf stárnutí H900



Obrázek 18: Graf stárnutí H925



Obrázek 19: Graf stárnutí H1025

6. Dokumentace výskytu vad

U vytištěných vzorků byl zkoumán výskyt vad a jejich četnost. První vady byly pozorovány již pouhým okem a následně pod lupou při zvětšení 10x. Pozorováním vzorků před a po naleptání na světelném mikroskopu při různých zvětšeních (25x až 1000x) byly zdokumentovány další převážně mikrostrukturní vady.

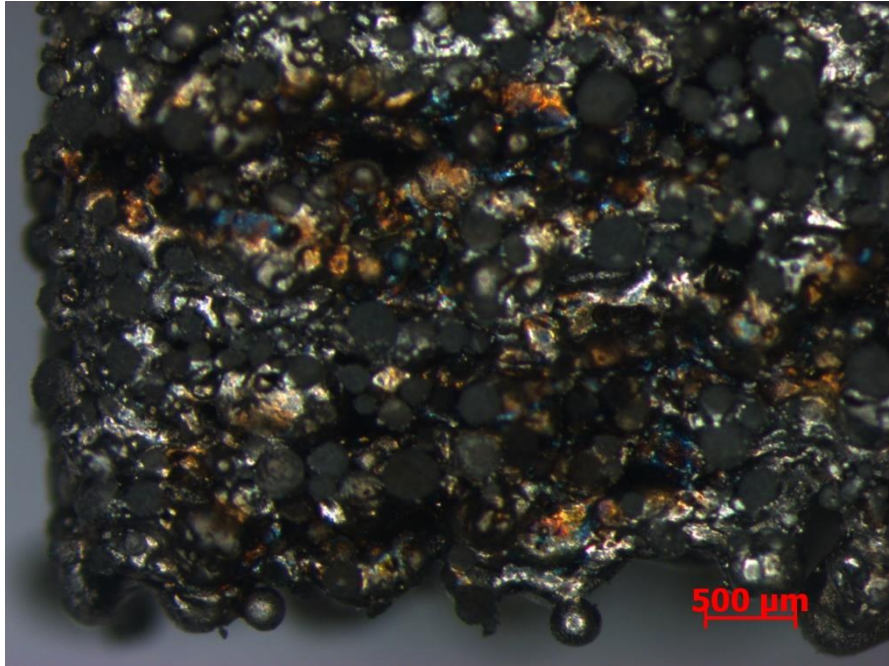
6.1. Vady na povrchu

Pozorováním povrchu vytištěných vzorků byly nalezeny následující vady: balling effect, delaminace, a trhliny. Tyto vady byly nafoceny a byla provedena analýza příčin jejich vzniku.

6.1.1. Balling effect

V rámci pozorování byl výskyt balling effectu potvrzen u všech zkoumaných vzorků před aplikací post-processing operací. Výskyt této vady byl pozorován nejvíce na povrchu poslední tištěné vrstvy. Jednalo se o výskyt kulovitých útvarů o velikosti 50-250 μm . Tyto útvary jsou mnohdy s výtiskem spojeny jen pomocí slabého krčku, a proto často dochází

k jejich oddělení. V některých případech došlo k odlomení kulovitěho útvaru od výtisku při manipulaci se vzorkem. To vedlo k dalšímu narušení povrchu výtisku.



Obrázek 20: Ukázka balling effectu na povrchu vzorku S1V6

Výskyt balling effectu byl následně potvrzen i v dalších vrstvách uvnitř výtisku. Výskyt balling effectu byl potvrzen na základě metalografického broušení, kdy docházelo při broušení vzorků k vytrhávání kulovitých částic z broušeného povrchu. To často vedlo k poškození brusného plátna.

U impregnovaných vzorků se kuličkování nedá pozorovat přímo na povrchu výtisku, jelikož je povrch překryt vrstvou infiltrátu, ale jeho výskyt je u technologie SLM nezpochybnitelný. Vrstva infiltrátu je dostatečně vysoká, aby zalila globule základního materiálu. O výskytu této vady se lze přesvědčit při broušení povrchu.

Výskyt balling effectu byl potvrzen i u vzorků po tepelném zpracování. U těchto vzorků byl zaznamenán výskyt menšího množství kulovitých útvarů na povrchu než u vzorků před tepelným zpracováním. To však bylo způsobeno manipulací se vzorky, kdy došlo k oddělení mnoha částic spojených jen slabým krčkem. Samotné tepelné zpracování vliv na výskyt balling effectu nemělo.

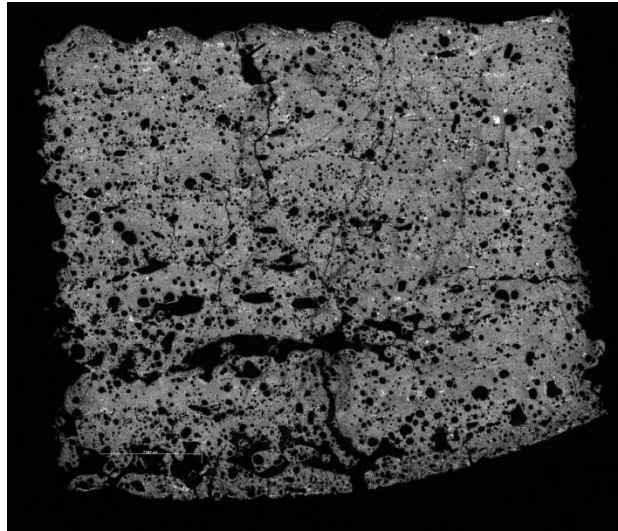
6.1.2. Delaminace od základní desky

Téměř u všech zkoumaných vzorků byla pozorovaná část výtisku ovlivněná delaminací. Z výrobních parametrů víme, že předehřev stavěcí desky při výrobě neprobíhal. Což by vedlo ke snížení teplotního rozdílu při chladnutí nataveného prášku. Na všech broušených

vzorcích se výskyt delaminace projevil i vznikem masivní trhliny napříč tiskovými rovinami. Vrstva zaoblená po smrštění materiálu u některých vzorků dosahovala tloušťky až 2 mm. Hloubka trhliny vzniklé v důsledku delaminace, ale dosahovala i hloubky 3 mm. Což u vzorků o celkové tloušťce 10 mm je výrazná část. Pro budoucí výroby by platilo, že celá tato vrstva by musela být následně odstraněna, například broušením. Tato vada jinou než obráběcí post-processing operací odstranit nelze.



Obrázek 21: Delaminace spodních vrstev vzorku od stavěcí desky



Obrázek 22 Delaminace spodních vrstev vzorku v řezu

6.2. Vady uvnitř materiálu

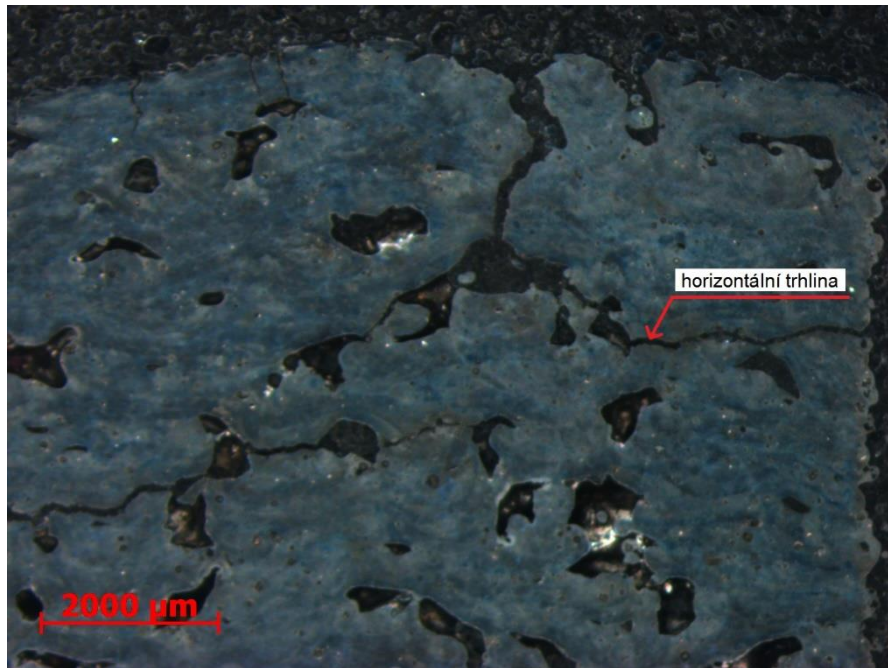
Další vady zdokumentované při zkoumání vzorků byly nalezeny po provedení metalografického výbrusu. Jednalo se o výskyt různých dutin uvnitř výtisků. V některých případech se jednalo o výskyt trhlin, ale nejvíce byl zaznamenán rozsáhlý výskyt pórů.

6.2.1. Trhliny

Na zkoumaných vzorcích byly nalezeny dva typy trhlin. Trhliny v horizontální rovině a trhliny ve svislém směru (napříč rovinami tisku). Některé tyto trhliny dosahovaly délky i několik milimetrů. Jiné trhliny byly odhaleny až při pozorování na mikroskopu.

6.2.1.1. Trhliny v rovině tisku

U všech zkoumaných vzorků byl pozorován výskyt trhlin v horizontální rovině, tedy rovině tisku. Jednotlivé trhliny byly rozmístěny náhodně v různých rovinách tisku. U všech vzorků byl zaznamenán výskyt více než jedné takovéto trhliny. Tyto trhliny vždy vyústily na povrch výtisku a většina z nich dosahovala několika milimetrů. Velice často docházelo k propojení s dalšími vadami. Trhliny často prostupovaly skrz póry.

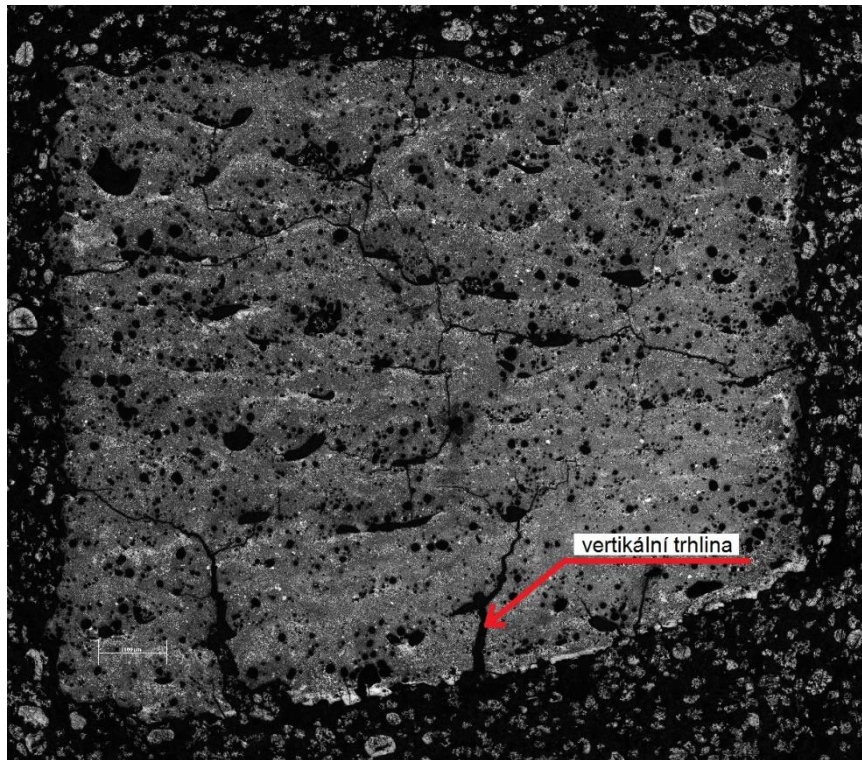


Obrázek 23: Trhliny v horizontální (tiskové) rovině prostupující póry

Vznik těchto trhlin je často spojený se špatnou volbou parametrů tisku. Trhliny jsou projevem pnutí v důsledku špatného odvodu tepla při chladnutí natavené vrstvy. To ovlivňuje parametry jako: délka skenované dráhy, rychlost pohybu laserového spotu nebo předehřev. Při výrobě těchto vzorků byla zvolena délka skenované dráhy 7,5 mm. Pro jednotlivé vrstvy se při tisku natáčí směr skenování, tzv. šrafování. To se využívá hlavně k lepšímu navázání jednotlivých vrstev. Rychlost laserového spotu ovlivňuje kvalitu natavení prášku a předehřev snižuje teplotní rozdíly ve fázi tuhnutí nataveného materiálu. Značný výskyt těchto trhlin u všech vzorků vede k předpokladu, že některý ze zvolených výrobních parametrů nebyl optimální. Pravděpodobně se jednalo o vysokou rychlost pohybu laserového spotu a absenci předehřevu.

6.2.1.2. Trhliny kolmé na rovinu tisku

Všechny zkoumané vzorky obsahovaly také trhliny jdoucí kolmo nebo šikmo napříč rovinami tisku. Takovéto trhliny byly vždy na spodní straně výtisků, jako projev uvolnění napětí vzniklého při delaminaci výtisku. Tyto trhliny procházely vždy z povrchu do materiálu. Na povrchu dosahovaly šířky až 0,3 mm. Svoji délkou zasahovaly i několik milimetrů do výtisku.



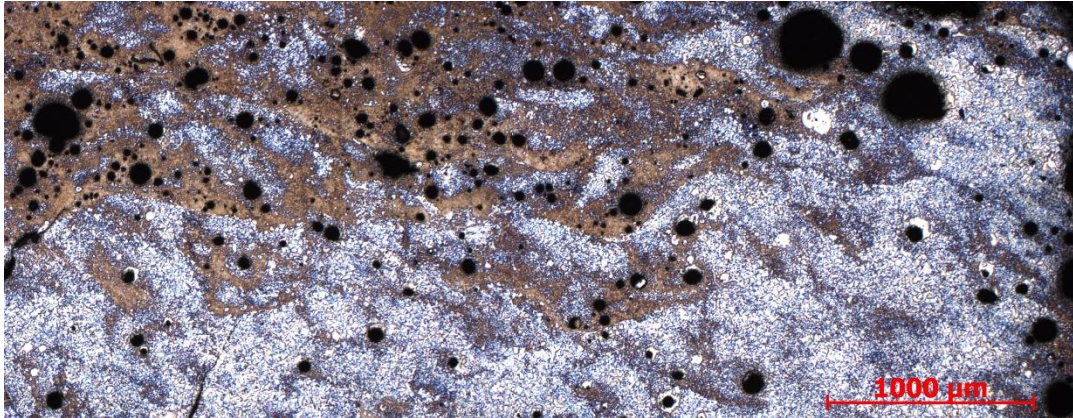
Obrázek 24: Trhliny kolmo na rovinu tisku vzniklé vlivem delaminace od staveční desky

U zkoumaných vzorků se také vyskytovaly trhliny uvnitř výtisku. Jednalo se o trhliny dosahující často délky do 1 mm o šířce do 0,1 mm. Tyto trhliny často vznikaly mezi dvěma a více uzavřenými póry.

6.2.2. Pórovitost

Největším problémem zkoumaných vzorků je značný výskyt pórů. Všechny zkoumané vzorky obsahují jak otevřené, tak uzavřené póry. Míra pórovitosti se u jednotlivých vzorků značně liší. A to nejen u vzorků s rozdílným post-processing zpracováním, ale i u dvou vzorků ze stejného materiálu, se stejnou výrobní historií. Hodnota dosažené pórovitosti není parametr výtisku, který by bylo možné jednotným postupem totožně

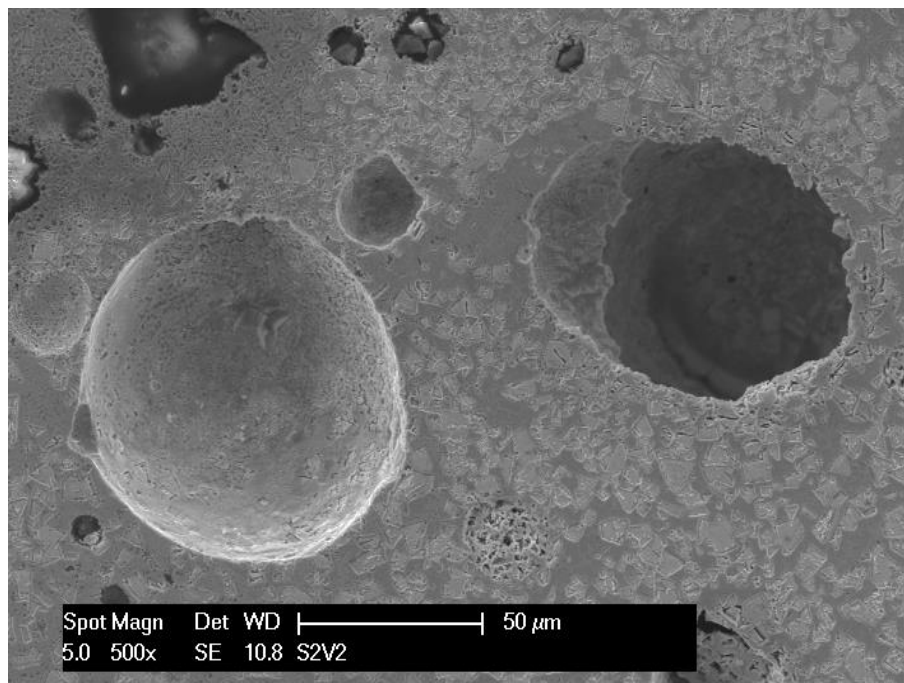
replikovat. Obsah pórovitosti je u stejně vyráběných vzorků tedy definován intervalem procentuálního zastoupení.



Obrázek 25: Uzavřené póry ve vzorku S2V4 viditelné na světelném mikroskopu při zvětšení 25x

6.2.2.1. Uzavřené póry

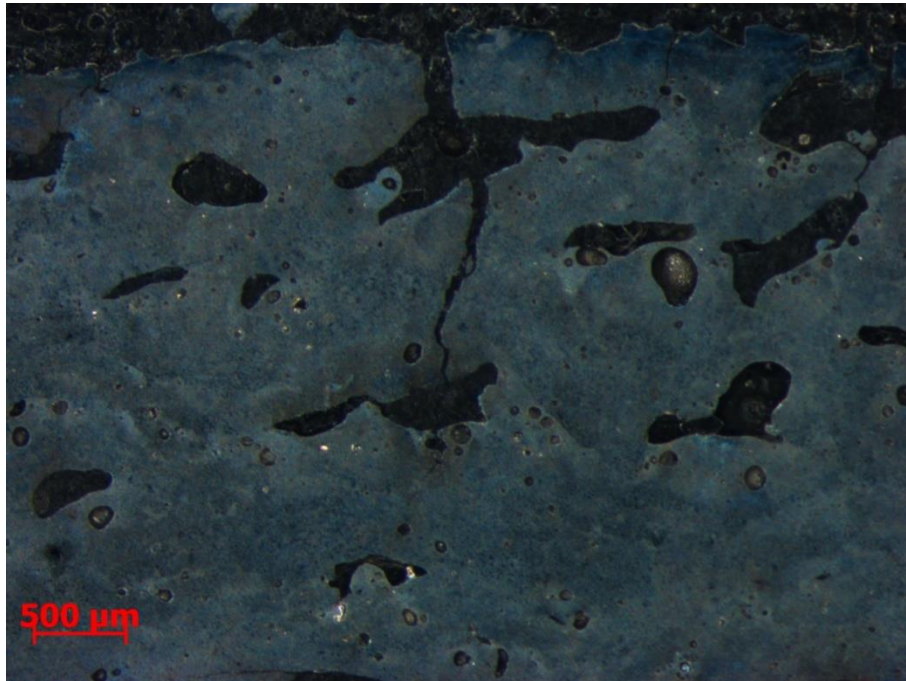
Většina pozorovaných pórů patří do skupiny uzavřených pórů. Nejčastěji byly zdokumentovány póry kulovitého tvaru, které vznikají v důsledku uzavření objemu plynu v tavenině. Všechny vzorky obsahovaly několik velkých pórů o velikosti několika tisíců μm^2 a dále několik set pórů o velikosti do $100 \mu\text{m}^2$.



Obrázek 26: Uzavřené póry při zvětšení 500x

6.2.2.2. Otevřené póry

Druhým typem pozorovaných pórů jsou otevřené póry. Často se jednalo o dutiny vzniklé propojením více pórů, nebo propojením s trhlinou. Tyto póry jdou z povrchu výtisku do materiálu. Z celkového počtu pórů ve výtiscích se jednalo o minoritní část. S otevřenou pórovitostí se však dá pracovat aplikací vhodné metody post-processingu.



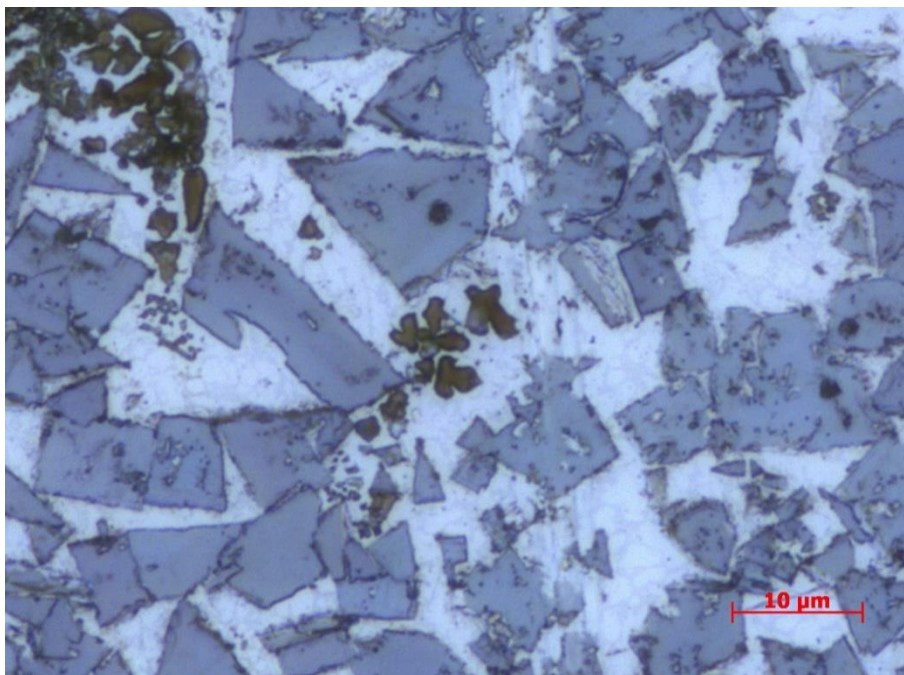
Obrázek 27: Otevřené póry jdoucí z povrchu vzorku do materiálu

K odstranění otevřených pórů byl aplikován proces infiltrace. Použitý infiltrát však otevřené póry u zkoumaných vzorků nezaplnil, a proto byl výskyt otevřených pórů u všech výtisků téměř stejný.

7. Metalografický rozbor vzorků

Pro zhodnocení kvality průběhu výroby vzorků, bylo potřeba provést strukturní rozbor. Vybroušené vzorky první skupiny byly naleptány, pro zvýraznění vnitřní struktury. Proces leptání probíhal ve dvou krocích. Pro leptání byla připravena čerstvá leptadla Murakami a roztok kyseliny chlorovodíkové. Leptadlo Murakami se skládá z $K_3Fe(CN)_6$, $Na(OH)$ a destilované vody. A to v poměru 1:1:10. Druhé leptadlo byla koncentrovaná HCl a destilovaná voda namíchaná v poměru 1:1.

Jednotlivé vzorky byly naleptány ve dvou fázích. V první fázi byly vzorky leptány po dobu 5 vteřin pomocí leptadla Murakami (předpis pro leptání v první fázi udává časový interval 2-10 vteřin). Naleptané vzorky byly následně očištěny v ultrazvukové čističce. První fáze leptání měla odhalit ve vnitřní struktuře výskyt η fáze WC. Ta vzniká při výrobě vlivem příliš vysoké koncentrace energie laseru. Jedná se o podvojný karbid W_3Co_3C , který je pro výslednou strukturu nežádoucí. Po přezkoumání vzorků pod světelným mikroskopem bylo zjištěno, že ve všech vzorcích v obou skupinách se nachází η fáze lokálně koncentrovaná v hloučcích, rozmístěná mezi velkými karbidickými zrny. Eta fáze lze na snímcích vidět jako oranžovo-hnědá zrna (viz obrázek 28).

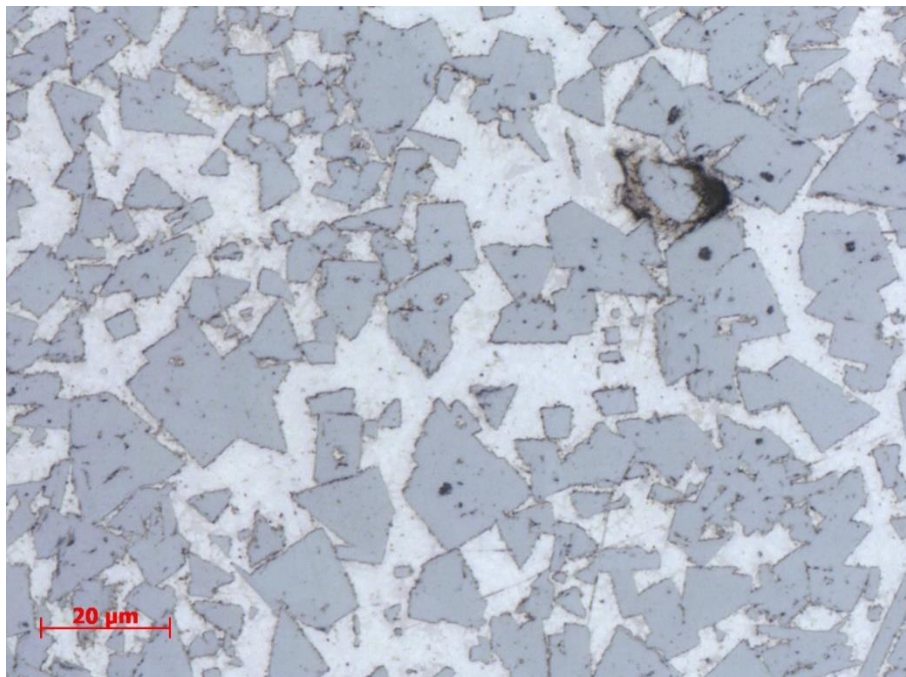


Obrázek 28: Eta fáze ve vzorku S2V2 (malé oranžovo-hnědé útvary)

Druhá fáze procesu leptání navazuje na první. Vzorky se nemusí nijak upravovat. Vzorky byly na dobu 3 minut umístěny do leptadla Murakami (předpis uvádí 3-4 minuty). Očištěné byly následně leptány 10 vteřin roztokem HCl a po dalším očištění navraceny na 20 vteřin do leptadla Murakami.

Tímto procesem bylo dosaženo zviditelnění celé struktury materiálu. Lze pozorovat základní karbidická zrna WC (jako šedé ostrohranné útvary). Pozorováním na světelném mikroskopu bylo zjištěno, že v materiálu nejsou tato zrna, s ohledem na jejich velikost, rozložena rovnoměrně. Ve struktuře se nachází místa s vysokou koncentrací velkých zrn (délka hrany 5-20 μm) a místa jemnozrnná (zrna do 5 μm délky).

U vzorků podrobených infiltraci se v oblastech blízkých povrchu očekávalo nalezení alespoň malého množství infiltrované hmoty. Ta byla očekávána v některých otevřených pórech, kam v průběhu infiltrace měla zatéct. U naleptaných vzorků se při pozorování na mikroskopu infiltrát v pórech nalézt nepodařilo. Následná chemická analýza na ŘEM výskyt infiltrátu také nepotvrdila. Příčiny neúspěšné infiltrace jsou pravděpodobně ve špatně zvolených parametrech infiltrace. Nejpravděpodobnější chybou byla špatná smáčivost a zabíhavost infiltrátu, nebo nízký tlak při infiltraci. K neúspěšné infiltraci také přispívá malý průměr otevřených pórů a jejich tvar.



Obrázek 29: Struktura vzorku S2V2, karbidická zrna (ostrohranné šedé útvary), Co pojivo (bílé)

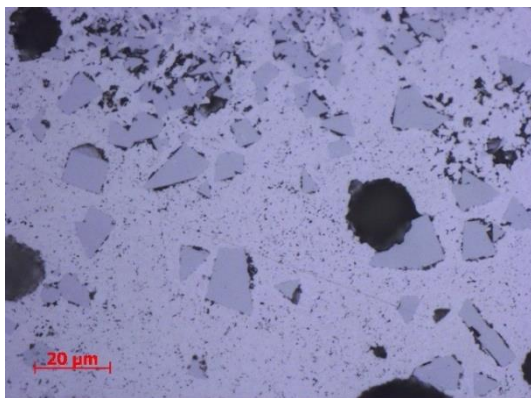
Druhá skupina vzorků byla při vyhodnocování struktury připravována jiným postupem. Vždy byly připravovány dva vzorky se stejnými tiskovými parametry a stejnou historií tepelného zpracování. Vzorky však byly zkoumány ve dvou rovinách. Jeden ze vzorků byl vždy zalit polymethylmethakrylátem v rovině tisku. Druhý vzorek byl otočen o 90° a následné broušení bylo prováděno napříč všemi rovinami tisku.

U první skupiny vzorků nastaly při přípravě metalografického výbrusu potíže s broušením. I přesto že byla zvolena malá přitlačná síla 10 N a jemné brusné plátno o zrnitosti 1200. Přesto docházelo k tak značnému vytrhávání částic, že se vždy podařilo vybrousit maximálně 50 % plochy. Ve zbylé části vzorku vždy zůstaly dutiny, nejen od pórovitosti ale převážně od vytrhaných částic výtisku. K masivnímu vytrhávání částic vede velký výskyt povrchových vad „balling effectu“ v rovinách tisku.

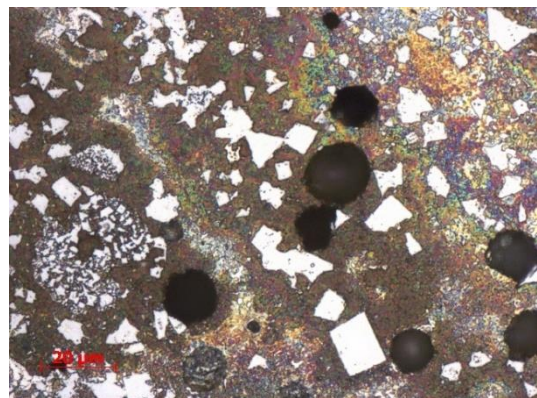
Vzorky broušené napříč tiskovými rovinami se podařilo připravit v dostatečné kvalitě, aby mohlo být provedeno vyhodnocení struktury a provedeny potřebné analýzy. I přesto byla příprava časově velice náročná. Maximální přitlačná síla, kterou bylo možné aplikovat při broušení a leštění byla pouze 20 N. Proces broušení a leštění se tedy celkově pohyboval v intervalu 3 až 5 hodin.

Na připravených vzorcích byla provedena analýza obsahu pórovitosti. Dále také dokumentace výskytu trhlin a po naleptání i zkouška tvrdosti karbidických zrn, precipitátů a matrice.

Úprava vzorků pro zviditelnění struktury probíhala ve dvou fázích. Nejprve byly vzorky naleptány pomocí roztoku Adler a posléze byla použita směs Murakami. Pomocí roztoku Adler byla naleptána struktura ke zviditelnění karbidických zrn a okolní matrice. Vzorky byly leptány po dobu 10 vteřin. Následně probíhalo leptání pomocí Murakami po dobu 5 vteřin za účelem zviditelnit jednotlivé karbidické fáze.



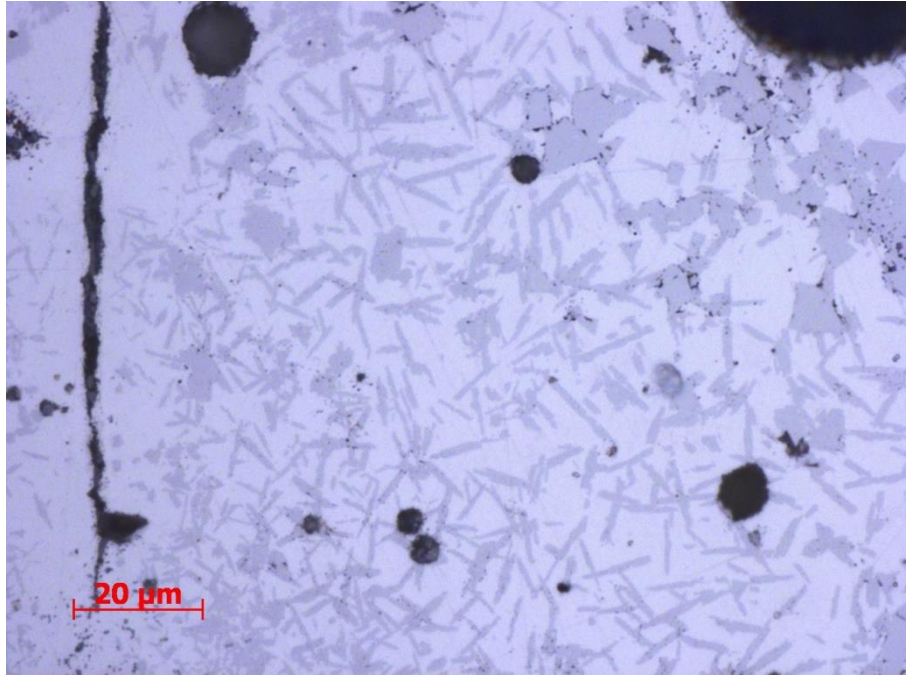
Obrázek 30: Vzorek PH1V4 (WC-Co s příměsí oceli, bez tepelného zpracování), leptáno leptadlem Adler



Obrázek 31: Vzorek PH1V4 (WC-Co příměsí oceli, bez tepelného zpracování), leptáno leptadlem Murakami

U vzorků, které byly podrobeny tepelnému zpracování, byla zaznamenána změna ve struktuře. Ve vzorcích byla pozorována nejen běžná karbidická zrna, ve tvaru trojúhelníků a čtyřúhelníků o hraně 5 až 15 μm . Byl zde pozorován výskyt velkého množství precipitátů. Precipitáty zaujímaly tvar dlouhých obdélníků o délce až 20 μm a šířce v rozmezí 1 až 5 μm .

Při pozorování různých vrstev výtisků, bylo zjištěno, že struktura tepelně zpracovaných vzorků není v objemu promíchána rovnoměrně. Ve struktuře se vyskytují oblasti pouze karbidických zrn v matrici, ale také lokální ložiska precipitátů. V jiných částech výtisků byl výskyt precipitátů a karbidických zrn nahodilý.



Obrázek 32: Výskyt precipitátů (dlouhá šedá zrna) ve vzorku H1025

8. Kvantifikace pórovitosti

Určení množství pórovitosti v celém objemu je poměrně důležitá analýza. Rostoucí hodnota pórovitosti značně snižuje kvalitu materiálu. Dochází ke snížení hodnoty většiny mechanických vlastností a tím se stává výrobek pro technické využití nepoužitelným.

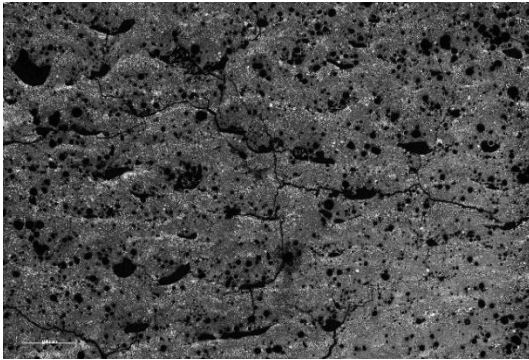
Pro alespoň přibližné určení obsahu pórů ve výtisku lze použít jednoduchý výpočet hustoty. Největší výhodou této metody je nedestruktivnost testování vzorků a vysoká rychlost provedení. Pro výpočet je potřeba změřit vnější rozměry vzorku a spočítat jeho objem a vzorek zvážit. Vypočítaný objem bude značně zaokrouhlený, protože vzorky mají nepravidelný tvar. Pro zjištění orientační hodnoty pórovitosti to ale stačí. Druhou potřebnou hodnotou pro výpočet je hmotnost vzorku, tu uvádíme na tisíciny gramu. Poslední potřebnou hodnotou je tabulková hodnota hustoty konkrétní směsi. Pro směs CTE50A je tato hodnota $12,9 \text{ g/cm}^3$. K samotnému výpočtu nám stačí výpočet trojčlenkou.

Orientační výpočet obsahu pórů byl proveden na čtveřici vzorků z první série. Konkrétně na vzorcích S1V4, S1V5, S2V5 a S2V6. Průměrný objem měřených vzorků byl stanoven na $1,197 \text{ cm}^3$. Průměrná hmotnost vzorků byla $10,120 \text{ g}$. Výpočtem byl stanoven průměrný obsah pórovitosti na $34,3 \%$.

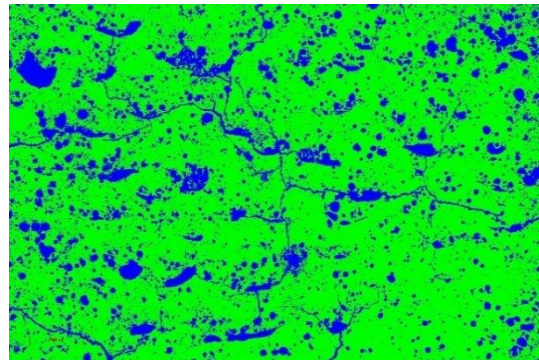
8.1. Analýza obsahu pórovitosti

Druhou přesnější metodou je analýza podílu fází. Tato metoda využívá snímkování výbrusu vzorku a jejich následnou analýzu. Jednotlivým částem struktury jsou přiřazeny různé barvy a na základě jejich kontrastu program vypočítá poměrné zastoupení složek v daném řezu.

U daného výbrusu je modrá barva přiřazena pórům a zelená spojitému materiálu. Program následně přiřadí barvy všem odpovídajícím pixelům snímku a spočítá poměrné zastoupení. Touto analýzou zjistíme vždy hodnotu pórovitosti v dané rovině. Hodnoty se budou napříč materiálem lišit, a proto je pro určení celkové pórovitosti potřeba provést sadu řezů u kterých bude analýza provedena. Až jejich aritmetický průměr má výpovědní hodnotu, kterou lze porovnat s výsledkem pórovitosti zjištěné výpočtem hustoty.



Obrázek 33: Vzorek S2V2 při analýze podílu fází pro určení obsahu pórů v materiálu



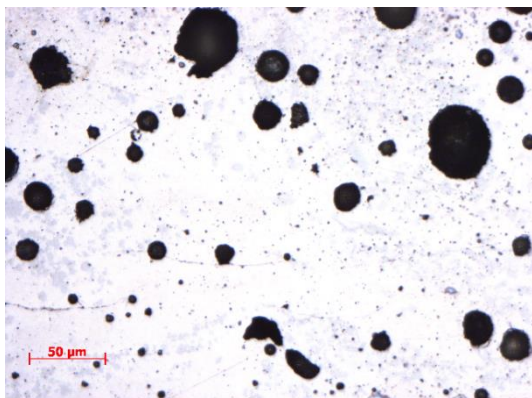
Obrázek 34: Vzorek S2V2 při analýze podílu fází, modře póry a trhliny, zeleně materiál

Analýza obsahu pórovitosti byla provedena celkem na 5 vzorcích. U každého vzorku bylo provedeno několik výbrusů a následně vypočtena průměrná hodnota obsahu pórů v objemu výtisku. Z první skupiny byl vybrán vzorek S2V2 vyrobený z prášku WC-Co bez infiltrátu a tepelného zpracování. Z druhé skupiny byl vybrán jeden vzorek vyrobený ze směsi WC-Co s příměsí EOS PH1 v základním stavu a jeden tepelně zpracovaný vzorek z každé skupiny. Vzorky jsou nadále označeny jako: PH1V4 (základní stav), H900, H925 a H1025. Vypočítané průměrné hodnoty jsou shrnuty v tabulce 4.

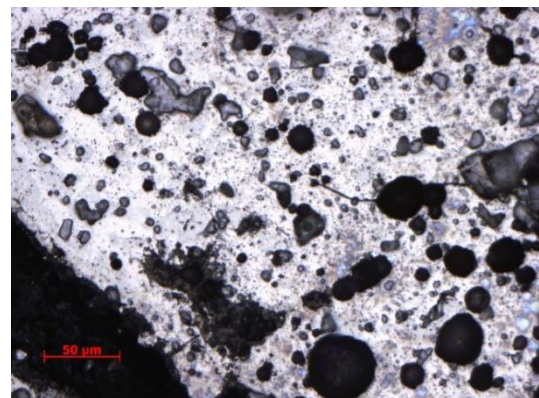
Vzorky	Průměrné zastoupení pórovitosti
S2V2	23,78 %
PH1V4	13,59 %
H900	34,70 %
H925	31,34 %
H1025	38,40 %

Tabulka 4: Obsah pórovitosti

Nejnižší hodnoty obsahu pórovitosti bylo dosaženo u vzorku PH1V4, tedy u práškové směsi s přidavkem ocelového prášku EOS PH1 v základním stavu. Tato analýza prokázala, že žádné ze zvolených tepelných zpracování nevedlo ke snížení obsahu pórovitosti. Pro demonstraci rozdílu mezi nejlepším vzorkem (PH1V4) vzorkem s největším obsahem pórů (H1025) jsou přiloženy obrázky 35 a 36.



Obrázek 35: Vzorek PH1V4



Obrázek 36: Vzorek H1025

8.2. Analýza tvaru a velikosti pórů

V rámci pozorování vlivu tepelného zpracování na pórovitost byla dále zkoumána velikost, četnost a tvar pórů u výtisků před tepelným zpracováním a po něm. Všechny tepelně zpracované vzorky prodělaly rozpouštěcí žíhání při teplotě $1038\text{ °C} \pm 14\text{ °C}$ po dobu 1 hodiny. Následně absolvovaly různé procesy stárnutí. Tvarová analýza zkoumá vliv teploty a doby stárnutí na póry ve výtisku. Pro tvarovou analýzu byla zvolena metoda porovnávání kruhovitosti pórů před a po tepelném zpracování. Všechny pozorované výsledky jsou uvedeny v tabulce 5.

Vzorky	Průměrná kruhovitost	Průměrná velikost pórů [μm^2]
PH1V4	0,81	11,91
H900	0,80	44,51
H925	0,78	32,14
H1025	0,77	32,45

Tabulka 5: Tvarová analýza pórů

Z výsledů analýzy kruhovitosti lze usoudit, že výtisk před jakýmkoli z použitých tepelných zpracování obsahuje póry menší velikosti než po tepelném zpracování. Zároveň jsou tyto póry tvarově kruhovitější.

Na obsah pórů ve výtiscích se lze dívat nejen jako na procentuální část celého objemu výtisku, ale lze porovnat četnost pórů různých velikostí. U všech vzorků bylo napočítáno několik stovek jednotlivých pórů. Rozdíly se projeví v množství pórů různých velikostí. Pokud pozorované póry rozdělíme hranicí $10 \mu\text{m}^2$. Zjistíme, že v celkovém objemu pórů, činí tento rozdíl až 10 %. V četnosti těchto pórů dochází k rozdílům až dvojnásobným mezi vzorky po tepelném zpracování a před ním. Výsledky uvedené v tabulce č. 6. jsou aritmetickým průměrem z pěti snímků pro každý vzorek.

Vzorky	Procentuální zastoupení četnosti pórů menších $10 \mu\text{m}^2$	Četnost pórů menších $10 \mu\text{m}^2$
PH1V4	90,63 %	1024
H900	78,20 %	582
H925	80,99 %	887
H1025	84,64 %	1078

Tabulka 6: Četnost pórů do $10 \mu\text{m}^2$

Na výsledné mechanické vlastnosti výtisku, jako je tvrdost nebo pevnost má větší vliv výskyt pórů větších $10 \mu\text{m}^2$. Zde byly zaznamenány rozdíly u vzorků po tepelném zpracování. U všech tepelně zpracovaných vzorků je zastoupení pórů o velikosti nad $10 \mu\text{m}^2$ větší než u vzorku před tepelným zpracováním. Zároveň tyto póry zabírají zhruba o 10 % více plochy z celkové plochy pórů ve vzorku (viz tabulka č. 7.).

Vzorky	Procentuální zastoupení pórů větší než $10 \mu\text{m}^2$	Procentuální zastoupení z celkové plochy pórů
PH1V4	9,37 %	85,68 %
H900	21,80 %	96,03 %
H925	19,01 %	94,74 %
H1025	15,36 %	94,39 %

Tabulka 7: Procentuální zastoupení pórů větších $10 \mu\text{m}^2$

9. Analýza tvrdosti jednotlivých fází

S ohledem na běžné využití SK je jednou z důležitých mechanických vlastností tvrdost materiálu. Celková tvrdost výtisku je závislá na tvrdosti jednotlivých fází. V této analýze bylo provedeno měření tvrdosti u vzorku před tepelným zpracováním (PH1V4). Kde byla měřena tvrdost karbidických zrn a okolní matrice. U vzorků H900, H925, H1025 byla v důsledku tepelného zpracování měřena také tvrdost vzniklých precipitátů. Tvrdost byla měřena metodou podle Vickerse, při zatížení 50 g tedy HV 0,05. Hodnoty uvedené v tabulce č. 8. jsou aritmetickým průměrem vždy pěti vtisků do dané fáze.

Vzorky	Průměrná tvrdost karbidických zrn	Průměrná tvrdost matrice	Průměrná tvrdost precipitátů
PH1V4	1859,7	1277	-
H900	822	1089	1016,3
H925	1221	946,5	1506
H1025	1087,7	648,6	1339,5

Tabulka 8: Tvrdost fází před a po tepelném zpracování

Výsledky dosažené měření tvrdosti naznačují, že při jednotlivých procesech stárnutí docházelo k rozdílnému precipitačnímu vytvrzování. Zvýšení tvrdosti karbidických zrn a precipitátů u vzorku H925 nasvědčuje tomu, že vyšší teplota stárnutí a delší doba stárnutí vedla k lepšímu vyloučení uhlíku na povrchu zrn. Pokles hodnot u vzorku H1025 nasvědčuje tomu, že při zvolené teplotě stárnutí došlo k přestárnutí materiálu a tím začala tvrdost zrn a precipitátů klesat.

Diskuse výsledků

V experimentální části byla pozorována řada vzorků vyrobených technologií SLM, a to ze dvou druhů materiálu. První sada byla vyrobena z práškové směsi Ceratizit CTE50A obsahující WC-Co. Obsah pojiva v této směsi byl 25 %. Druhá sada vzorků byla vyrobena z materiálu SD251 PH1. Jednalo se o karbidickou směs WC-Co s obsahem pojiva pouze 11 %, ale s přídavkem 10 % ocelového prášku EOS StainlessSteel PH1.

Část první sady vzorků byla podrobena post-processing operaci infiltraci. Vzorky byly infiltrovány siluminem. Při vyhodnocování vzorků bylo zjištěno, že proces infiltrace nebyl úspěšný. Při broušení vzorků bylo zjištěno, že infiltrace otevřených pórů a trhlin vedoucích z povrchu do materiálu neproběhla. Infiltrát zůstal pouze v povrchových nerovnostech. Při procesu broušení se oddělil od materiálu výtisku. Neúspěšnost infiltrace byla způsobena malou velikostí otevřených pórů a špatně zvolenými parametry procesu infiltrace.

Druhá post-processing operace zkoumána na výtiscích byla aplikace tepelného zpracování. Část druhé série vzorků byla podrobena nejprve rozpouštěcímu žíhání při teplotě $1038\text{ °C} \pm 14\text{ °C}$ po dobu 1 hodiny a následně byly vzorky podrobeny třem druhům stárnutí. Při vyhodnocování byl pozorován vliv tepelného zpracování na četnost, velikost a obsah pórů. A také byly měřeny změny tvrdosti jednotlivých fází.

Nejnižšího obsahu pórovitosti bylo dosaženo ještě před tepelným zpracováním. To dosahovala průměrná hodnota pórovitosti u vzorku PH1V4 pouhých 13,59 %. Vzorky po tepelném zpracování dosahovaly vždy alespoň dvojnásobné hodnoty. Největší obsah pórovitosti (38,4 %) dosahoval vzorek H1025, který absolvoval stárnutí při nejvyšší teplotě.

Dalším poznatkem vyplývajícím z měření je vliv stárnutí na tvar pórů. S rostoucí teplotou stárnutí se snižovala kruhovitost pórů. Vlivem rozpouštěcího žíhání docházelo ke snižování počtu pórů do velikosti $10\text{ }\mu\text{m}^2$. S rostoucí teplotou a dobou stárnutí se jejich výskyt opět zvyšoval.

S ohledem na četnost pórů dominuje výskyt pórů do $10\text{ }\mu\text{m}^2$. V celkové pozorované ploše však zabírají póry s velikostí nad $10\text{ }\mu\text{m}^2$ absolutní většinu plochy. U vzorku bez tepelného zpracování se jedná o 85,68 % celkové plochy pórů. U vzorku H900 je to již 96,03 % celkové plochy. Právě póry větší než $10\text{ }\mu\text{m}^2$ mají největší vliv na mechanické vlastnosti jako je tvrdost a pevnost.

U vzorků z druhé série byla provedena analýza tvrdosti jednotlivých fází. Za základní hodnoty lze považovat naměřené hodnoty tvrdosti zrn a matrice vzorku PH1V4. Tedy hodnoty před tepelným zpracováním. Z výsledků měření lze usoudit, že proces stárnutí vedl ke vzniku precipitátů, které mají tvar dlouhých obdélníkových zrn. Z výsledků je patrné, že s rostoucí teplotou a dobou stárnutí bylo dosahováno vyšší tvrdosti karbidických zrn i precipitátů. Působení teploty $552\text{ °C} \pm 6\text{ °C}$ po dobu 4 hodin však vedlo u vzorku H1025 k přestárnutí materiálu a hodnoty tvrdosti karbidických zrn i precipitátů začaly klesat. Největší negativní vliv na hodnoty tvrdosti u tepelně zpracovaných vzorků má více než dvojnásobně vyšší obsah pórovitosti, než je tomu před tepelným zpracováním.

Závěr

Účelem experimentální části bakalářské práce bylo zdokumentovat vady vyskytující se u vzorků vytištěných metodou SLM a zjistit, jak jsou ovlivňovány post-processingovým zpracováním. Zkoumán byl vliv infiltrace nízkou tavitelným kovem a vliv tepelného zpracování.

U všech vzorků byly zdokumentovány výrobní vady technologie SLM. Na povrchu všech vzorků byl viditelný balling effect. Dále byly ve vzorcích nalezeny trhliny v rovinách tisku, ale i trhliny jdoucí napříč těmito rovinami. Ty vznikaly vlivem delaminace od stavěcí desky, která u některých vzorků dosahovala až 2 mm.

Část vzorků byla po výrobě infiltrována siluminem. U těchto vzorků byla zkoumána úspěšnost infiltrace v otevřených pórech. Úspěšná infiltrace vede ke zlepšení mechanických a fyzikálních vlastností výtisku. Po prozkoumání vybroušených vzorků bylo zjištěno, že proces infiltrace neproběhl úspěšně. Neúspěch infiltrace byl především ve špatně zvolených parametrech procesu.

V další části byly pozorovány vzorky podrobené tepelnému zpracování. Zde byly navrženy tři odlišné procesy stárnutí a byl zkoumán jejich vliv na pórovitost výtisku. Z naměřených hodnot vyplývá, že nejnižší pórovitosti bylo dosaženo u vzorku před tepelným zpracováním. Pouhých 13,59 %. U tepelně zpracovaných vzorků neklesla pórovitost pod 30 %. Dále bylo při měření tvrdosti zjištěno, že nejpříznivější vliv na tvrdost mělo stárnutí při teplotě $496 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 6 \text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 4 hodin. V tomto případě dosahovala tvrdost karbidických zrn hodnoty 1221 HV a tvrdost precipitátů 1506 HV. Obecně dosahovaly všechny tepelně zpracované vzorky nižších hodnot tvrdosti v důsledku vyššího obsahu pórovitosti. Proto lze poréznost materiálu označit za nejvýznamnější vadu materiálu ovlivňující mechanické vlastnosti výtisků.

Seznam použité literatury

- [1] HEINDL, Michal. *3D tisk*. Plzeň, 2011. bakalářská práce (Bc.). Západočeská univerzita v Plzni. Fakulta elektrotechnická; Katedra technologií a měření, Vedoucí práce Petr Řezáček
- [2] KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1.
- [3] SKOTNICOVÁ, Kateřina. *Prášková metalurgie: studijní opory: učební text, scénáře, testy*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [4] CASTRO, Ricardo H. R a Klaus van BENTHEM. Sintering: mechanisms of convention nanodensification and field assisted processes. New York: Springer, c2013. Engineering materials, v. 35. ISBN 978-3-642-31008-9.
- [5] VENUVINOD, Patri K. a Weiyin MA. Rapid Prototyping [online]. Boston, MA: Springer US, 2004 [cit. 2018-09-10]. ISBN 978-1-4419-5388-9.
- [6] KOTRBA, Matěj. *Využití 3D tisku k výrobě vzorků z prášků slinutých karbidů*. Plzeň, 2017. Diplomová práce. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Antonín Kříž.
- [7] Easycnc. *Informace o technologiích 3d tisku* [online]. c2017 [cit. 2017-11-16]. Dostupné z: <https://www.easycnc.cz/inpage/informace-o-technologiich-3d-tisku/>
- [8] Additive fabrication. *Custompartnet* [online]. c2017 [cit. 2017-11-16]. Dostupné z: <http://www.custompartnet.com/wu/additive-fabrication>
- [9] *Selective laser sintering* [online]. c2017 [cit. 2017-11-19]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Selective_laser_sintering
- [10] *DuraForm* [online]. In: . c2010 [cit. 2017-11-28]. Dostupné z: https://www.3dsystems.com/sites/default/files/DS_DuraForm_PA_US.pdf
- [11] *SLS Nylon* [online]. In: . c2017 [cit. 2017-11-28]. Dostupné z: <https://www.3dsystems.com/resources/information-guides/selective-laser-sintering/sls>
- [12] *Direct laser sintering of ceramics* [online]. c2017 [cit. 2017-11-28]. Dostupné z: <https://sffsymposium.engr.utexas.edu/Manuscripts/2003/2003-43-Klocke.pdf>
- [13] *Wear parts* [online]. 2015 [cit. 2018-04-09]. Dostupné z: <https://www.ceratizit.com/en/services/downloads/>
- [14] HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM Publishing, 2008. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [15] KANG, Suk-Joong L. *Sintering: densification, grain growth, and microstructure*. Burlington: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005. ISBN isbn0750663855.
- [16] *Metal 3D Printing* [online]. [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <https://www.engineering.com/3DPrinting/3DPrintingArticles/ArticleID/15202/7-Issues-to-Look-Out-for-in-Metal-3D-Printing.aspx>
- [17] BRICÍN, D., KŘÍŽ, A. Comparison of metallography and mechanical properties of samples printed from WC-Co powder mix using SLM technology in protective atmospheres of argon and nitrogen. *Journal of International Scientific Publications*, 2018, roč. 12, č. 2018, s. 326-334. ISSN: 1314-7269

[18] BRICÍN, D., ŠPIRIT, Z., KŘÍŽ, A. Metallographic Analysis of the Suitability of a WC-Co Powder Blend for Selective Laser Melting Technology. *Materials Science Forum*, 2018, roč. 919, č. 2018-04-10, s. 3-9. ISSN: 1662-9752

[19] *Liquid Metal Infiltration* [online]. [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/liquid-metal-infiltration>

[20] *Infiltration* [online]. [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <https://nptel.ac.in/courses/Webcourse-contents/IIT-ROORKEE/MANUFACTURING-PROCESSES/Metal%20Forming%20&%20Powder%20metallurgy/lecture10/lecture10.htm>

[21] *3dprintingforbeginners.com: An Introduction to 3D Printing Services* [online]. In: . c2016 [cit. 2017-11-28]. Dostupné z: <https://3dprintingforbeginners.com/an-introduction-to-3d-printing-services/>

[22] *Podpurný materiál pro 3D tisk* [online]. In: . [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <https://www.rc-nn.com/vysoce-kvalitni-podpurny-material-pro-3d-tisk-tvarove-slozitych-objektu/>

[23] *SLS technology* [online]. In: . [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <http://www.custompartnet.com/wu/selective-laser-sintering>

[24] *3D tiskárna Sinterstation Pro 230 SLS* [online]. In: . [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <https://www.3dsystems.com/blog/2009/01/running-visiotech-prototyping>

[25] *Moulds.asia: Direct Metal Laser Sintering* [online]. In: . c2017 [cit. 2017-11-28]. Dostupné z: <http://www.moulds.asia/whats-new/dmls-direct-metal-laser-sintering/>

[26] *SLS Nylon* [online]. In: . c2017 [cit. 2017-11-28]. Dostupné z: <http://3d-laserimaging.com/>

[27] *SLM 280* [online]. In: . [cit. 2019-05-19]. Dostupné z: <https://3dfabprint.com/slm-unveils-280-2-0-booth-77-german-pavilion/>