

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N0715A270014 - Materiálové inženýrství a výrobní technologie
Studijní specializace: Bez specializace

Diplomová PRÁCE

Tepelné zpracování aditivně vyrobených dílů z nástrojové oceli AISI H13

Autor: Bc. Ondřej KÁČA
Vedoucí práce: Doc. Ing. Stanislav NĚMEČEK, Ph.D.

Akademický rok 2022/2023

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2022/2023

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Ondřej KÁČA**
Osobní číslo: **S21N0042P**
Studijní program: **N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie**
Téma práce: **Tepelné zpracování aditivně vyrobených dílů z nástrojové oceli AI-SI H13**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Technologie aditivní výroby z kovových prášků
2. Tepelné zpracování nástrojové oceli AISI H13
3. Tepelné zpracování AM dílů vyrobených metodou SLM
4. Tepelné zpracování AM dílů vyrobených metodou DLMD
5. Tepelné zpracování AM dílů vyrobených metodou BMD
6. Diskuse výsledků
7. Závěr

Rozsah diplomové práce: **50-70 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

International Conference on Metalurgy and Materials, May 19th – 21st 2009, Hradec nad Moravici, Czech.

J. Mazumder, Laser-aided direct metal deposition of metals and alloys, Editor(s): Milan Brandt, Laser Additive Manufacturing, Woodhead Publishing, 2017, Pages 21-53, ISBN 9780081004333, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100433-3.00001-4>.

H. Sahasrabudhe, S. Bose, A. Bandyopadhyay, Laser-Based Additive Manufacturing Processes, Editor(s): Jonathan Lawrence, Advances in Laser Materials Processing (Second Edition), Woodhead Publishing, 2018, Pages 507-539, ISBN 9780081012529, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101252-9.00017-0>.

Igor Yadroitsev, Ina Yadroitsava, Anton Du Plessis, 2 – Basics of laser powder bed fusion, Editor(s): Igor Yadroitsev, Ina Yadroitsava, Anton du Plessis, Eric MacDonald, In Additive Manufacturing Materials and Technologies, Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals, Elsevier, 2021, Pages 15-38, ISBN 9780128240908, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824090-8.00024-X>.

Mohsen Ziaee, Nathan B. Crane: Binder jetting: A review of process, materials, and methods, Additive Manufacturing, Volume 28, 2019, Pages 781-801, ISSN 2214-8604, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.031>.

Vedoucí diplomové práce: **Doc. Ing. Stanislav Němeček, Ph.D.**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant diplomové práce: **Ing. Matyáš Chaloupka**
Additive Systems, s.r.o.

Datum zadání diplomové práce: **17. října 2022**

Termín odevzdání diplomové práce: **26. května 2023**

L.S.

Doc. Ing. Vladimír Duchek, Ph.D.
děkan

Doc. Ing. Josef Odehnal, Ph.D.
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 vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu literatury, který je součástí této práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu práce panu Doc. Ing. Stanislavu Němečkovi, Ph.D za odborné vedení, trpělivost, poskytnutý čas a rady při tvorbě této diplomové práce. Dále bych rád poděkoval paní Prof. Ing. Ludmile Kučerové Ph.D a celé Metalografické laboratoři Regionálního technologického institutu při Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni, za provedené zkoušky, analýzy a možnost využití prostor a vybavení laboratoře k vypracování diplomové práce. Následně bych poděkoval panu Doc. RNDr. Josefu Kaslovi, CSc. za poskytnuté rady a konzultace ohledně fraktografických analýz. Závěrem bych chtěl poděkovat panu Ing. Matyášovi Chaloupkovi ze společnosti Additive Systems, s.r.o., Technické univerzitě v Liberci a Katedře materiálu a strojírenské metalurgii při Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni za výrobu a poskytnutí 3D tištěných vzorků, které byly základem této diplomové práce.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

| | | | |
|-------------------------|---|---------------------------|---------------------------------|
| AUTOR | Příjmení Káca | Jméno Ondřej | |
| STUDIJNÍ PROGRAM | N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie | | |
| VEDOUČÍ PRÁCE | Příjmení (včetně titulů) Doc. Ing. Němeček, Ph.D. | Jméno Stanislav | |
| PRACOVÍŠTĚ | ZČU – FST – KMM | | |
| DRUH PRÁCE | DIPLOMOVÁ | BAKALÁŘSKÁ | Nehodící se škrtněte |
| NÁZEV PRÁCE | Tepelné zpracování aditivně vyrobených dílů z nástrojové oceli AISI H13 | | |

| | | | | | |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|
| FAKULTA | strojní | KATEDRA | KMM | ROK ODEVZD. | 2023 |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

| | | | | | |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|--|
| CELKEM | 84 | TEXTOVÁ ČÁST | 69 | GRAFICKÁ ČÁST | |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|--|

| | |
|--|---|
| STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY | Diplomová práce řeší problematiku v oblasti aditivních technologií, konkrétně zaměřené na kovové materiály. V teoretické části jsou popsány různé metody 3D tisku kovových dílů, přičemž je věnována pozornost technologiím SLM, DLMD a BMD. Dále je práce zaměřená na tepelné zpracování aditivně vyrobených dílů z nástrojových ocelí, přesněji z oceli AISI H13. Experimentální část práce se soustředí na vliv konvenčního způsobu tepelného zpracování na vlastnosti aditivně vyrobené oceli H13. Zároveň jsou porovnávány mechanické a tribologické vlastnosti 3D tištěných a tepelně zpracovaných vzorků vyrobených metodami SLM, DLMD, BMD a dílů vyrobených konvenční cestou při stejném tepelném zpracování. Následně se experiment soustředí na tepelné zpracování dílů vyrobených metodou SLM a přitom zkoumá vliv popouštěcí teploty na vlastnosti dílů. |
| KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE | Aditivní výroba, 3D tisk, 3D tisk kovu, ocel AISI H13, tepelné zpracování, SLM, Selective Laser Melting, DLMD, LMD, Laser Metal Deposition, BMD, Bound Metal Deposition, nástrojová ocel |

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

| | | | |
|--------------------------|--|--------------------------|-----------------------------------|
| AUTHOR | Surname Káca | Name Ondřej | |
| STUDY PROGRAMME | N0715A270014 Materials Engineering and Manufacturing Technology | | |
| SUPERVISOR | Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Ing. Němeček, Ph.D. | Name Stanislav | |
| INSTITUTION | ZČU – FST – KMM | | |
| TYPE OF WORK | DIPLOMA | BACHELOR | Delete when not applicable |
| TITLE OF THE WORK | Heat treatment of additively manufactured parts of AISI H13 tool steel | | |

| | | | | | |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|
| FACULTY | Mechanical Engineering | DEPARTMENT | KMM | SUBMITTED IN | 2023 |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

| | | | | | |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|--|
| TOTALLY | 84 | TEXT PART | 69 | GRAPHICAL PART | |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|--|

| | |
|---|---|
| BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS | The diploma thesis addresses issues in the field of additive technologies, specifically focusing on metallic materials. The theoretical part provides an overview of various methods for 3D printing of metal, with particular emphasis on SLM, DLMD, and BMD technologies. Additionally, the thesis explores the heat treatment of additively manufactured parts made from tool steels, specifically AISI H13 steel. The experimental part of the thesis examines the impact of conventional heat treatment on the properties of additively manufactured H13 steel. A comparison is made between the mechanical and tribological properties of 3D printed and heat-treated samples produced using SLM, DLMD, and BMD methods, as well as parts manufactured through conventional means and subjected to the same heat treatment. Furthermore, the experiment focuses on the heat treatment of parts produced via the SLM method, investigating the influence of tempering temperature on their properties. |
| KEY WORDS | Additive manufacturing, 3D printing, 3D metal printing, steel AISI H13, heat treatment, SLM, Selective Laser Melting, DLMD, LMD, Laser Metal Deposition, BMD, Bound Metal Deposition, tool steel |

Obsah

| | |
|--|----|
| Přehled použitých zkratk a symbolů..... | 10 |
| Seznam obrázků | 11 |
| Seznam tabulek | 14 |
| 1 Úvod..... | 15 |
| 1.1 Cíle diplomové práce..... | 16 |
| 2 Nástrojové oceli..... | 17 |
| 2.1 Nástrojová ocel H13 | 17 |
| 3 Aditivní výroba | 19 |
| 3.1 Rozdělení aditivní výroby | 20 |
| 4 Principy a vlastnosti aditivních technologií | 22 |
| 4.1 Metoda SLM..... | 22 |
| 4.1.1 Princip metody SLM | 22 |
| 4.1.2 Kovový prášek..... | 23 |
| 4.1.3 Metalografická analýza | 24 |
| 4.1.4 Mechanické vlastnosti | 28 |
| 4.2 Metoda DLMD | 29 |
| 4.2.1 Princip metody LMD | 29 |
| 4.2.2 Kovový prášek..... | 30 |
| 4.2.3 Metalografická analýza | 31 |
| 4.2.4 Mechanické vlastnosti | 34 |
| 4.3 Metoda BMD..... | 35 |
| 4.3.1 Princip metody BMD | 35 |
| 4.3.2 Kovový prášek..... | 36 |
| 4.3.3 Metalografická analýza | 37 |
| 4.3.4 Mechanické hodnoty | 38 |
| 5 Tepelné zpracování nástrojové oceli H13 | 40 |
| 5.1 Tepelné zpracování konvenčně vyrobených dílů | 40 |
| 5.1.1 Austenitizace | 41 |
| 5.1.2 Kalení | 41 |
| 5.1.3 Popouštění | 43 |
| 5.2 Tepelné zpracování aditivně vyrobené oceli H13 | 44 |
| 5.2.1 Metoda SLM | 45 |
| 5.2.2 Metoda LMD..... | 47 |

| | | |
|-------|--|----|
| 5.2.3 | Metoda BMD..... | 48 |
| 6 | Úvod do experimentální části..... | 50 |
| 6.1 | Specifikace použitého materiálu..... | 50 |
| 6.1.1 | Kovový prášek pro metodu SLM..... | 50 |
| 6.1.2 | Kovový prášek pro metodu LMD | 51 |
| 6.2 | Příprava vzorků..... | 52 |
| 6.2.1 | Polotovary | 52 |
| 6.2.2 | Značení vzorků..... | 53 |
| 6.2.3 | Metalografický výbrus | 54 |
| 6.3 | Stroje a zařízení | 54 |
| 6.3.1 | Zkoušení tvrdosti podle Vickerse..... | 54 |
| 6.3.2 | Zkouška rázem v ohybu | 54 |
| 6.3.3 | Zkoušení tribologických vlastností | 55 |
| 6.4 | Tepelné zpracování..... | 55 |
| 6.5 | Vlastnosti AM dílů z oceli H13 | 55 |
| 6.6 | Vlastnosti AM dílů z oceli H13 po tepelném zpracování..... | 56 |
| 6.6.1 | Metoda SLM | 56 |
| 6.6.2 | Metoda LMD..... | 59 |
| 6.6.3 | Metoda BMD..... | 62 |
| 6.7 | Vliv tepelného zpracování na díly vyrobené metodou SLM z oceli H13 | 65 |
| 6.7.1 | Tepelně zpracované SLM díly režimem KP | 65 |
| 6.7.2 | Tepelně zpracované SLM díly režimem PO | 67 |
| 7 | Shrnutí a diskuse výsledků..... | 70 |
| 8 | Závěr..... | 77 |
| 9 | Použitá literatura | 78 |

Přehled použitých zkratk a symbolů

| | | |
|----------------|--|---|
| AM | | Additive manufacturing (Aditivní výroba) |
| SM | | Subtractive manufacturing (Subtraktivní výroba) |
| SLM | | Selective laser melting (Selektivní laserové tavení) |
| DLMD | | Direct laser metal deposition (Laserová depozice kovu) |
| LMD | | Laser metal deposition (Laserová depozice kovu) |
| BMD | | Bound metal deposition (Depozice vázaného kovu) |
| FDM | | Fused deposition modeling |
| ESR | | Electroslag remelting (Elektrostruskové přetavování) |
| VAC | | Vacuum metallurgy (Elektrostruskové přetavování ve vakuu) |
| PBF | | Powder bed fusion |
| TZ | | Tepelné zpracování |
| CAM | | Počítačová podpora obrábění |
| CAD | | Počítačem podporované projektování |
| 3D | | Trojdimenzionální |
| SEM | | Scanning electron microscope (Selektivní elektronová mikroskopie) |
| PREP | | Plazma Rotating Electrode Process (Rozpraš. kovové tyče plazmou) |
| WA | | Water atomization (Rozprašování tekutého kovu vodou) |
| GA | | Gas atomization (Plynová atomizace) |
| ψ | J/mm^3 | Objemová hustota energie |
| W | $\text{mm}^3/(\text{N}\cdot\text{mm})$ | Míra opotřebení (Wear rate) |
| HV | | Tvrдость dle Vickerse |
| HRC | | Tvrдость dle Rockwella |
| ppm | | Parts per million (Částic na jeden milion) |
| A ₁ | °C | Teplota |
| A ₂ | °C | Teplota |
| T | | Režim tepelného zpracování kalením a popouštěním |
| KP | | Režim tepelného zpracování kalením a popouštěním |
| PO | | Režim tepelného zpracování popouštěním |
| KCV | J/cm^2 | Vrubová houževnatost u dílů s „V“ vrubem |

Seznam obrázků

| | |
|---|----|
| Obr. 1. Rozdíl mezi substraktivní a aditivní výrobou (převzato a přeloženo) [6]..... | 19 |
| Obr. 2. Schématický proces aditivní výroby [7]. | 20 |
| Obr. 3. Rozdělení aditivní výroby dle normy ISO/ASTM 52900 [8]. | 21 |
| Obr. 4. Popis SLM technologie [51]. | 22 |
| Obr. 5. Schematické znázornění zpracování selektivním laserovým tavením (SLM) a parametry procesu (převzato a přeloženo) [71]. | 23 |
| Obr. 6. SEM snímek kovových prášků vyrobených různými způsoby, a) PREP, b) RA, c)-d) GA, e) WA [42]. | 24 |
| Obr. 7. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou SLM, a) snímek ze světelné mikroskopie – řez rovnoběžný se směrem stavby, b) snímek ze světelné mikroskopie – řez kolmý na směr stavby, c) a d) snímek ze SEM (převzato a přeloženo) [44]. | 25 |
| Obr. 8. Snímek mikrostruktury SLM vzorků pomocí optického mikroskopu, a) kolmo řez na směr stavby, b) rovnoběžný řez se směrem stavby, (zvětšeno 200x) [10]. | 26 |
| Obr. 9. Snímek mikrostruktury SLM vzorků pomocí optického mikroskopu rovnoběžně na směr stavby (zvětšeno 500x) [10]. | 26 |
| Obr. 10. Vliv hustoty energie na relativní hustotu dílu z oceli H13 vyrobený metodou SLM (převzato a přeloženo) [71]. | 27 |
| Obr. 11. Struktura aditivně vyrobené nástrojové oceli H13 metodou SLM při měnícím výkonu laseru a rychlosti skenování. Pórovitost vzorků a) 7,94 %, b) 0,82 %, c) 1,76 %, d) 1,57 %, e) 0,17 %, 1 – označuje nedostatečné spojení částic, 2 – plynové póry, 3 - trhliny [17]. | 27 |
| Obr. 12. Nejčastější vady v procesu SLM, a) nedostatečné spojení mezi tavnými lázněmi, b) plynové póry v tavné lázni, c) praskliny podél depozičních rovin [44]. | 28 |
| Obr. 13. Šíření trhliny při rázové zkoušce v ohybu v závislosti na směru kladení vrstev, a) horizontálně, b) vertikálně [51]. | 29 |
| Obr. 14. Princip LMD metody (převzato a přeloženo) [11]. | 30 |
| Obr. 15. Technologie pro metodu LMD (robotické rameno s laserovou hlavou a podavačem prášku + otočný stůl + laserový zdroj) [53]. | 30 |
| Obr. 16. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou LMD, a) a b) snímek ze světelné mikroskopie (převzato a přeloženo) [54]. | 31 |
| Obr. 17. SEM snímky mikrostruktury oceli H13 zpracované metodou LMD, a) oblast depozice, b) oblast ukládání, c) hranice lázně taveniny v oblasti ukládání na substrát, d) snímek zvětšení hranice tavné lázně (převzato a přeloženo) [54]. | 32 |
| Obr. 18. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou LMD, a) snímek ze světelné mikroskopie, b) snímek z elektronového mikroskopu [10]. | 32 |
| Obr. 19. Vliv parametrů tisku na výslednou strukturu nástrojové oceli vyrobenou technologií LMD (převzato a přeloženo) [70]. | 33 |
| Obr. 20. Snímek tištěných dílů metodou LMD [10]. | 33 |
| Obr. 21. 3D tisk šnekové spirály na hřídel [23]. | 34 |
| Obr. 22. Postup výroby dílů metodou BMD (převzato a přeloženo) [16]. | 35 |

| | |
|---|----|
| Obr. 23. Schématické zobrazení procesu sintrování (převzato a přeloženo) [60] [61]. | 36 |
| Obr. 24. Vstupní materiál určený pro metodu BMD v podobě tyčinek [15]. | 36 |
| Obr. 25. Příčný řez vzorku tištěný metodou BMD (převzato a přeloženo) [62]. | 37 |
| Obr. 26. Póry ve vzorku vyrobený metodou BMD [62]. | 38 |
| Obr. 27. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou BMD [10]. | 38 |
| Obr. 28. Mikrostruktura tvářené a zušlechtěné oceli H13, a) zvětšeno 1000x, b) snímek ze SEM (zvětšeno 5000x) [65] [66]. | 40 |
| Obr. 29. ARA diagram oceli H13 (převzato a přeloženo) [14]. | 42 |
| Obr. 30. Popouštěcí diagram nástrojové oceli H13 [14]. | 44 |
| Obr. 31. Proces tepelného zpracování nástrojové oceli [14]. | 44 |
| Obr. 32. Mikrostruktura dílů vyrobených metodou SLM z oceli H13, a) tištěný stav, b) dvakrát popuštěno při teplotě 625 °C s výdrží 2 hodiny, c) zušlechtěno (austenitizace při 1020 °C s výdrží 30 minut, kaleno v oleji a dvakrát popuštěno při teplotě 580 °C s výdrží 2 hodiny) (převzato a přeloženo) [34]. | 45 |
| Obr. 33. SEM snímek mikrostruktury dílu vyrobený metodou SLM z oceli H13 po zušlechtění (austenitizace při 1020 °C s výdrží 30 minut, kaleno v oleji a dvakrát popuštěno při teplotě 580 °C s výdrží 2 hodiny), a) zvětšeno 5000x, b) zvětšeno 10000x (převzato a přeloženo) [34]. | 45 |
| Obr. 34. Tvrdost tištěných a TZ vzorků vyrobených metodou SLM z oceli H13 v závislosti na objemové hustotě energie ψ při výrobě vzorku [18]. | 46 |
| Obr. 35. Křivky ze zkoušky tahem tištěných a TZ vzorků vyrobených metodou SLM z oceli H13 [18]. | 46 |
| Obr. 36. Mikrostruktura LMD oceli H13 po tepelném zpracování, a) dvojitě popuštěno (bez kalení) při teplotě 650 °C s výdrží 2 hodiny, b) zušlechtěno (austenitizace při 1020 °C s výdrží 15 minut, kaleno v přetlaku N ₂ a dvakrát popuštěno při teplotě 625 °C s výdrží 2 hodiny) [55]. | 47 |
| Obr. 37. Vliv teploty popuštění na tvrdost LMD vzorků z oceli H13 při dvojitě popuštění (bez kalení) (převzato a přeloženo) [27]. | 48 |
| Obr. 38. Vliv teploty sintrování na tvrdost dílů z oceli H13 vyrobených metodou plastického vstřikování kovu (PIM) (převzato a přeloženo) [20]. | 48 |
| Obr. 39. Porovnání mechanických vlastností dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13 (po sintrování) a totožných dílů po tepelném zpracování (austenitizace při 1040 °C, kaleno na volném vzduchu a dvakrát popuštěno při 570 °C) (převzato a přeloženo) [32]. | 49 |
| Obr. 40. EDS analýza kovového prášku oceli H13 pro metodu SLM | 51 |
| Obr. 41. EDS analýza kovového prášku oceli H13 pro metodu LMD. | 52 |
| Obr. 42. Vstupní polotovary vzorků vyrobené různými metodami 3D tisku kovu, a) SLM, b) BMD, c)-e) LMD. | 53 |
| Obr. 43. Stroje pro přípravu vzorků, a) metalografická pila Secotom-50, b) metalografický lis CitoPress-10, c) metalografická bruska LaboForce-100. | 54 |
| Obr. 44. Proces tepelného zpracování – režim T. | 56 |
| Obr. 45. Mikrostruktura oceli H13 vyrobená metodou SLM po austenitizaci při teplotě 1010 °C a trojnásobném popuštění při teplotě 585 °C, zvětšeno 500x. | 57 |

| | |
|--|----|
| Obr. 46. SEM snímek lomové plochy vzorku vertikálně tištěného metodou SLM z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 15x, b) zvětšeno 5000x..... | 58 |
| Obr. 47. Drážka vytvořená při tribologické zkoušce na vertikálně tištěném vzorku z oceli H13 metodou SLM po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) složený obraz, b) zvětšeno 100x. | 59 |
| Obr. 48. Mikrostruktura nenaleptaného vzorků tištěného horizontálně metodou LMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C, zvětšeno 100x. | 59 |
| Obr. 49. Mikrostruktura oceli H13 vyrobená metodou LMD po austenitizaci při teplotě 1010 °C a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 500x, b) zvětšeno 5000x. | 60 |
| Obr. 50. SEM snímek lomové plochy vzorku horizontálně tištěného metodou LMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 16x, b) zvětšeno 3000x..... | 61 |
| Obr. 51. Drážka vytvořená při tribologické zkoušce na vzorku horizontálně tištěného metodou LMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) složený obraz, b) zvětšeno 100x..... | 62 |
| Obr. 52. Mikrostruktura vzorku tištěného horizontálně metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C, zvětšeno 100x. | 62 |
| Obr. 53. Mikrostruktura vzorku tištěného horizontálně metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C, a) zvětšeno 500x, b) zvětšeno 1000x. | 63 |
| Obr. 54. SEM snímek lomu vzorku vertikálně tištěného metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 15x, b) zvětšeno 5000x..... | 64 |
| Obr. 55. Drážka vytvořená při tribologické zkoušce na vzorku vertikálně tištěného metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) složený obraz, b) zvětšeno 100x. | 64 |
| Obr. 56. Proces tepelného zpracování – režim KP..... | 65 |
| Obr. 57. Mikrostruktura SLM dílů, a) v tištěném stavu, b)-f) zušlechťeno (austenitizace při 1050 °C s předehřevem 750 °C, kaleno na vzduchu a dvakrát popouštěno při b) 300 °C, c) 400 °C, d) 500 °C, e) 585 °C, f) 650 °C..... | 66 |
| Obr. 58. Vývoj tvrdosti SLM dílů z oceli H13 na základě popouštěcí teploty. | 67 |
| Obr. 59. Proces tepelného zpracování – režim PO..... | 67 |
| Obr. 60. Mikrostruktura SLM dílů, a) v tištěném stavu, b)-f) dvakrát popouštěné při b) 300 °C, c) 400 °C, d) 500 °C, e) 585 °C, f) 650 °C..... | 68 |
| Obr. 61. Vývoj tvrdosti SLM dílů z oceli H13 na základě popouštěcí teploty. | 69 |
| Obr. 62. Mikrostruktura SLM vzorků v tištěném (a) a tepelně zpracovaném (b) (austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) stavu..... | 70 |
| Obr. 63. Mikrostruktura LMD vzorků v tištěném (a) a tepelně zpracovaném (b) (austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) stavu..... | 71 |

| | |
|--|----|
| Obr. 64. Mikrostruktura BMD vzorků v tištěném (a) a tepelně zpracovaném (b) (austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) stavu..... | 72 |
| Obr. 65. Porovnání vrubové houževnatosti vzorků vyrobených z oceli H13 aditivními technologiemi a konvenčním způsobem. Vzorky jsou ve stavu tištěném nebo tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin). | 73 |
| Obr. 66. Porovnání tvrdosti vzorků vyrobených z oceli H13 aditivními technologiemi a konvenčním způsobem. Vzorky jsou ve stavu tištěném nebo tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin). | 74 |
| Obr. 67. Porovnání míry opotřebení vzorků vyrobených z oceli H13 aditivními technologiemi a konvenčním způsobem. Vzorky jsou ve stavu tištěném nebo tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin). | 75 |
| Obr. 68. Porovnání tvrdosti vzorků z oceli H13 vyrobených metodou SLM a tepelně zpracovány odlišnými způsoby. | 76 |

Seznam tabulek

| | |
|--|----|
| Tab. 1. Rozdělení nástrojových ocelí dle AISI-SAE [33]..... | 17 |
| Tab. 2. Chemické složení oceli H13 [13]..... | 18 |
| Tab. 3. Hodnoty vrubové houževnatosti pro různé struktury oceli H13 po TZ [25]. | 43 |
| Tab. 4. Dosahované hodnoty tvrdosti a pevnosti oceli H13 dle popouštěcí teploty [13]..... | 43 |
| Tab. 5. Porovnání mechanických vlastností dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13 v tištěném a tepelně zpracovaném stavu (*) a konvenčně vyrobených a tepelně zpracovaných (*) [32]..... | 49 |
| Tab. 6. Chemické složení kovového prášku oceli H13 od výrobce SLM - Solutions [69]..... | 50 |
| Tab. 7. Chem. složení kovového prášku oceli H13 pro metodu SLM určené pomocí EDS analýzy. | 51 |
| Tab. 8. Chemické složení kovového prášku oceli H13 od výrobce Höganäs [67]. | 51 |
| Tab. 9. Chem. složení kovového prášku oceli H13 pro metodu LMD určené pomocí EDS analýzy. | 52 |
| Tab. 10. Parametry tribologické zkoušky pomocí metody Ball-on-disc..... | 55 |
| Tab. 11. Označení vzorků podrobeny tepelnému zpracování režimem T..... | 56 |
| Tab. 12. Hodnoty tvrdosti a vrubové houževnatosti vzorků SLM z oceli H13 po tepelném zpracování (*). | 57 |
| Tab. 13. Hodnoty tvrdosti a vrubové houževnatosti vzorků LMD z oceli H13 po tepelném zpracování (*). | 60 |
| Tab. 14. Hodnoty tvrdosti a vrubové houževnatosti vzorků BMD z oceli H13 po tepelném zpracování (*). | 63 |
| Tab. 15. Označení SLM vzorků po tepelném zpracování režimem KP..... | 65 |
| Tab. 16. Označení SLM vzorků po tepelném zpracování režimem PO. | 67 |

1 Úvod

Technologie 3D tisku je stále inovativní a rozvíjející se způsob zpracování materiálu, která byla prvotně používaná pod názvem Rapid prototyping a sloužila především pro rychlou výrobu prototypů s komplikovanými tvary a složitou vnitřní geometrií. Termínem Rapid Prototyping se od 80. let 20. století označují technologie, které vytvářejí produkt pomocí nekonvenčních postupů, obvykle tzv. aditivním (vrstveným) procesem. Aditivní výroba (AM) nezahrnuje odebrání materiálu z polotovaru, pro získání konečného tvaru výrobku (jako při obrábění), ani se materiál nepřidává najednou (jako u odlévání). Konečný tvar produktu je dosažen postupným spojováním, resp. vrstvením materiálu na sebe. Aditivní technologie, resp. 3D tisk nejčastěji zpracovává polymerní materiály, ale v současné době je poměrně rozšířen i ve zpracování kovových materiálů. Tato práce je zaměřena na technologie 3D tisku, které využívají jako výchozí materiál kovový prášek [1] [2].

Polymerní či nekovové díly vyráběné vstřikováním do forem jsou všude kolem nás a snaha průmyslu je tyto formy stále více zdokonalovat. Například úpravou temperačního systému je možné zkrátit výrobní cyklus nebo zlepšit vlastnosti dílu. Tradiční temperační systémy vstřikovacích forem se obvykle skládají z mnoha vrtaných otvorů. Tyto systémy jsou jednoduché a cenově dostupné, ale mají svá omezení. Nedokážou přesně řídit teplotu různých částí formy, což může vést k nerovnoměrnému ochlazení a dalším problémům. Díky aditivní výrobě je možné vyrobit zakřivené chladicí kanály, tzv. konformní chlazení, které přesně kopíruje tvar dutiny formy a poskytuje tak rovnoměrnější rozložení teploty a rychlejší chlazení v průběhu formy. To vede k vyšší přesnosti a kvalitě výsledného produktu.

Pro výrobu zmíněných forem jsou používány nástrojové oceli určené pro práci za tepla. Ty musí mít vysokou tvrdost, abrazivní odolnost a tepelnou stabilitu, protože forma je vystavena rychlým změnám teploty. Nejčastěji používaným materiálem pro vstřikovací formy je ocel AISI H13. Ideální materiál pro výrobu forem z ní dělá i vysoká pevnost a odolnost proti trhlinám, kterou formy vystavené vysokému tlaku a tepelnému namáhání musí mít [35] [36].

Je známo, že se aditivně vyrobené kovové součásti liší, především mikrostrukturně od dílů vyrobených konvenčními metodami, jako je obrábění, lití a tváření. Například díly vyrobené aditivními technologiemi založené na laserovém ohřevu, jako je Selective Laser Melting (SLM) či Direct Laser Metal Deposition (DLMD), mají zpravidla jemnozrnnou, martenzitickou strukturu s buněčnou morfologií. Při podélném či příčném řezu těchto součástí je možné pozorovat texturu tvořenou poloeliptickými stopami či rovnoběžnými stopami od tuhnutí lázně taveniny. Zpravidla mají aditivně vyrobené díly vyšší pórovitost než díly tvářené. Tato pórovitost může u některých technologiích kovového 3D tisku dosahovat až 10 %, což je u výroby nástrojů nepřijatelné. Díky nestejnorožnostem a nehomogenní struktuře se u aditivně vyrobených dílů vyskytuje anizotropie mechanických vlastností. Tyto informace jsou ale stále dosti omezené a v případě nástrojových ocelí úplně minimální. Podobně je tomu i u tepelného zpracování, které je u nástrojových ocelí připravených konvenční výrobou zcela nezbytné. Je známo, že určitým tepelným zpracováním je možné odstranit popisovanou nehomogenní strukturu u dílů vyrobených laserovými technologiemi 3D tisku kovu. U některých technologiích však odborná literatura, věnující se tepelnému zpracování po vytištění dílu, zcela chybí. Vzhledem k tomu budou finální mikrostruktury tištěného vzorku, jež jsou závislé na zvoleném typu vstupního materiálu, zvolené metodě a parametrech tisku a způsobu tepelného zpracování, cílem zkoumání této diplomové práce [34].

1.1 Cíle diplomové práce

Hlavním cílem této práce je určit vliv tepelného zpracování na vlastnosti vybraného materiálu. Jsou analyzovány vzorky připravené různými aditivními metodami výroby s následným tepelným zpracováním. K porovnání rozdílů takto vytvořených vzorků je využita světelná a elektronová řádkovací mikroskopie doplněna o měření mechanických a tribologických vlastností.

Pro experimentální program je zvolena nástrojová ocel AISI H13 a tři metody 3D tisku kovu, které se nazývají Selective Laser Melting (SLM), Direct Laser Metal Deposition (DLMD) a Bound Metal Deposition (BMD). Vstupní materiál v tištěném stavu a jeho analýza struktury a vlastností je uvedena v diplomové práci P. Kubovce [10]. Úkolem je na vybraných vzorcích provést tepelné zpracování, zvolené na základě odborné literatury a materiálových listů. Následuje analýza tepelně zpracovaných vzorků. Na závěr jsou porovnány mikrostruktury, mechanické a tribologické vlastnosti vzorků ve výchozím (tištěném) a tepelně zpracovaném stavu. Následkem toho je vyhodnocen vliv zvoleného tepelného zpracování na aditivně vyrobené díly z nástrojové oceli H13.

Oproti konvenčně vyrobené nástrojové oceli kde, již jsou přesně definované postupy tepelného zpracování, má aditivní výroba stále nedostatky. V současné době má každá metoda 3D tisku kovu více či méně odlišný výchozí stav. Díly vyrobené technologiemi SLM či DLMD dosahují zákalné struktury již v tištěném (výchozím) stavu. Austenitizace však u těchto dílů vede k homogennější mikrostruktuře. Díly vyrobené metodou BMD se naopak nejvíce podobají tvářenému dílu a operace zušlechťení je tak nezbytná. Cílem tepelného zpracování vzorků je tak určit, zda je tepelné zpracování používané u konvenční výroby tvářených nástrojů použitelné na všechny zmíněné technologie kovového 3D tisku.

2 Nástrojové oceli

Nástrojové oceli se obvykle klasifikují podle jejich specifických funkcí, jako je tváření za tepla, za studena, vysoko rychlostní obrábění a tlakové lití v různých provozních podmínkách. Každá skupina ocelí je dále rozdělena do několika tříd s mírnými rozdíly, aby vyhovovaly různým požadavkům na zpracování, provozním podmínkám a materiálům. Existuje několik klasifikací nástrojových ocelí, nejčastěji se jedná o americký systém AISI. Tento systém rozděluje nástrojové oceli do devíti hlavních skupin na základě důležitých vlastností, jako je legování, tepelné zpracování a aplikace (viz Tab. 1) [28].

Tab. 1. Rozdělení nástrojových ocelí dle AISI-SAE [33]

| Skupina | Identifikační symbol |
|--|----------------------|
| Vodou chlazené nástrojové oceli | W |
| Nástrojové oceli odolné proti rázům | S |
| Olejem kalená nástrojová ocel pro tváření za studena | O |
| Vzduchem chlazené-středně legované nástrojové oceli pro tváření za studena | A |
| Vysoce uhlíkové oceli s vysokým obsahem chromu pro tváření za studena | D |
| Oceli pro formy | P |
| Oceli pro obrábění za tepla chrom, wolfram a molybdenové | H |
| Vysokorychlostní wolframové nástrojové oceli | T |
| Vysokorychlostní molybdenové nástrojové oceli | M |

Mezi devíti skupinami nástrojových ocelí se nacházejí oceli určené pro práci za tepla, označované písmenem "H". Oceli v rozsahu H1 až H19 mají zvýšený obsah chromu, oceli H20 až H39 mají zvýšený obsah wolframu a oceli H40 až H59 mají zvýšený obsah molybdenu. Zásadním rozdílem mezi jednotlivými třídami je hlavní legující prvek. Zároveň mají všechny tyto oceli střední obsah uhlíku a obsah chromu se pohybuje mezi 1,75 a 12,75 %. Tyto oceli si zachovávají vysokou tvrdost 513 HV i při dlouhodobém vystavení teplotám 500-550 °C. Jsou využívány při výrobě forem a nástrojů pro lití hliníku a hořčíku, stejně jako při výrobě forem pro vstřikování plastů [38].

2.1 Nástrojová ocel H13

Základem této diplomové práce je chrom – molybden – vanad – křemíková, nástrojová ocel AISI H13 (1.2344 – označení dle ČSN EN 10027-2; X40CrMoV5-1 – označení dle ČSN EN 10027-1). Určená ke kalení v oleji a na vzduchu s velmi dobrou prokalitelností. Vyznačuje se vysokou pevností za tepla a odolností proti otěru. Pro tuto ocel je charakteristické velmi dobrá houževnatost a tažnost při normálních i zvýšených teplotách. Dále ocel vykazuje velmi dobrou odolnost proti vzniku trhlinek tepelné únavy a větší citlivost na prudké změny teplot než u oceli H11. Ocel je vhodná pro tepelné zpracování i na pevnosti 2050 MPa. Je dobře tvárná za tepla a dobře obrobitelná ve stavu žíhaném na měkko. V Tab. 2 je uvedeno chemické složení oceli H13 [13].

Tab. 2. Chemické složení oceli H13 [13].

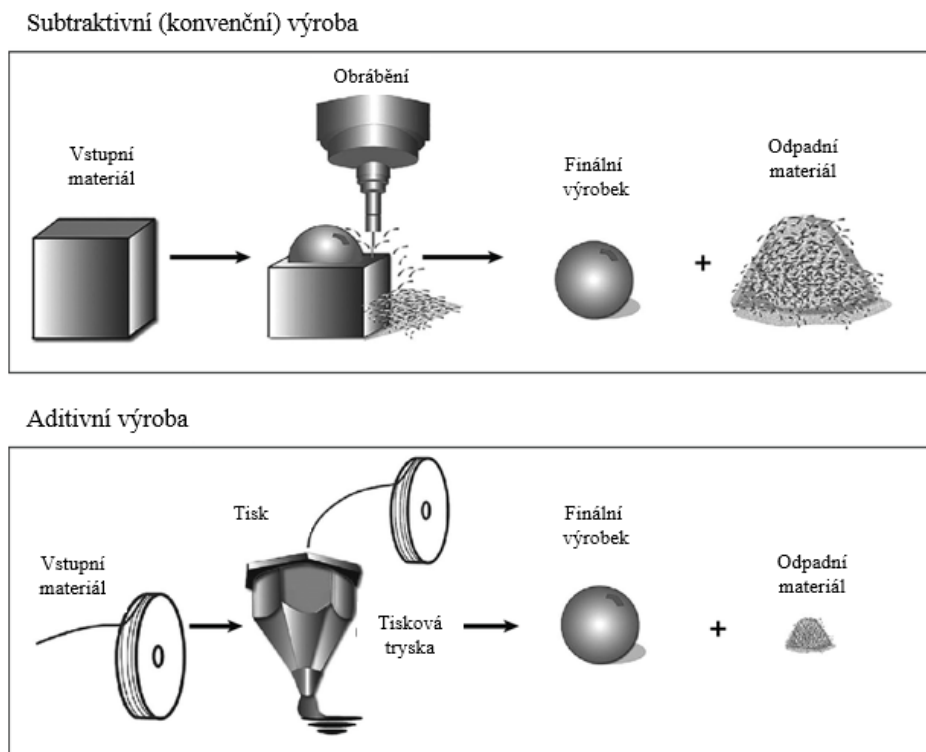
| Prvek | C | Mn | P | S | Si | Cr | V | Mo | Fe |
|---------------------|-------------------|-----------------|-------------|-------------|------------------|------------------|-----------------|------------------|----------|
| Množství (hm. %) | 0,32 – 0,45 | 0,2 – 0,6 | max 0,03 | max 0,03 | 0,8 – 1,25 | 4,75 – 5,5 | 0,8 – 1,2 | 1,1 – 1,75 | zůstatek |

Nástroje vyrobené z této oceli mohou být chlazeny vodou. Proto nachází nejčastější využití pro formy tlakového lití neželezných kovů (nejčastěji hliníkových slitin). Dále části malých a středních zápustek, části forem na plasty nebo nože pro stříhání za tepla či protlačování za tepla [13].

3 Aditivní výroba

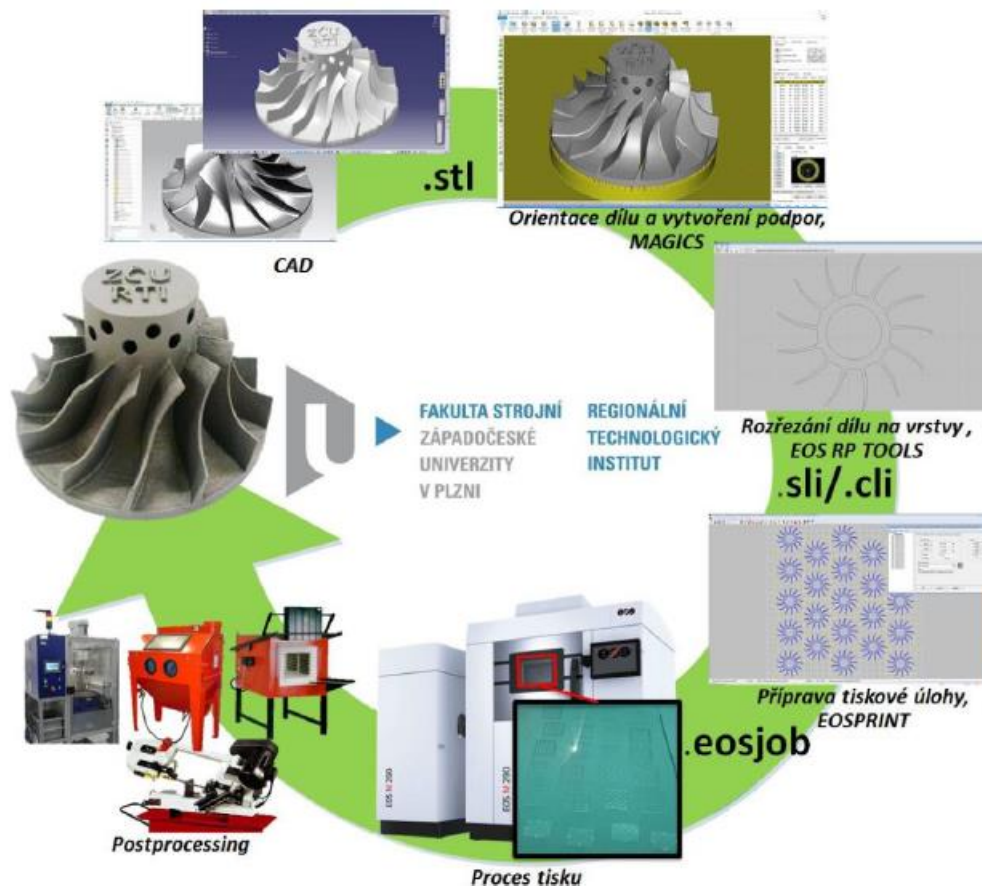
Aditivní výroba (AM z aj. additive manufacturing) je proces vytváření objektu pomocí postupného přidávání tenkých vrstev materiálu na sebe. Na rozdíl od termínu rapid prototyping, který může označovat výrobu prototypu, je aditivní výroba či 3D tisk využíván i pro sériovou výrobu funkčních součástí [4].

Je opakem subtraktivní výroby (SM z aj. subtractive manufacturing), ve které je objekt vytvářen jeho postupným ubíráním, například pomocí frézování, soustružení a řezání, dokud není konečný produkt kompletní. Při subtraktivní neboli konvenční výrobě je zapotřebí větší množství počátečního materiálu a vzniká jisté množství odpadu. U AM odpad také vzniká, ale oproti konvenční výrobě je poměr objemu odpadu s objemem konečného výrobku malý. Rozdíly jednotlivých výrob názorně ilustruje Obr. 1 [4].



Obr. 1. Rozdíl mezi subtraktivní a aditivní výrobou (převzato a přeloženo) [6].

Aditivní výrobu lze rozdělit do několika kroků viz Obr. 2, přičemž každý z nich má vliv na kvalitu vytištěné součásti. Stejně jako u konvenčních metod je pro AM zapotřebí 3D model, který může být vytvořený na PC v CAD systému či naskenováním reálné součásti pomocí reverzního inženýrství. Poté je použit CAM systém, který vytvoří konkrétní řešení pro výrobu součásti na základě uživatelem zvolené technologie 3D tisku. V tomto kroku je 3D model rozřezán do jednotlivých vrstev (layers) a takto zpracované řešení je ve formátu G-kódu odesláno do zařízení zvané 3D tiskárna. Jedná se o tzv. preprocessing, který zahrnuje přípravu dat. Samotný tisk je proces zvaný processing, při kterém je v tiskárně postupným vrstvením materiálu vytvořena součást. Na základě zvolené metody následuje tepelné zpracování či finální opracování, jako pískování, nebo omílání. Tato část se nazývá postprocessing [4] [7].



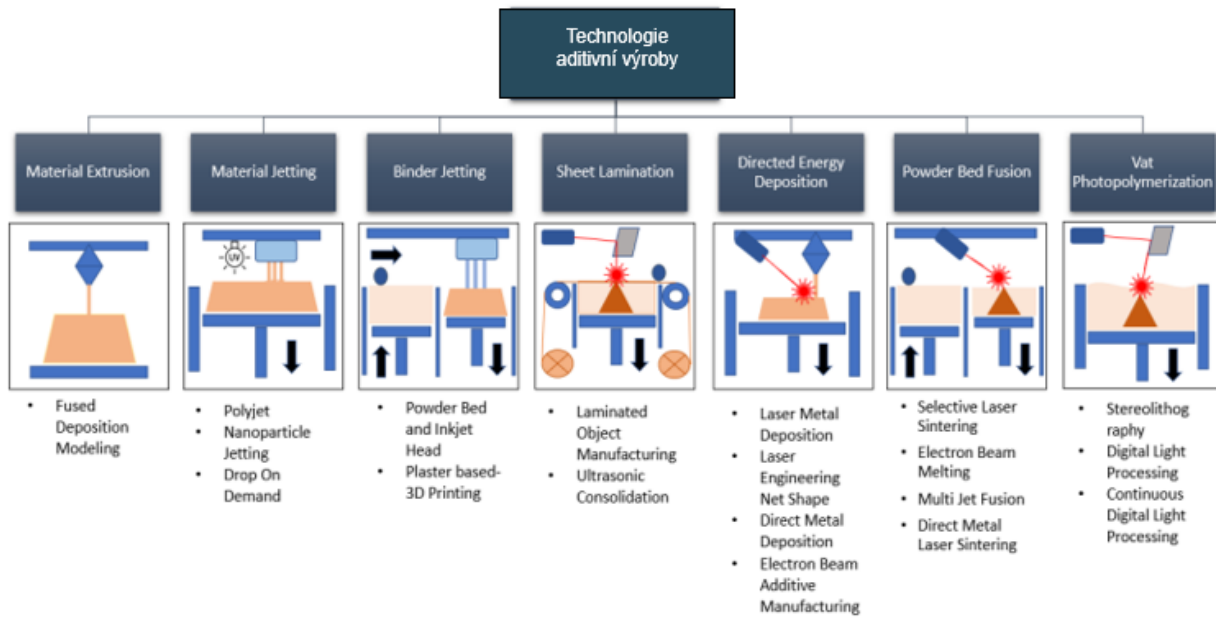
Obr. 2. Schématický proces aditivní výroby [7].

3.1 Rozdělení aditivní výroby

Současná doba nabízí širokou škálu technologií 3D tisku, které neustále vznikají a jiné naopak zanikají, některé se rozšířily, případně na svá rozšíření stále čekají. Značné množství výrobců, kteří vyvíjí či zdokonalují nové metody 3D tisku a jejich patentová práva, je důvodem, že prostředí AM je značně nepřehledné. Je časté, že se na trhu objevují různě nazvané metody, které při bližším pozorování jsou totožné.

Od roku 2015 je používán způsob rozdělení AM dle normy ISO/ASTM 52900 a díky tomu by mělo být prostředí AM přehlednější. Tato norma rozděluje aditivní výrobu do následujících sedmi kategorií: Binder Jetting, Material Extrusion, Direct Energy Deposition, Photopolymerization, Powder Bed Fusion, Sheet Lamination, Material Jetting (viz Obr. 3). Tyto kategorie dále obsahují mnoho metod, které norma ASTM popisuje [3] [37].

Tato práce se zabývá aditivně vyrobenými díly z kovu. Je zaměřena na tři různé technologie 3D tisku kovových dílů, přesněji na SLM, DLMD a BMD. Každá z nich spadá do jiné kategorie dle normy ISO/ASTM 52900. Sice všechny metody využívají jako vstupní materiál kovový prášek, ale u každé metody je jinak přiváděn. Zatímco metody SLM a DLMD přivádí kovový prášek přímo ze zásobníku. Technologie BMD používá kovový prášek, který je díky speciálnímu polymeru a vosku vázán do tyčinek, kde jsou jednotlivá zrna homogenně rozprostřena [8].



Obr. 3. Rozdělení aditivní výroby dle normy ISO/ASTM 52900 [8].

4 Principy a vlastnosti aditivních technologií

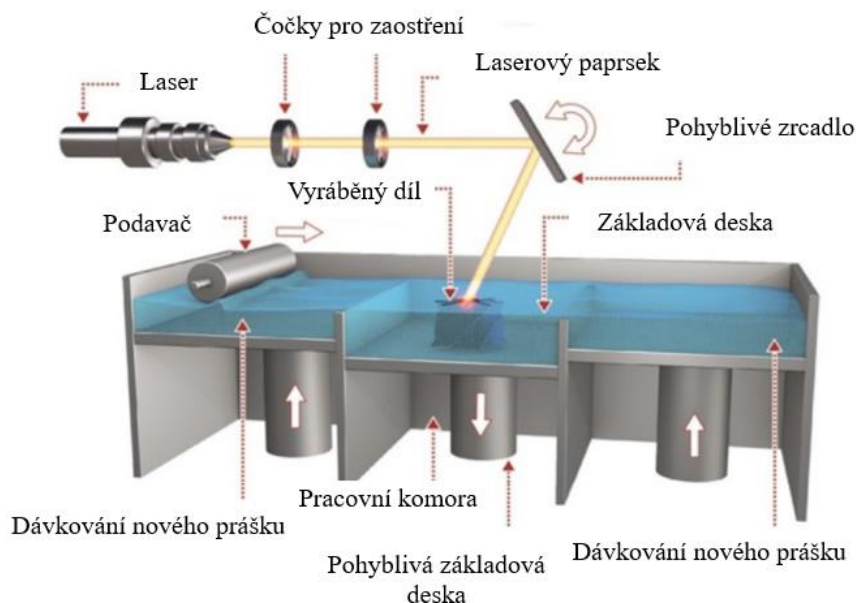
4.1 Metoda SLM

Selective Laser Melting (SLM) je aditivní výrobní proces, který využívá laserový paprsek k roztavení tenkých vrstev kovového prášku za účelem vytvoření trojrozměrných objektů. Použitím laserového paprsku k selektivnímu roztavení tenkých vrstev drobných částic umožňuje výrobu dílů vykazující jemné struktury s nízkou pórovitostí [9].

Tato metoda spadá do tzv. Powder Bed Fusion (PBF) technologií, kde jsou na pracovní lože (tiskovou podložku) kladeny souvislé vrstvy výchozího materiálu v podobě prášku. Ten je následně taven či spékán (nejčastěji laserovým či elektronovým paprskem) takovým způsobem, kdy jeden krok odpovídá roztavení plochy odpovídající horizontálnímu řezu součástí.

4.1.1 Princip metody SLM

Proces SLM začíná aplikací tenkých vrstev kovového prášku (obvykle v rozmezí 20 μm až 100 μm) na podložku pomocí zařízení nazývaného nanášec (tzv. recoater). Tato vrstva prášku je následně vystavena laserovému paprsku, který roztaví kovový prášek pouze na předem definovaných místech, v souladu s G-kódem pro danou vrstvu součástí. Pohyb laserového ohniska po definované ploše, kdy jsou jednotlivá zrna prášku tavena, je nazýván skenování. Tisková podložka poté klesne o velikost jedné vrstvy, aby bylo možné proces opakovat a vytvořit další vrstvu. Po natištění všech vrstev se přebytečný neroztavený prášek, který obklopuje díl vysaje, vykartáčuje, vyfouká nebo otryská. Následně je možné tento zbytkový materiál přesít a použít opakovaně. Princip této metody je ilustrován na Obr. 4. Závěrečná část někdy vyžaduje malé či žádné dokončující operace [3] [9] [17] [19].



Obr. 4. Popis SLM technologie [51].

Při využití SLM technologie k výrobě součástí dochází k několika fázovým transformacím včetně tavení, odpařování a solidifikace. Proces SLM zahrnuje zahřátí vstupního materiálu do kapalného stavu, následované rychlým ochlazením a solidifikací po odstranění zdroje tepla. Materiál, který již tál a ztuhl, může být opět roztaven, když je vystaven blízkému laserovému paprsku. Tyto změny skupenství probíhají v rozmezí teplot solidu a likvidu použitého materiálu [39] [51].

Konkrétní fázové transformace a jimi utvořená mikrostruktura materiálu závisí jak na chemickém složení kovového prášku, tak na podmínkách jeho tavení. Nejběžněji používaným parametrem v souvislosti se SLM je objemová hustota energie, také označována jako energetická hustota Ψ . Kombinací parametrů jako je tloušťka vrstvy kovového prášku, výkonu laseru, rozteče housenek, doby působení laserového paprsku na materiál (rychlosti pohybu laserového paprsku) je možné určit objemovou hustotu laserového paprsku Ψ . Její výpočet je definován v rovnici (1), kterou doplňuje Obr. 5 [40] [71].

$$\psi = \frac{P}{v * h * t} \text{ (J/mm}^3\text{)} \quad (1)$$

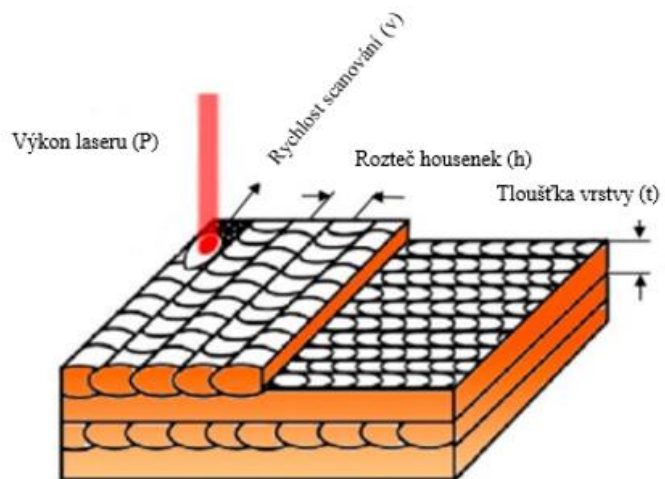
kde:

P – výkon laserového paprsku (W)

v – rychlost skenování (mm/s)

h – rozteč housenek (hatch spacing) (mm)

t – tloušťka vrstvy (mm)



Obr. 5. Schematické znázornění zpracování selektivním laserovým tavením (SLM) a parametry procesu (převzato a přeloženo) [71].

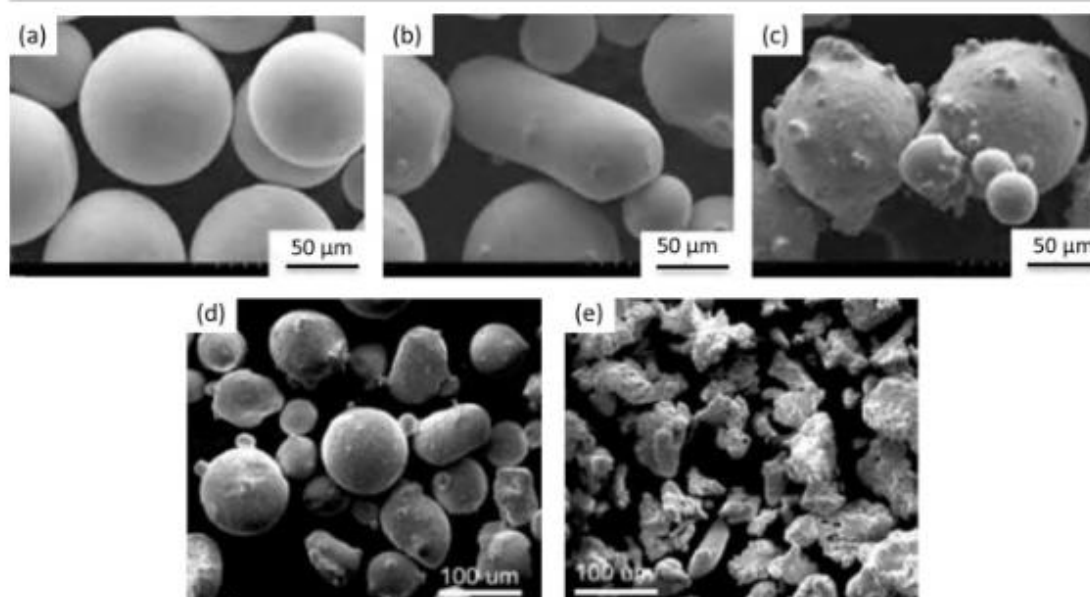
4.1.2 Kovový prášek

Kvalita aditivně vyrobených dílů je významně ovlivněna vlastnostmi výchozích materiálů. Mezi tyto vlastnosti patří tvar, velikost, morfologie povrchu, složení a tekutost prášků. Typické velikosti částic prášku pro SLM jsou v rozmezí 10–60 μm a 60–105 μm .

Kovové prášky se pro účely aditivní výroby vyrábějí čtyřmi způsoby. Rozprašováním tekutého kovu působením odstředivé síly (RA), rozprašováním tekutého kovu vodou (WA), procesem plynové atomizace (GA) a procesem plazmové atomizace (PREP). Prášky vyrobené mletím se v aditivní výrobě nepoužívají vzhledem k jejich tvaru a obsahu částic z mlecích mlýnů [41] [42].

Obr. 6 ukazuje snímky SEM kovových prášků vyrobených různými procesy. Prášky PREP mají dokonale kulovitý tvar s hladkým povrchem. Částice prášku z procesu RA také vykazují hladký povrch, ale nemají kulovitý tvar. Procesem GA jsou vytvořeny prášky se sférickou morfologií a d'olíčkovou texturou povrchu, ačkoli přítomnost satelitních částic zvyšuje drsnost povrchu. Prášky z WA procesu mají obvykle nepravidelný tvar s hrubou povrchovou strukturou, což má za následek nižší tekutost. Výsledkem je ukládání tenčích vrstev ve srovnání s prášky z procesu GA. Vzhledem k hrubé povrchové struktuře a nepravidelnému tvaru prášků z WA procesu, vykazují součásti vyrobené těmito prášky vysokou drsnost povrchu. Prášky zpracované PREP a WA vykazují nejvíce jednotnou velikost částic prášku. Rovnoměrná velikost prášku podporuje homogenní tavení a dobré spojení mezi

vrstvami. Tím jsou zajištěny dobré mechanické vlastnosti a drsnost povrchu. Zpravidla se však používají prášky vyrobené GA způsobem. Důvodem může být jejich nižší cena oproti způsobu PREP [43] [44]. Naproti tomu prášky zpracované GA často obsahují bublinky inertního plynu, který je zachycen taveninou. To vede k vyšší poréznosti dílu [42].



Obr. 6. SEM snímek kovových prášků vyrobených různými způsoby, a) PREP, b) RA, c-d) GA, e) WA [42].

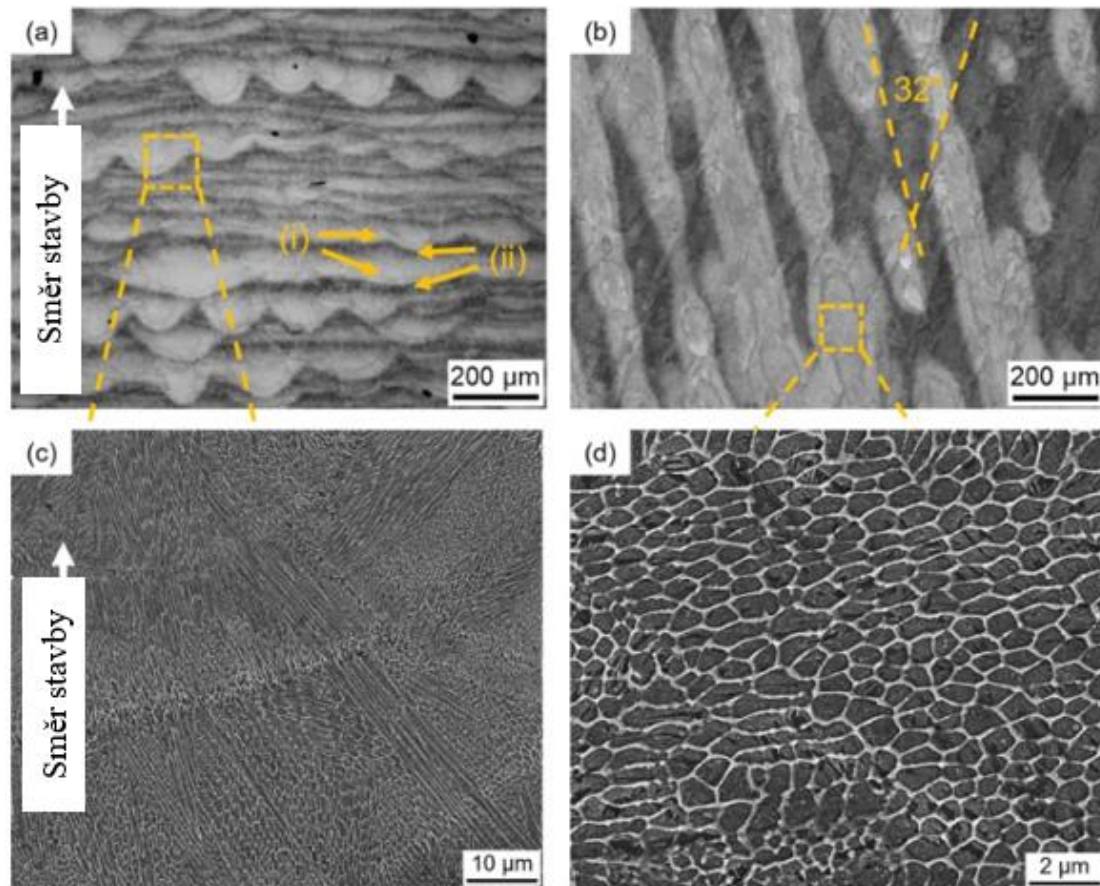
Proces výroby musí splňovat určité požadavky a vyžaduje kvalitní vstupní materiál s vysokou čistotou. Přítomnost nečistot by mohla negativně ovlivnit proces tavení a vést k nehomogenitám ve výsledné struktuře. Ideální vstupní materiál je ve formě prášku s částicemi sférického tvaru a distribuce velikosti částic by měla být menší, než tloušťka nanášených vrstev. Správná distribuce částic zajišťuje vytvoření kompaktní vrstvy při nanášení prášku, což umožňuje rovnoměrné tavení vrstvy. Pokud by části nezapadaly dobře do sebe, vznikly by volné prostory mezi nimi, což by zvýšilo pórovitost materiálu [51].

4.1.3 Metalografická analýza

Mikrostruktura

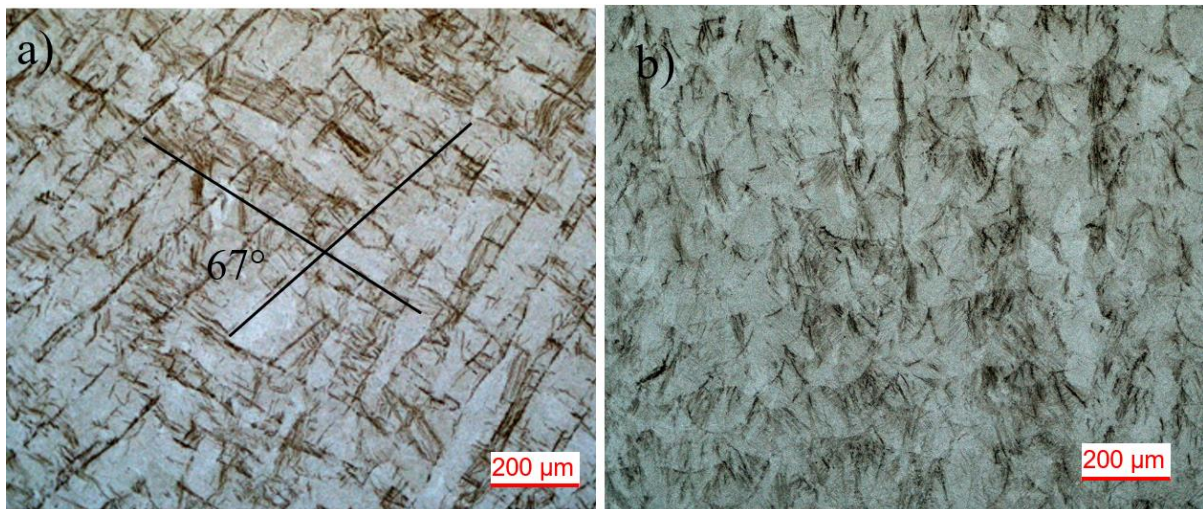
U dílů vyrobených, nejen z nástrojové oceli H13, metodou SLM je možné na řezu pozorovat nehomogenní strukturu. Její textura je tvořena stopami od tuhnutí lázně taveniny (melt pool) a mění se v závislosti na směru řezu. Ve směru rovnoběžném na směr stavby je možné pozorovat poloeliptické stopy (viz Obr. 7 a). Naopak v kolmém řezu na směr stavby jsou zřetelně pozorovány housenky (viz Obr. 7 b). Homogenita zmíněné struktury, která připomíná rybí šupiny, může být narušena pootočením následující vrstvy o určitý úhel (v tomto případě o 32°). Materiály vyráběné pomocí SLM mají výrazně jemnější mikrostrukturu, než materiály vyráběné konvenčními metodami. Tuto mikrostrukturu ovlivňuje zejména rychlost ochlazování, která může být extrémně vysoká, v řádu 10^3 – 10^8 °K/s. V důsledku těchto vysokých rychlostí ochlazování se vytváří velmi jemná struktura s buněčnou texturou [51]. Při zvětšení alespoň 1000x, které Obr. 7 c) a d) nabízejí je možné tuto buněčnou morfologii (cellular structure) pozorovat. Tato struktura se vyskytuje u 3D tištěných dílů vyrobených zpravidla technologiemi založených na laserovém ohřevu a její vznik popisuje například studie Wang a kol. [46]. Studie uvádí, že díky rychlému odvodu tepla dochází k segregaci slitinových prvků jako je Cr, Mo a V na hranicích roztavené lázně a následkem toho se vytváří buněčná

struktura. Uvnitř těchto buněk se nachází martenzit a jejich velikost zpravidla nepřesahuje 1 μm . Je možné vidět několik tvarů zrn, které struktura vykazuje. Jedná se především o sloupcovitá zrna (columnar grain), která mají protáhlý charakter. Dalšími jsou jemno-buněčná a hrubo-buněčná zrna, která mají rovnoosý charakter [34] [45] [46] [71].



Obr. 7. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou SLM, a) snímek ze světelné mikroskopie – řez rovnoběžný se směrem stavby, b) snímek ze světelné mikroskopie – řez kolmý na směr stavby, c) a d) snímek ze SEM (převzato a přeloženo) [44].

Podobné struktury, jako je uvedeno na Obr. 7, je dosaženo při výzkumu P. Kubovce, který zkoumal díly vyrobené z oceli H13 metodou SLM. Stejně díly jsou použity jako vstupní materiál pro experimenty tepelného zpracování předkládané v této práci. Na snímcích naleptané mikrostruktury kolmého řezu na směr stavby je možné pozorovat střídající směr skenování jednotlivých vrstev. Úhel mezi jednotlivými směry je 67° (viz Obr. 8 a). Oproti mikrostruktuře uvedené výše, má mikrostruktura na Obr. 8 b pravidelnější půlkruhovou texturu, která je zachycena na rovnoběžných řezech se směrem stavby [10].



Obr. 8. Snímek mikrostruktury SLM vzorků pomocí optického mikroskopu, a) kolmo řez na směr stavby, b) rovnoběžný řez se směrem stavby, (zvětšeno 200x) [10].

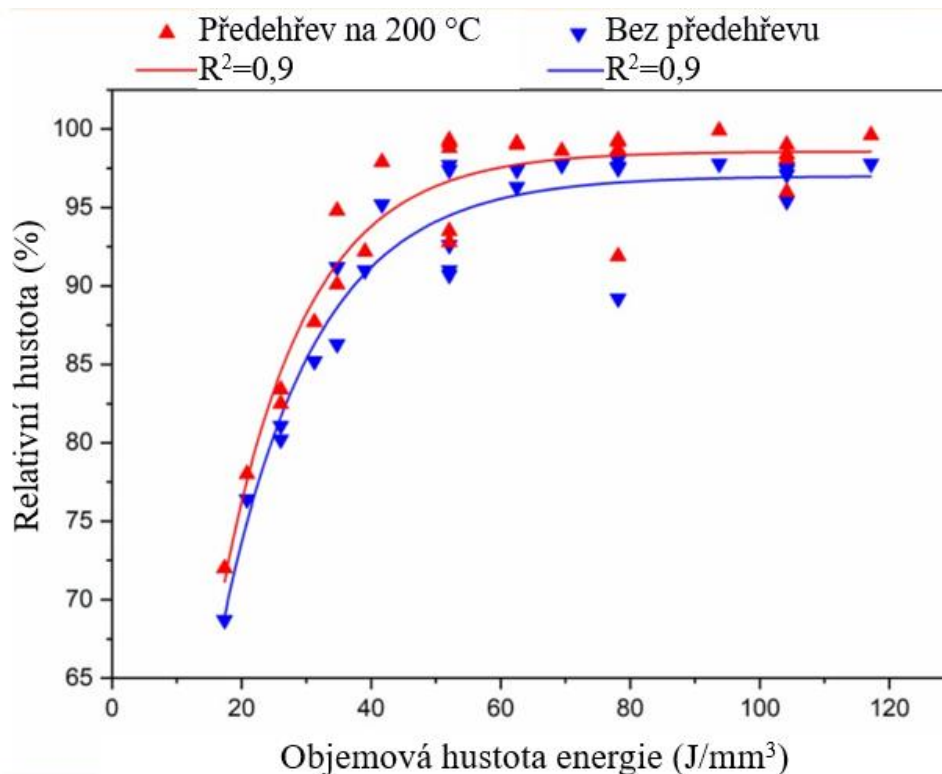
Při větším zvětšení, které nabízí Obr. 9 předchozí mikrostruktury je možné opět pozorovat buněčnou morfologii. Ta je tvořena rovnoosými zrny s průměrnou velikostí nepřesahující 2 µm a sloupcovými zrny, která jsou protáhlá ve směru stavby a vyskytují se zpravidla u hranic lázně taveniny. Mezi ztuhlými lázněmi taveniny (melt pool) se vyskytuje ostrý přechod. Ten je místy narušen epitaxním růstem (prorůstáním) některých buněk do sousedních oblastí [2] [10].



Obr. 9. Snímek mikrostruktury SLM vzorků pomocí optického mikroskopu rovnoběžně na směr stavby (zvětšeno 500x) [10].

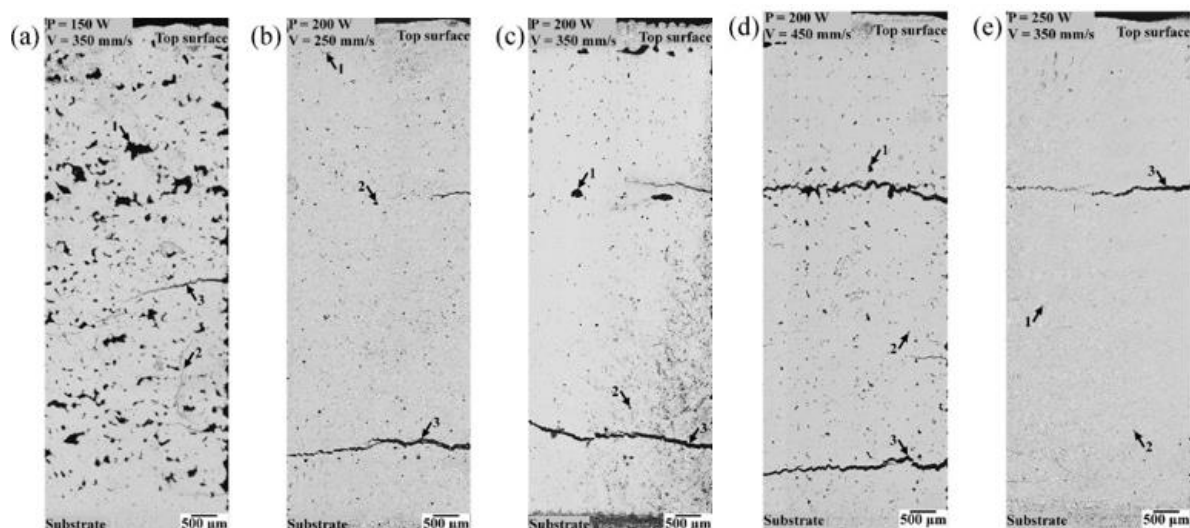
Vady a pórovitost

Současní výrobci aditivně vyráběných dílů metodou SLM dokáží vyrobit díly s minimálními vadami a minimální pórovitostí. Nejen výrobci ale i různé studie uvádí, že díly vyrobené z nástrojové oceli dosahují relativní hustoty až 99,9 % [47]. Bylo prokázáno, že hustota energie laserového paprsku má přímý vliv na pórovitost, a to tím způsobem, že, čím vyšší je hustota energie, tím je vyšší relativní hustota dílu. To ilustruje Obr. 10. Přičemž hustota energie se pohybuje v rozmezí 60-100 J/mm³. Navýšení nad tuto hodnotu již nepřináší znatelný význam [44] [46] [71].



Obr. 10. Vliv hustoty energie na relativní hustotu dílu z oceli H13 vyrobený metodou SLM (převzato a přeloženo) [71].

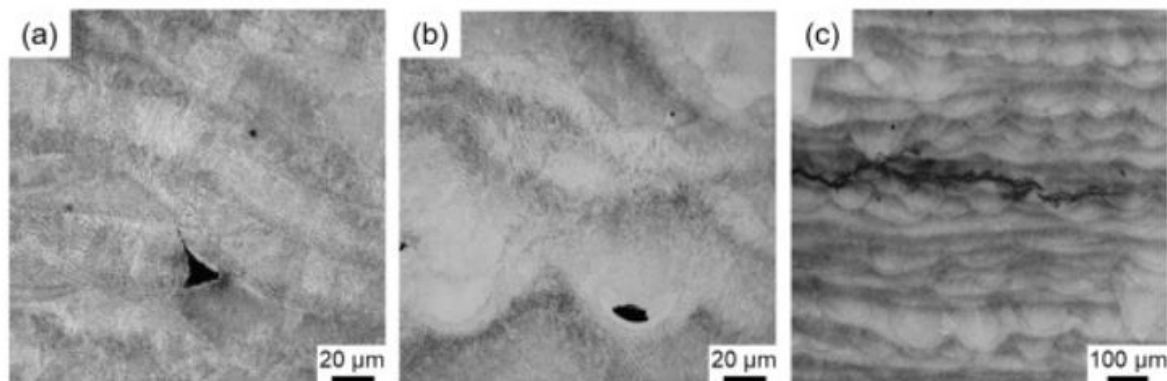
Graf zobrazený na Obr. 10 doplňuje Obr. 11, kde je zachycen patrný vliv výkonu laseru a skenovací rychlosti na pórovitost a vady ve struktuře. Je možné vidět, že růst výkonu a snižování rychlosti skenování má pozitivní vliv a dochází ke snižování množství nestejnorodostí [17].



Obr. 11. Struktura aditivně vyrobené nástrojové oceli H13 metodou SLM při měnícím výkonu laseru a rychlosti skenování. Pórovitost vzorků a) 7,94 %, b) 0,82 %, c) 1,76 %, d) 1,57 %, e) 0,17 %, 1 – označuje nedostatečné spojení částic, 2 – plynové póry, 3 - trhliny [17].

Díly vyrobené metodou SLM vykazují tři typy vad. První z nich je trojúhelníková dutina (viz Obr. 12 a), kterou je možné pozorovat kolmo na směr skenování. Vzniká následkem nízké hustoty energie laserového paprsku, díky čemuž nedošlo k dostatečnému roztavení a spojení sousedních housenek. Tato dutina je zvláště škodlivá kvůli svému tvaru, který může působit

jako iniciační místo pro vznik trhlin. Plynové póry (viz Obr. 12 b) se nejčastěji nacházejí tam, kde naopak byla hustota energie příliš vysoká a došlo k odpařování plynu, který se zachytil uvnitř taveniny. Dalším možným důvodem vzniku těchto pórů může být zachycení inertního plynu při výrobě samotného prášku, jak je zmíněno v kapitole 4.1.2. Další pozorovanou vadou jsou trhliny mezi jednotlivými vrstvami, vznikají následkem zbytkového napětí (viz Obr. 12 c) [44]. Neposlední vadou vyskytující se v dílech jsou kovové či nekovové a oxidické vměstky, které obvykle působí jako koncentrátor napětí a jako ostatní vady zhoršují mechanické vlastnosti dílu [48] [49].



Obr. 12. Nejčastější vady v procesu SLM, a) nedostatečné spojení mezi tavnými lázněmi, b) plynové póry v tavné lázni, c) praskliny podél depozičních rovin [44].

4.1.4 Mechanické vlastnosti

Zkouška tahem, rázem v ohybu a mikrotvrdomost jsou klasické metody hodnocení mechanických vlastností SLM vzorků.

Pevnost

Pevnost SLM součástí je přibližně stejná při porovnání s tvářenými a tepelně zpracovanými díly. Avšak tažnost SLM vzorků je třikrát vyšší. Přesněji 12,4 % (u SLM vzorků) oproti 4,4 % (u tvářených a zušlechtěných vzorků). Jemná velikost zrna může snadněji bránit růstu trhlin, což má za následek vysokou pevnost a tažnost SLM dílů [46] [50].

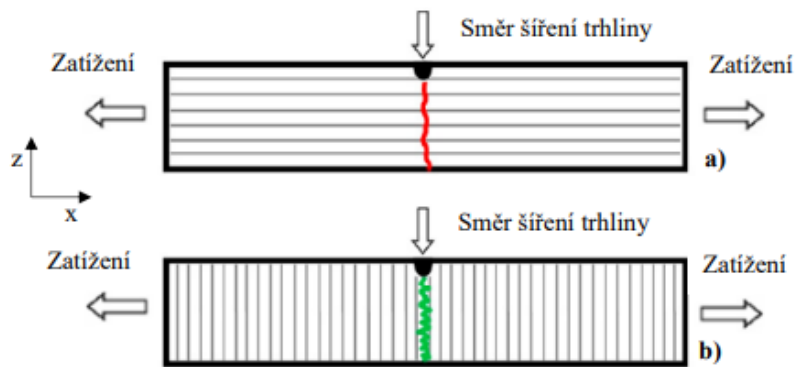
Tvrdomost

Vzhledem k existenci velkého množství martenzitu je tvrdost v SLM dílech z H13 rovnoměrně rozložena a dosahuje stejných nebo i vyšších hodnot oproti konvenčně vyrobeným dílům (tvářených a zušlechtěných). Obecně se tvrdost těchto vzorků pohybuje okolo 561 HV [45]. Velice podobných hodnot tvrdosti je dosahováno i v experimentu P. Kubovce, který udává tvrdost SLM vzorků z oceli H13 589 HV [10].

Vrubová houževnatost

Dostupná literatura také porovnává vrubovou houževnatost SLM dílů s tvářenými a zušlechtěnými díly. Na základě provedené zkoušky rázem v ohybu pomocí Charpyho kladiva literatura uvádí hodnoty vrubové houževnatosti 18 J/cm² pro SLM vzorky v tištěném stavu a 19,6 J/cm² pro tvářené a zušlechtěné vzorky. Nižší hodnota vrubové houževnatosti u SLM vzorků je zapříčiněno vysokým obsahem zbytkového napětí následkem vysoké rychlosti ochlazování [45]. S nižší vrubovou houževnatostí u SLM připravených vzorků také souhlasí hodnoty uvedené P. Kubovcem, který uvádí hodnoty KCV 6,9 J/cm² až 14,1 J/cm². Nižší hodnoty vrubové houževnatosti, které uvádí P. Kubovec jsou nejspíše zapříčiněny odlišnými parametry tisku [10].

Materiály vytvořené technologií SLM mají anizotropní strukturu, což se promítá do anizotropie jejich mechanických vlastností. Tuto anizotropii lze jednoduše demonstrovat porovnáním vzorků, které byly vytvořeny vrstvením horizontálně a vertikálně. Vrstvení v horizontálním směru poskytuje lepší mechanické vlastnosti než ve vertikálním směru, protože vznikající trhlinka musí procházet jednotlivými vrstvami materiálu, zatímco ve vertikálním směru se může snadno šířit mezi vrstvami materiálu (viz Obr. 13) [51] [52]. Z výše uvedeným souhlasí i výsledky v experimentu P. Kubovce, ve kterém bylo dosahováno nejvyšší hodnoty vrubové houževnatosti právě u horizontálně tištěných dílů [10].



Obr. 13. Šíření trhliny při rázové zkoušce v ohybu v závislosti na směru kladení vrstev, a) horizontálně, b) vertikálně [51].

Odolnost proti opotřebení

Výsledky tribologické zkoušky, provedené v experimentu P. Kubovce, ukazují, že díly vyrobené z oceli H13 metodou SLM mají horší odolnost proti opotřebení, než konvenčně vyrobené díly ze stejného materiálu. Ve zmíněné práci, tvářené a zušlechťené vzorky dosahují míry opotřebení W hodnoty pouze $1,16 \cdot 10^7 \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$. Zatímco horizontálně stavěné vzorky $1,36 \cdot 10^7 \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ a vertikálně stavěné vzorky dokonce $1,71 \cdot 10^7 \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ [10].

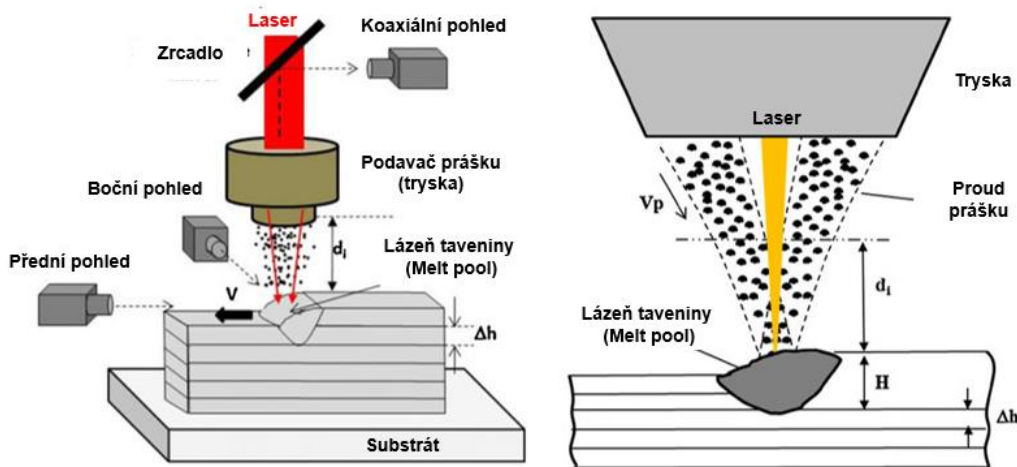
4.2 Metoda DLMD

Direct Laser Metal Deposition (DLMD) je technologie aditivní výroby, založená na kombinaci principů laserového navařování (laser cladding) a 3D tisku. Metoda spadá do tzv. Directed Energy Deposition (DED) technologií, kde je výchozí materiál, v podobě prášku či drátu okamžitě při přivádění do určitého místa taven či spékán (nejčastěji laserem, elektronovým paprskem nebo obloukovým zdrojem). Metoda DLMD je častěji nazývána pouze LMD (Laser Metal Deposition), proto při následném popisování je používáno toto označení [33].

4.2.1 Princip metody LMD

LMD využívá laserový paprsek jako zdroj tepla. Ten nejen že vytvoří místní natavení na substrátu (melt pool), ale zároveň taví přiváděný přídavný materiál (kovový prášek). Kapky taveniny a natavený kovový prášek pak do požadovaného místa přivádí proud plynu (nejčastěji Argon či Helium), který funguje zároveň jako ochranná atmosféra. Vysoké teploty vznikající během procesu umožňují jak tavení přídavného materiálu, tak i již ztuhlých vrstev, což vede k jejich spojení a vytvoření soudržné struktury. Laserový paprsek sleduje dráhu nástroje vytvořenou přímo z geometrie CAD. Při pohybu laserového paprsku se oblast taveniny rychle posouvá, přičemž vzniklá tavenina rychle tuhne a zanechává za sebou půlkruhovou stopu

ztuhlého materiálu (housesku) a vytváří tak součásti v po sobě jdoucích vrstvách (viz Obr. 14) [12].



Obr. 14. Princip LMD metody (převzato a přeloženo) [11].

Metoda LMD má tedy oproti metodě SLM několik odlišností, které způsobují různě velké rozdíly ve vyrobených dílech. Z principu je jasné, že u metody LMD není nutné nanášet souvislé vrstvy kovového prášku po celé pracovní ploše a nutnost mít celý proces v inertní atmosféře, jak je tomu u SLM. Nezbytnou součástí technologie je ale určité nosné zařízení, které nese laserovou hlavu s podavačem prášku. Tím může být samotná tiskárna, při čemž je prostor tisku uzavřen v prostoru tiskárny nebo 3D robotické rameno v případě otevřeného systému. Je tedy možné celou technologii zjednodušit na robotické rameno nesoucí laserovou hlavu a podavač prášku a inertního plynu (viz Obr. 15). Výhodou takto uzpůsobené technologie je nižší pořizovací cena oproti velkým uzavřeným centřům a zároveň volnost výroby velkých dílů, která by se do těchto uzavřených komor nevešla.



Obr. 15. Technologie pro metodu LMD (robotické rameno s laserovou hlavou a podavačem prášku + otočný stůl + laserový zdroj) [53].

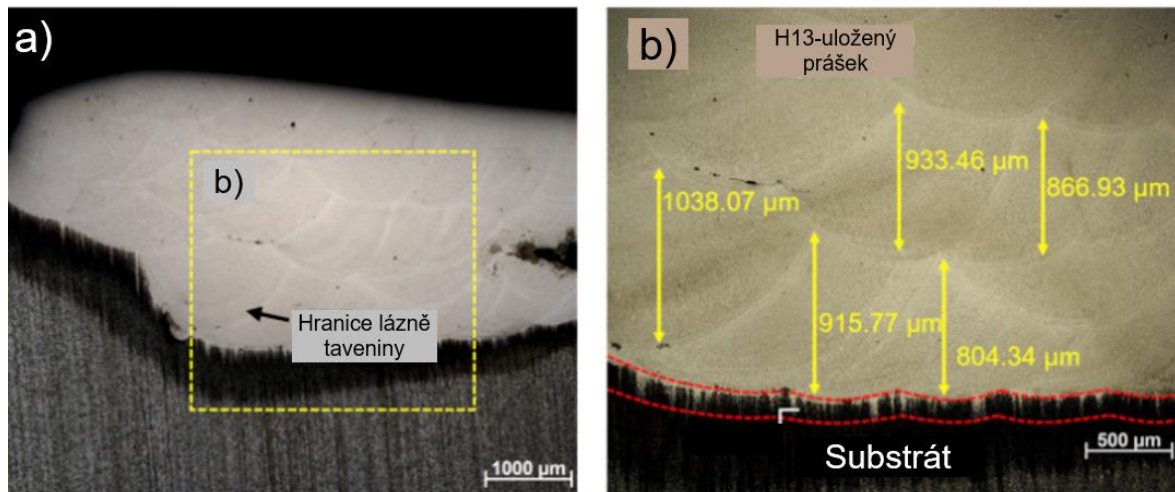
4.2.2 Kovový prášek

Vzhledem k tomu, že metoda LMD disponuje větším průměrem laserového paprsku a zpravidla jsou používány i vyšší výkony laseru, je používán prášek s většími částicemi. Je možné použít totožný prášek jako u metody SLM, ale zpravidla se používá prášek s velikostí částic 50-120 μm . Díky tomu je dosahováno vysoké rychlosti stavby [54] [55].

4.2.3 Metalografická analýza

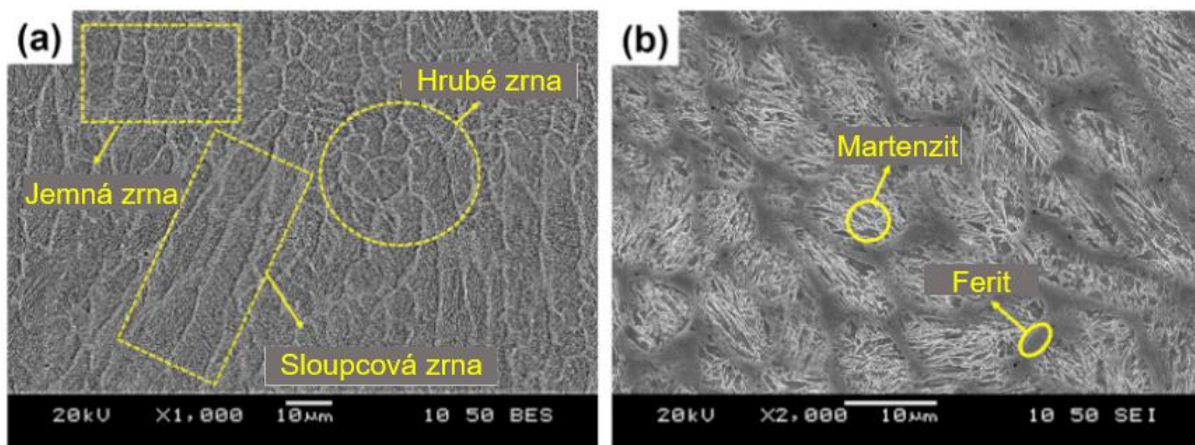
Mikrostruktura

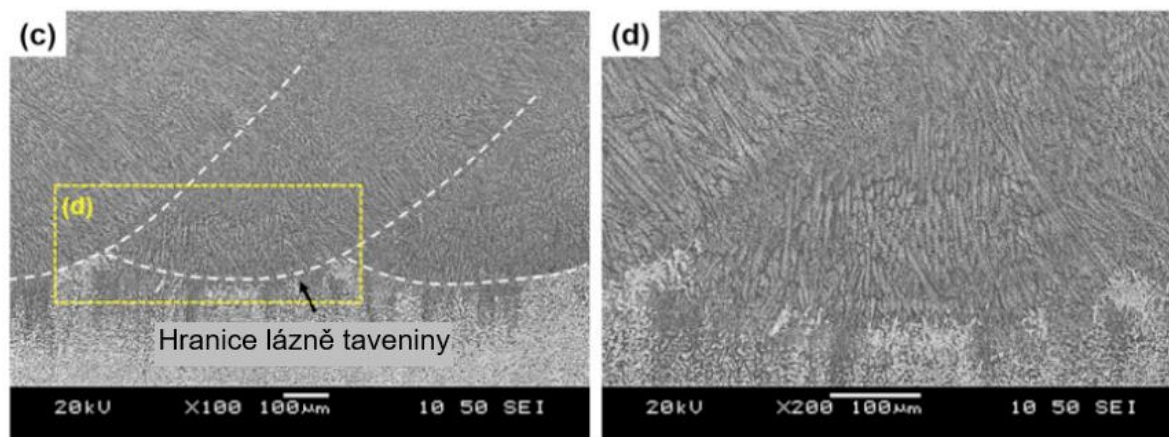
I díly vyrobené metodou LMD vykazují texturu tvořenou poloeliptickými stopami nebo housenkami. Při pozorování kolmého řezu na směr skenování je tloušťka vrstvy dobře čitelná (viz Obr. 16). U dílů vyrobených metodou LMD z materiálu H13 se pohybuje okolo 0,5-1 mm [54] [55]. Laserový paprsek musí tavit kovový prášek již při nanášení. Vzhledem k tomu musí být průměr ohniska a hustota energie větší oproti metodě SLM. Průměr ohniska laserového paprsku se odvíjí od dostupného výkonu laseru a bývá 1-3 mm a hustota energie ψ se pohybuje nad 100 J/mm^3 . Díky tomu jsou půlkruhové stopy nejen hlubší (větší tloušťka vrstvy), ale i širší při porovnání se SLM díly [21].



Obr. 16. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou LMD, a) a b) snímek ze světelné mikroskopie (převzato a přeloženo) [54].

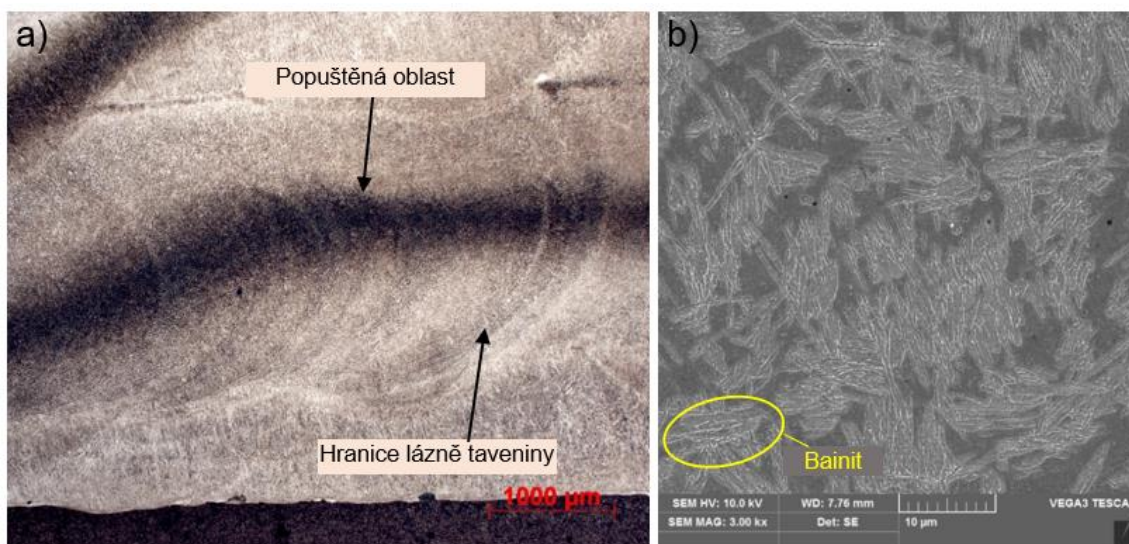
Na Obr. 17 je možné pozorovat snímky z elektronového mikroskopu, které ukazují strukturu dílů vyrobených metodou LMD z oceli H13. Literatura uvádí, že u dílů vyrobených metodou LMD je struktura tvořená martenzitem a malým podílem feritu (viz Obr. 17 b). Stejně jako u SLM, je i u LMD dílů struktura tvořena buněčnou morfolofií, skládající se z jemných a hrubých, rovnoosých zrn a sloupcových zrn. LMD díly z oceli H13 tedy vykazují podobnou strukturu jako SLM díly. Velikost zrn se však pohybuje v rozmezí 15–30 μm následkem nižší rychlosti ochlazování, díky vyšší hustotě objemové energie, která se u metody LMD používá [54] [55].





Obr. 17. SEM snímky mikrostruktury oceli H13 zpracované metodou LMD, a) oblast depozice, b) oblast ukládání, c) hranice lázně taveniny v oblasti ukládání na substrát, d) snímek zvětšení hranice tavné lázně (převzato a přeloženo) [54].

Při výzkumu P. Kubovce je zachycena mikrostruktura LMD tištěných dílů z oceli H13 (viz Obr. 18). Stejně díly jsou použity jako vstupní materiál pro experimenty tepelného zpracování předkládané v této práci. Na snímku ze světelného mikroskopu (viz Obr. 18 a) se nachází podobná struktura, jako v předchozím výzkumu (viz Obr. 16). Je vidět poloeliptická struktura, která vznikla postupným tuhnutím lázně taveniny. Tloušťku vrstvy je možné určit díky tmavě naleptaným oblastem, které představují popuštěný martenzit a činí cca 2 mm. Popuštěný martenzit vznikl opětovným ohřátím při ukládání další vrstvy [56]. Při větším zvětšení, které nabízí Obr. 18 b však není pozorována buněčná textura, kterou tvoří martenzit, jako je tomu ve studiích Braga V. a kol. a Masaylo D. a kol. Místo toho je nejspíše vidět bainitická a martenzitická struktura (v závislosti na poloze) s nahodilou geometrií. K tomu nejspíše došlo následkem špatně zvolených parametrů tisku (vysoká objemová hustota energie) [10] [54][55] [57].

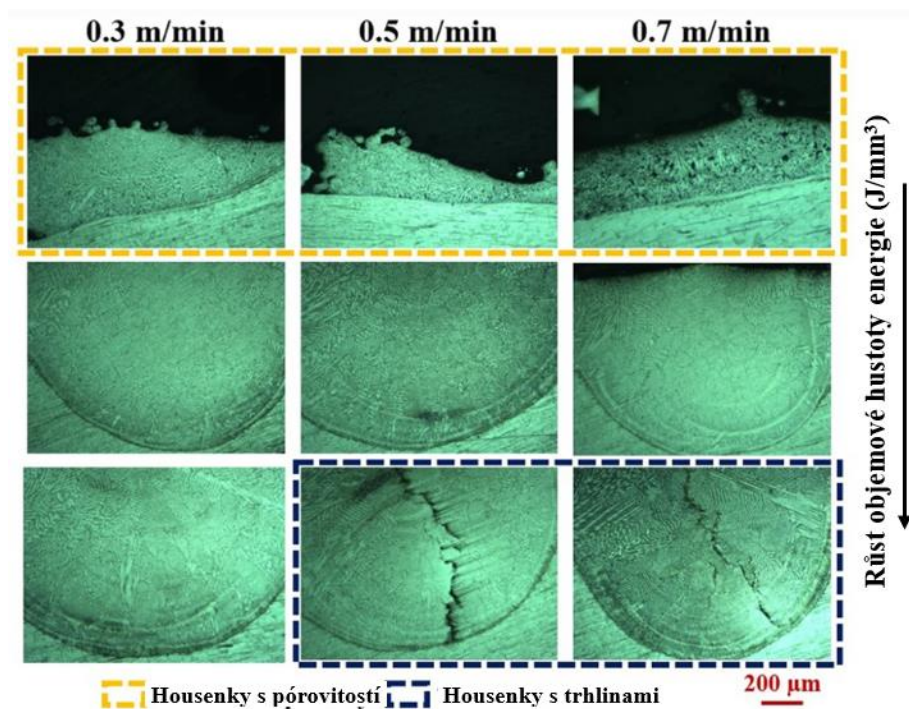


Obr. 18. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou LMD, a) snímek ze světelné mikroskopie, b) snímek z elektronového mikroskopu [10].

Vady a pórovitost

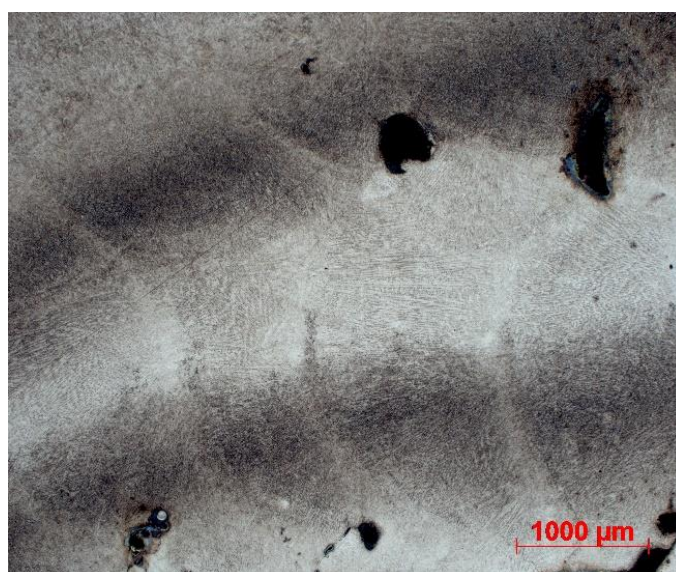
Studie S. Yadav a kol., zabývající se tiskem nástrojové oceli metodou LMD, uvádí dosahovanou relativní hustotu dílů 99,9 %. Stejně jako u metody SLM má na kvalitu dílu vliv hustota energie a tedy i rychlost skenování. Nízké hodnoty hustoty energie spojené s vysokou

rychlostí skenování vedou k vysoké pórovitosti (viz Obr. 19), což lze přičíst nedostatečnému roztavení prášku. Vysoká hustota energie a nízká rychlost skenování vykazují větší velikost tavné lázně, což vede k vyšším hodnotám zbytkového napětí. Na druhou stranu vysoká rychlost skenování vede k vyšší rychlosti ochlazování a s tím spojenému rychlému smrštění objemu lázně taveniny, což má za následek tvorbu trhlin. Vzhledem k tomu je nutné určit optimální parametry tisku, které zmíněné vady minimalizují nebo úplně odstraní [70].



Obr. 19. Vliv parametrů tisku na výslednou strukturu nástrojové oceli vyrobenou technologií LMD (převzato a přeloženo) [70].

Na Obr. 20 je možné pozorovat mikrostrukturu dílu z oceli H13, který jeví významné necelistvosti ve struktuře. Stejně díly jsou použity jako vstupní materiál pro experimenty tepelného zpracování předkládané v této práci. Jejich rozměry se pohybují v rozmezí 0,05–0,8 mm. Tyto vady vznikly důsledkem nespojení jednotlivých vrstev a mají významný vliv na vrubovou houževnatost [10].



Obr. 20. Snímek tištěných dílů metodou LMD [10].

4.2.4 Mechanické vlastnosti

Pevnost

Pevnost dílů LMD z oceli H13 dosahuje až 1895 MPa, při současné tažnosti 10,4 %. Takto vysokých hodnot je dosahováno následkem několikanásobného popouštění vrstev při ukládání následujících vrstev. Tím dochází k odstranění vnitřního pnutí a zlepšení mechanických vlastností [58].

Tvrдость

Vzhledem k vysoké rychlosti odvodu tepla, tak i u dílů vyrobených metodou LMD z oceli H13 převažuje martenzitická struktura, a proto díly po tisku dosahují značně vysokých hodnot tvrdosti. Ta u těchto dílů dosahuje až 700 HV. Avšak vzhledem k tepelně ovlivněným oblastem je časté, že se tvrdost liší v různých částech dílu [54] [55].

Ve zmíněném experimentu P. Kubovce je dosahováno průměrné hodnoty tvrdosti 640 HV 3D tištěných dílů z oceli H13 metodou LMD [10].

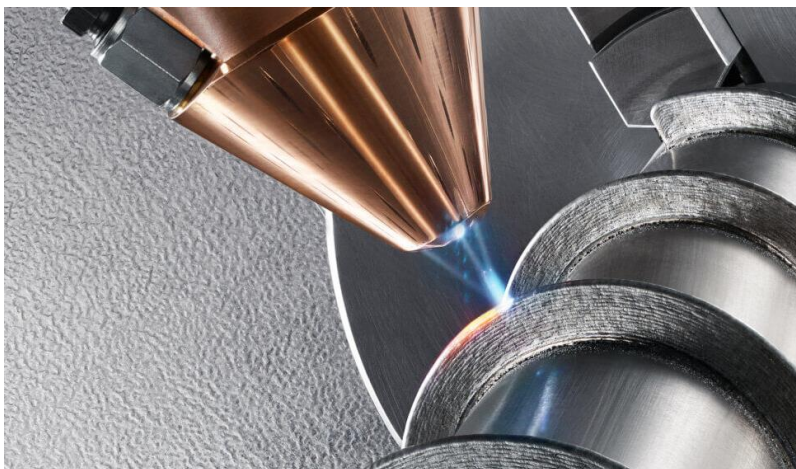
Vrubová houževnatost

Hodnoty vrubové houževnatosti pro LMD tištěné vzorky z oceli H13 uvádí pouze P. Kubovec ve svém experimentu. Průměrná vrubová houževnatost KCV těchto vzorků dosahuje 4,7 J/cm² [10].

Odolnost proti opotřebení

Oproti konvenčně vyrobenému a tepelně zpracovanému materiálu, tak i díly vyrobené metodou LMD disponují vyšší odolností proti opotřebení. Je to zapříčiněno vyšší tvrdostí tištěného materiálu [54]. Avšak v experimentu P. Kubovce jsou výsledky přesně opačné. Vzhledem k velkým vadám u LMD dílů (viz Obr. 20) dosahovala míra opotřebení W hodnoty $2,92 \cdot 10^{-7}$ mm³/(N·mm) oproti $1,16 \cdot 10^{-7}$ mm³/(N·mm) u tvářených a zušlechtěných dílů [10].

Tato metoda se častěji používá k opravě opotřebovaných nebo poškozených součástí či k provedení rychlé modifikace dílů (viz Obr. 21). Nespornou výhodou je tisk objemných dílů, protože technologie není omezená velikostí komory, ale pouze rozsahem pohybu robotického ramena. A tedy je obvyklá výroba až několika metrových dílů. Na druhou stranu výroba touto metodou neumožňuje použití podpor. Z tohoto důvodu je výroba limitovaná složitostí geometrie, především pak u dílů s převisy [4] [12].



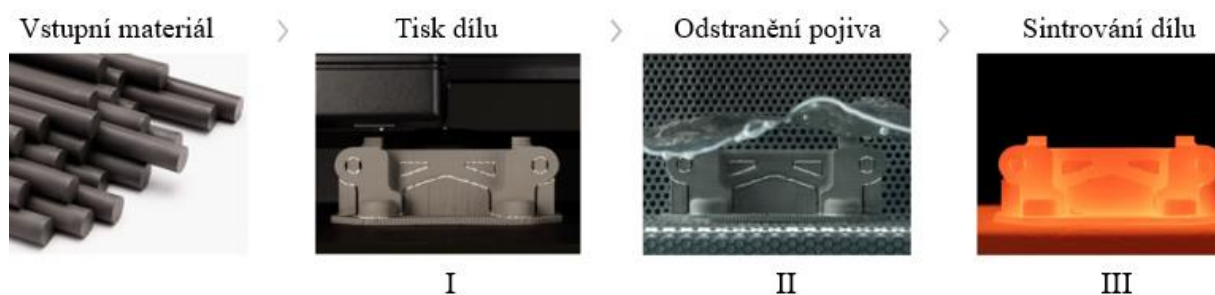
Obr. 21. 3D tisk šnekové spirály na hřídel [23].

4.3 Metoda BMD

Další a nejnovější technologie ze tří zmíněných technologií 3D tisku je Bound Metal Deposition (BMD), vyvinutá a patentovaná společností Desktop Metal Company. Tento proces je velmi podobný aditivní výrobě plastových dílů (metodou FDM či FFF), kde je materiál nanášen vrstvu po vrstvě pomocí extrudéru s řízenou teplotou. V procesu BMD je výchozím materiálem kompozit vhodně navržený tak, aby usnadnil proces tisku a vázal kovový prášek. Vstupní materiál se skládá z kovového prášku, vosku a termoplastického pojiva. Pomocí vytlačování je vytvarován do tvaru tyčinek, což je vstupním materiálem této metody. Princip metody je v podstatě založen na principu plastického vstřikování kovu (MIM) s tím rozdílem, že odpadá náročná výroba formy [24].

4.3.1 Princip metody BMD

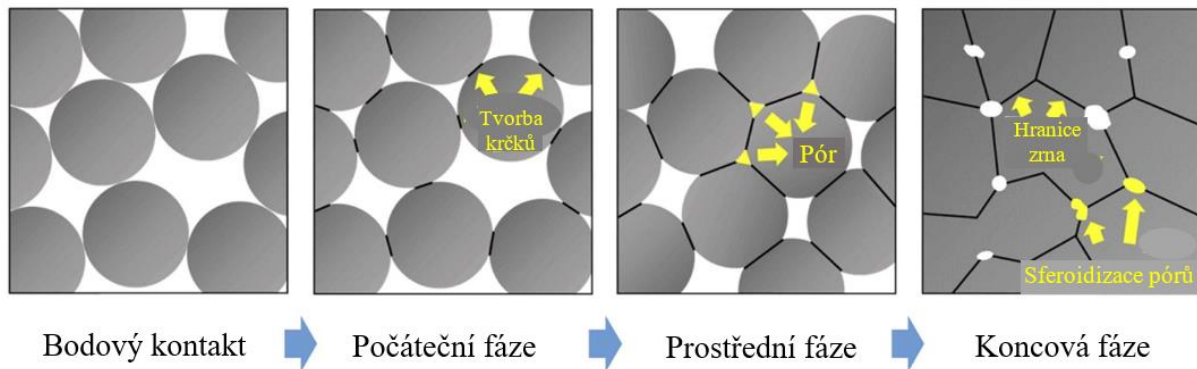
Technologie BMD se skládá ze tří kroků: (I) tisk dílu (II) odstranění pojiva a (III) sintrování dílu (viz obr. 22). Vytlačování kompozitního materiálu je krokem procesu 3D tisku. Při tomto kroku jsou kompozitní tyčinky vtlačované do tiskařské hlavy, kde jsou zahřívány a uvedené do plastického stavu. Tím je umožněno tiskařské hlavě, postupným vrstvením, vyrobit soudržný prostorový díl. Po vytištění je díl zhruba o 18 % větší než jeho konečná velikost kvůli přítomnosti vosku a pojiva. Druhým krokem je rozpouštění, kdy se díl namáčí v lázni po danou dobu, která závisí na jeho geometrii a na poměru kovového prášku a pojiva. Proces rozpouštění, při kterém je odstraněna většina vosku a pojiva, je nezbytný pro konečný proces sintrování. Částečné odstranění vosku a pojiva zvyšuje křehkost dílu, ale manipulace s ním je přesto možná. Třetím a posledním krokem je sintrování, při němž se díl zahřívá v řízené atmosféře. Proces sintrování se ve skutečnosti skládá ze dvou dílčích kroků. Během prvního kroku se teplem odstraní zbytkové pojivo. Zatímco během druhého dílčího kroku se součást sintrojuje, aby se dosáhlo požadované geometrie a mechanických vlastností [24].



Obr. 22. Postup výroby dílů metodou BMD (převzato a přeloženo) [16].

Proces sintrování

Sintrování je proces spojování částic prášku při zahřátí na vysokou teplotu blízké bodu tání daného materiálu, přičemž materiál oddělených částic difunduje k sousedním částicím prášku. Hnací silou procesu sintrování je snížení povrchové energie částic, způsobené snížením jejich rozhraní vzduch-pevná látka [59]. Ve výchozím porézním tělese, při procesu ohřevu, se postupně vytvářejí slinovací krčky, která tvoří vzájemnou vazbu mezi částicemi. Současně se velikost pórů stále zmenšuje a sferoidizuje nebo dokonce uzavírá. Výsledkem jsou zhuštěné součásti s charakteristickou mikrostrukturou (viz Obr. 23) [60].

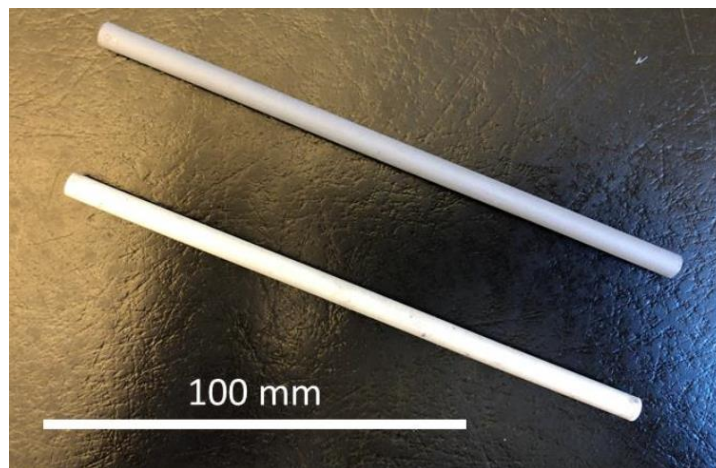


Obr. 23. Schématické zobrazení procesu sintrování (převzato a přeloženo) [60] [61].

4.3.2 Kovový prášek

Jeden z hlavních rozdílů metody BMD oproti metodám SLM a LMD je již zmíněný vázaný (Bound) kovový prášek pomocí polymerního pojiva a vosku do soudržného tvaru. Definičním znakem BMD je použití vstupního materiálu ve formě tyčinek (viz obr. 24). Jiné metody mohou používat vlákna nebo peletovaný materiál. Nejzásadnější výhodou takto vázaného kovového prášku spočívá v absenci manipulace se samotným kovovým práškem, který často bývá velice škodlivý pro lidské zdraví. Tím odpadá složitá ventilace a odsávání v laboratořích či výrobních závodech a nutnost obsluhy nosit respirátory a ochranné oděvy. Vstupní materiál v podobě tyčinek oproti granulím či vláknům má hned několik výhod. První je, že tyčinka nemusí být jako vlákno ohebná, a proto může obsahovat vyšší podíl kovového prášku. To má za následek nižší smrštění vytisknutého dílu. Minimalizace smrštění dílu je velmi důležitá, protože snižuje pravděpodobnost vzniku trhlin a deformace dílu. Vyšší poměr kovového prášku také souvisí s vyšší hustotou konečného dílu. Další výhodou při použití tyčinek je proces vytlačování. Ten je robustnější, protože materiál je vytlačován pístem, který tlačí tyčinku do přímé trysky. To má za následek větší sílu vyvozenou na tyčinku, a tedy i větší množství materiálu vystupujícího z trysky než u systému s vláknem. Podávání vláken zahrnuje použití převodů, které působí smykovou silou podél vlákna, kdy může docházet k prokluzu [5].

Úkolem výrobce je připravit homogenní směs prášku a pojiva, aby byla zajištěna vhodná tekutost při vytlačování. Prášková náplň se obvykle pohybuje v rozmezí 60–80 obj. %. Kromě obsahu prášku je důležitým faktorem také velikost částic. Jsou preferovány jemné částice s průměrem menším než 20 μm , protože usnadňují tok během tisku a zlepšují slinovatelnost [62].



Obr. 24. Vstupní materiál určený pro metodu BMD v podobě tyčinek [15].

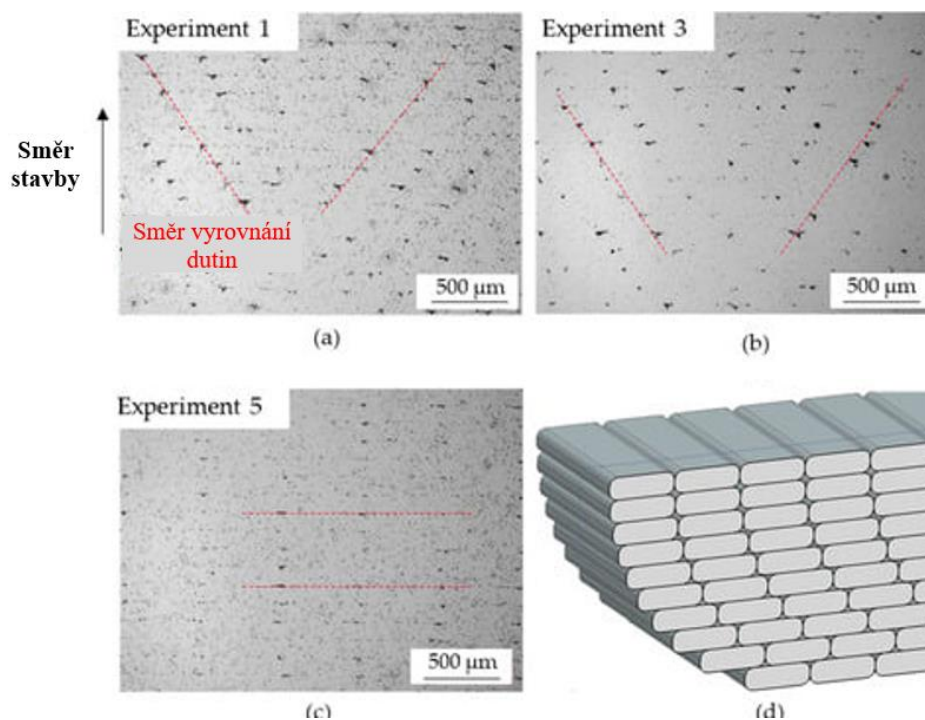
Z výše uvedeného principu metody BMD vyplývá i druhý rozdíl oproti dvěma předchozím metodám. Ten není na první pohled tak patrný, ale o to větší má vliv na výsledné mechanické i fyzikální vlastnosti dílu. Kovový prášek u této metody není taven, jako tomu je u metody SLM či LMD, ale pouze sintrován (spékán), což může být spojeno s vyšší pórovitostí struktury.

Nespornou výhodou této metody je také absence složitého zdroje tepla, jako je laser. Díky tomu odpadají bezpečnostní požadavky, které si práce s laserem vyžaduje. Místo něj může být použita pec, která splňuje požadavek na sintrující teplotu a má možnost ohřevu dílu v ochranné atmosféře.

4.3.3 Metalografická analýza

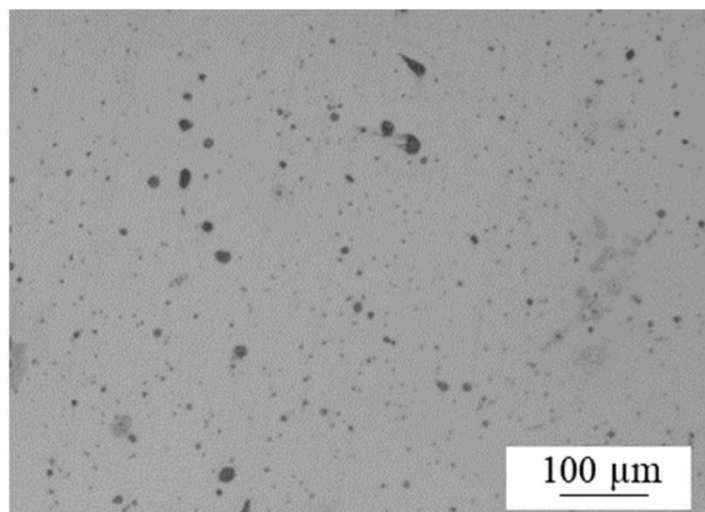
Mikrostruktura

Provedené řezy díly vyrobených touto metodou vykazují trojúhelníkové dutiny s ostrými hranami v místech, kde se spojují jednotlivé housenky (viz Obr. 25). Tyto dutiny jsou vytvořeny během tisku a vzhledem k jejich velké velikosti nejsou odstraněny ani při následném sintrování. Jejich přítomnost je nežádoucí, protože negativně ovlivňují mechanické vlastnosti dílů. Průměrná velikosti těchto dutin je 57–70 μm . Vzhledem k nedokonalostem tisku a nedostatečnému spojení housenek během sintrování je možné tloušťku vrstvy snadno určit z řezu součásti. Tloušťka vrstvy se pohybuje v rozmezí 120–150 μm [62].



Obr. 25. Příčný řez vzorku tištěný metodou BMD (převzato a přeloženo) [62].

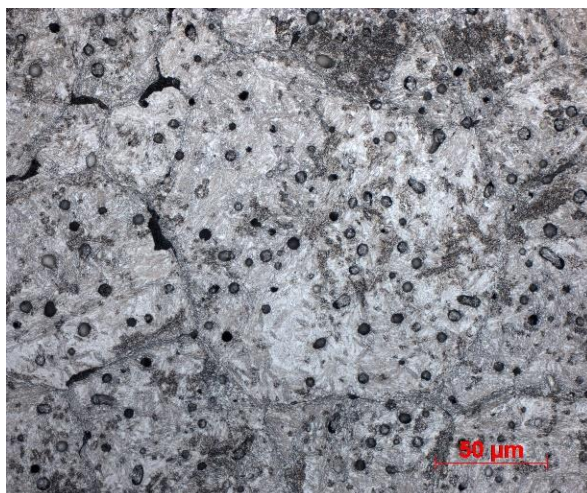
Kromě mezirastrových dutin je ve slinutých dílech pozorována také mikroporéznost. Ta je znázorněna na Obr. 26. Póry obecně mají kruhový tvar s maximálním průměrem řádově menší než 25 μm . Tyto póry odpovídají zbytkové poréznosti spojené s procesem slinování, která závisí na kombinaci času a teploty v režimu sintrování [62].



Obr. 26. Póry ve vzorku vyrobený metodou BMD [62].

Výrobce Deskop Metal deklaruje u materiálu H13 pórovitost do 6,2 % [32]. Bohužel není možné tuto hodnotu porovnat s nezávislou literaturou, která by tuto metodu 3D tisku a současně tento materiál zkoumala. Je ale možné porovnat hodnoty výrobce s hodnotami studií, které zkoumaly jiné materiály než ocel H13. Například u nerezové oceli 316L výrobce udává pórovitost pouze 3 % [72], ale studie vedená M. Gabilondo dospěla k hodnotám 4,4 – 6,7 % [62]. Vzhledem k tomu je možné předpokládat, že se pórovitost dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13 pohybuje okolo 8 %.

Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou BMD v naleptaném stavu (viz Obr. 27) ukazuje několik necelistvostí, které se vyskytují po hranicích původních austenitických zrn. Mikrostruktury zobrazené na Obr. 27 je dosaženo při výzkumu P. Kubovce, který zkoumal díly vyrobené z oceli H13 metodou BMD. Stejně díly jsou použity jako vstupní materiál pro experimenty tepelného zpracování předkládané v této práci [10].



Obr. 27. Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 metodou BMD [10].

4.3.4 Mechanické hodnoty

Pevnost

Dle hodnot, které udává výrobce Deskop Metal u materiálu H13, tak díly dosahují meze pevnosti 1325 MPa. Tažnost u těchto dílů výrobce udává 2,3 %. Oproti dílu vyrobenému

konvenčním způsobem, tak je hodnota poměrně nízká, a to především díky množství nestejnorodostem a pórům [32].

Bylo prokázáno, že velký vliv na mez pevnosti má směr stavby, resp. vzor výplně. Mnohem vyšších hodnot pevnosti v tahu dosahují díly horizontálně vyrobené než vertikálně. Tento rozdíl je způsoben skutečností, že praskliny mohou snadněji růst v případě vertikálních vzorků, protože se pohybují podél rozhraní mezi dvěma sousedními vrstvami a vytvářejí konečný lom. U horizontálně vyrobených vzorků se trhlina nešíří tak snadno, protože musí překonat všechny vrstvy, aby vytvořila konečný lom. Tento rozdíl v šíření trhlín je ilustrován na Obr. 13 v kapitole 4.1.4. Současně literatura uvádí, že díly vyrobené metodou BMD mají významně nižší hodnoty meze pevnosti, než díly vyrobené metodou SLM a LMD. Tento rozdíl lze přičíst přítomnosti nestejnorodostem a pórům, což má za následek snížení mechanických vlastností. Velikost těchto dutin lze snížit změnou parametrů procesu, jako je teplota trysky, šířka housenky a tloušťka vrstvy. Bylo pozorováno, že zvýšení teploty trysky může zlepšit adhezi mezi sousedními housenkami a tím zmenšit mezery mezi nimi [62].

Tvrдость

Výrobce Desktop Metal udává tvrdost u oceli H13 v tištěném stavu 345 HV (35 HRC) a po tepelném zpracování 446 HV (45 HRC) [32] [63]. P. Kubovec uvádí, že i přes poměrně velkou pórovitost dílů z oceli H13 vytvořených metodou BMD dosahují tyto díly vyšší tvrdosti, než uvádí samotný výrobce. Jeho práce uvádí průměrnou hodnotu tvrdosti 393 HV u výše zmíněných dílů [10].

Vrubová houževnatost

Průměrné hodnoty vrubové houževnatosti KCV u dílů vytištěných metodou BMD z oceli H13 v experimentu P. Kubovce jsou $2,8 \text{ J/cm}^2$, u vertikálně stavěných vzorků a $5,8 \text{ J/cm}^2$ u horizontálně stavěných vzorků. Z výsledků je možné usuzovat, že i díly vyrobené metodou BMD disponují výraznou anizotropií mechanických vlastností, jako je tomu u SLM dílů. Rozdílné hodnoty vrubové houževnatosti BMD dílů jsou zapříčiněny nižším odporem proti šíření trhliny u vertikálně stavěných dílů [10].

Odolnost proti opotřebení

Tištěné díly metodou BMD z oceli H13 mají nízkou tvrdost a vzhledem k tomu i nízkou odolnost proti opotřebení. Dokládá to i práce P. Kubovce, který zkoumal tribologické vlastnosti 3D tištěných dílů z oceli H13 metodou BMD. V jeho experimentu je dosahováno míry opotřebení W hodnoty $2,47 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ [10].

5 Tepelné zpracování nástrojové oceli H13

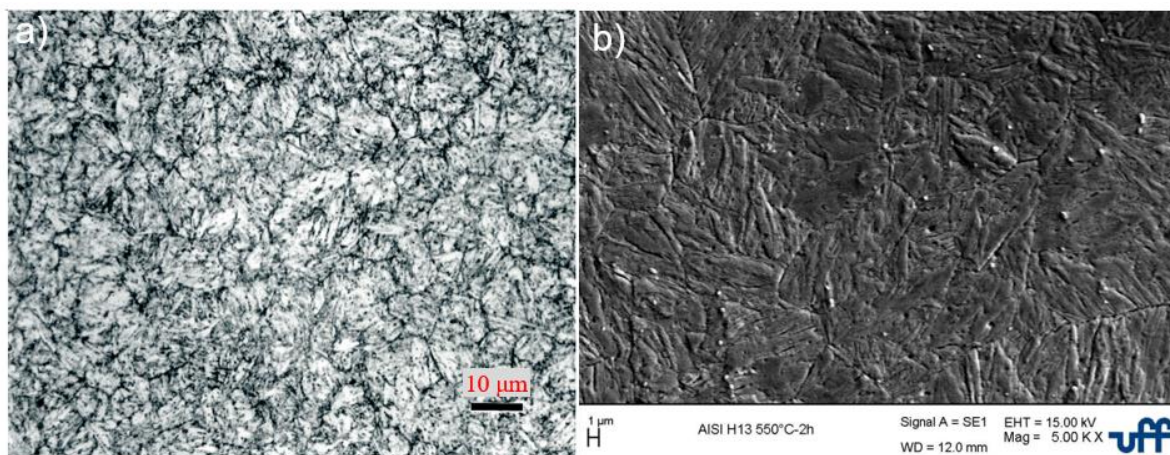
5.1 Tepelné zpracování konvenčně vyrobených dílů

Tepelné zpracování nástrojových ocelí pro práci za tepla je jednou z nejnáročnějších disciplín v oboru. Zahrnuje sofistikované postupy, které se neustále zdokonalují pomocí moderních technologií, jako jsou vakuové pece. Optimální výsledky tepelného zpracování jsou zásadní pro zajištění dlouhé životnosti nástrojů. Existují obecné zásady, jejichž dodržováním a standardizováním lze postupně zvyšovat životnosti nástrojů [25].

Pro ocel H13 (1.2344) určenou pro práci za tepla a zvýšenou odolností proti abrazi platí, že musí:

- mít nízký obsah síry (méně než 30 ppm),
- být dezoxidován a mít přesně limitované množství vměstků a nečistot,
- být vyroben metodou ESR nebo VAC,
- mít definovanou velikost primárního zrna,
- mít minimální množství primárních karbidů a jejich rovnoměrné rozložení,
- mít definovanou houževnatost vyšší, než je minimálně povolená,
- mít vysokou odolnost proti tepelné únavě [25].

Odborník na tepelné zpracování J. Stanislav ve svém článku uvádí, že materiál musí mít deklarovaný původ a splňovat uvedené vlastnosti. Pro dosažení životnosti materiálu jsou strukturní vlastnosti důležitější než jeho chemické složení. Až na výjimky např. záměna materiálu, chemické složení u těchto ocelí prakticky vždy vyhovuje, ale struktura však pouze někdy. Na základě toho platí jedno důležité pravidlo – nákup nekvalitního materiálu nemůže nikdy zajistit optimální výsledky životnosti a nelze žádným, ani neoptimálnějším postupem tepelného zpracování zlepšit jeho mechanické vlastnosti. Na Obr. 28 jsou zobrazeny mikrostruktury tvářené (konvenční) oceli H13 po zušlechťování (austenitizace při 1020 °C a popouštění při 550 °C) při různých zvětšení [25].



Obr. 28. Mikrostruktura tvářené a zušlechťené oceli H13, a) zvětšeno 1000x, b) snímek ze SEM (zvětšeno 5000x) [65] [66].

Vlastnosti nástrojových ocelí jsou hlavně ovlivněny jejich tepelným zpracováním, které odpovídají určité aplikaci a chemickému složení. Pro dosažení požadovaných vlastností se provádí tepelné zpracování, které se skládá ze tří hlavních fází. První fáze spočívá v ohřevu na austenitizační teplotu, při které velmi často dochází k rozpouštění primárních karbidů. Následně je v druhé fázi prudce ochlazena ocel z austenitizační teploty, při čemž nastává transformace austenitu na martenzit a vylučování sekundárních karbidů. Poslední fází TZ je popouštění pro

částečnou eliminaci zbytkového austenitu a tvorbu karbidů. Souhrnně se tento sled tří operací nazývá zušlechťování [28] [64].

Po procesu odlévání, sintrování nebo tváření za tepla, je postup tepelného zpracování nástrojových ocelí následující: žíhání na měkko, obrábění, žíhání k odstranění pnutí, austenitizace, kalení a nakonec popouštění. Běžně se ocel H13 dodává ve stavu žíhaném na měkko, což zajišťuje rovnoměrnou strukturu a umožňuje snadné obrábění. Žíhání se provádí po obrábění v případech, kdy dochází k velkým úběrům materiálu. Po zušlechťování lze nástrojové oceli obrábět velice obtížně, nejčastěji pomocí broušení nebo elektrojiskrového obrábění [28].

5.1.1 Austenitizace

Správná volba austenitizační teploty je klíčovým krokem při tepelném zpracování nástrojových ocelí, zejména pak u vysoce legovaných. Je důležité zvolit správnou austenitizační teplotu, aby se zabránilo nežádoucím jevům, jako je zhrubnutí austenitického zrna, deformace, ztráta tažnosti a nadměrné zhrubnutí karbidů. U zmíněných vysoce legovaných ocelí je to obzvláště důležité a během ohřevu je také nutné chránit nástroje před oxidací a oduhličením povrchu [28] [33].

V první fázi ohřevu ve vakuové peci se používá dusíková atmosféra, protože při nízkých teplotách je přenos tepla konvekcí nejefektivnější. Při teplotě kolem 400 °C je první fáze ukončena a dochází k prodlevě, aby se vyrovnala teplota mezi jádrem a povrchem materiálu. Pokud není vyrovnána teplota může dojít k nerovnoměrnému ohřevu, což by mohlo vést k trvalým deformacím [30].

Dále je zvyšována teplota ohřevu až na teplotu, která je nižší než teplota A_1 dané oceli. Zde je zařazena další izotermická výdrž, jejímž účelem je dosáhnout rovnováhy teploty mezi jádrem a povrchem před započítím fázové transformace, které mohou způsobit objemové změny v rozmezí několika procent. Pokud by tyto změny byly kombinovány s nerovnoměrným ohřevem, mohlo by to způsobit další trvalé deformace [30].

Poté, co se teplota mezi povrchem a jádrem nástroje opět vyrovná, může následovat další fáze ohřevu. V tomto případě je další prodleva zvolena mírně nad teplotou A_3 s cílem zajistit fázové transformace v celém objemu nástroje při co nejvyrovnanější teplotě. Teprve poté se provádí ohřev na konečnou austenitizační teplotu. Výše austenitizační teploty závisí na typu materiálu, zejména na množství a typu legujících prvků a s tím spojený typ karbidů. U většiny ocelí pro práci za tepla tvoří majoritní fázi karbid M_7C_3 , který se dobře rozpouští při teplotách kolem 1000 °C. Do oceli H13 je ale přidáván i molybden, popřípadě vanad. Tyto prvky tvoří stabilnější karbidy. Pro jejich rozpuštění, byť částečné, je nutné použít vyšší teploty, případně kombinovat vyšší teplotu s delší dobou zpracování [30].

Po dosažení austenitizační teploty v celém průřezu je důležité provést prodlevu na této teplotě, která závisí na průřezu, výši předehřívací a austenitizační teploty a použitým typu pece. Optimální doby ohřevu pro konkrétní nástroj, druh oceli a typ zařízení jsou však stanoveny hlavně na základě zkušeností [29].

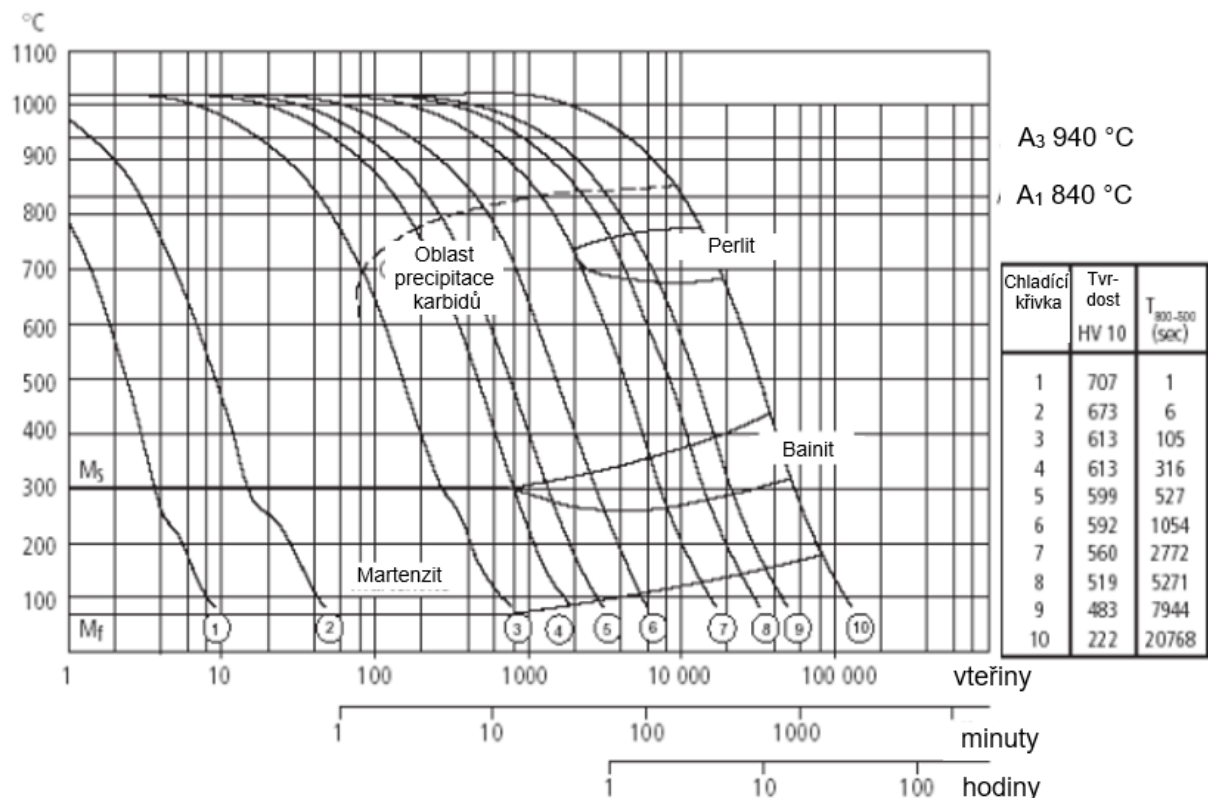
5.1.2 Kalení

Po austenitizaci následuje kalení, což je operace zaměřená na přeměnu austenitu na martenzit. Tento proces se provádí rychlým ochlazením oceli z austenitizační teploty pod kritickou teplotu. Ochlazení způsobí, že atomy uhlíku jsou zachyceny uvnitř krystalické mřížky, což vede k velmi tvrdé a křehké oceli. Vytvoří se krystalická struktura s prostorově

středěnou tetragonální krystalografickou mřížkou, nazývaná martenzit. Tento krok je spojen s výraznou objemovou změnou fází a s tím spojené vysoké vnitřní pnutí [33].

Ochlazování součástí po austenitizaci může být provedeno pomocí různých prostředí, jako je voda, olej, solná lázeň nebo vzduch. Každé z těchto prostředí umožňuje odlišnou rychlost ochlazování (rychlost poklesu teploty ve °C za jednotku času). Rychlost ochlazování z austenitizační teploty má vliv na konečnou tvrdost součástí, která je určena vznikem martenzitu. Pro každý typ oceli existuje kritická ochlazovací rychlost, při které ještě dochází k přeměně austenitu na martenzit. Při kalení je proto důležité vybrat vhodné chladicí médium a nastavit rychlost ochlazování tak, aby převyšovala kritickou, přičemž jsou zohledněna specifika oceli, rozměr a tvar kaleného předmětu [29]. Moderním standardem pro kalení ocelí pro práci za tepla je použití přetlaku inertního plynu, konkrétně dusíku. Díky velmi dobré prokalitelnosti v celém průřezu je možné provádět kalení těchto ocelí i na volném vzduchu. Z důvodů ekologických, estetických a ekonomických faktorů se od používání oleje jako chladicího média postupně upouští [30].

Pro stanovení kritické ochlazovací rychlosti se využívají ARA diagramy, které popisují průběh rozpadu austenitu při plynulém ochlazování a vznikající struktury při ochlazování z austenitizační teploty. Na základě ARA diagramu na Obr. 29 by rychlost ochlazování měla být dostatečně vysoká, aby nedošlo k přeměně austenitu na ferit, perlit nebo bainit. Zároveň by však neměla být příliš vysoká, jinak vznikají v kaleném nástroji nadměrná pnutí, která mohou vést až k destrukci nástroje. Proces tepelného zpracování ukončuje popouštění [29].



Obr. 29. ARA diagram oceli H13 (převzato a přeloženo) [14].

Pro správné zpracování oceli je důležité volit takovou ochlazovací rychlost, která umožní minout oblast precipitace karbidů (viz Obr. 29). Dle této rychlosti je možné určit klíčový parametr kalícího zařízení. Pokud se tento parametr nedodrží, hrozí, že matrice obsahuje nadměrné množství karbidů nebo v horším případě vyšší podíl perlitu nebo bainitu. Obě varianty snižují houževnatost (viz Tab. 3) a jsou nepřijatelné [25].

Tab. 3. Hodnoty vrubové houževnatosti pro různé struktury oceli H13 po TZ [25].

| Struktura po kalení | J/cm ² |
|---|-------------------|
| Martenzit bez vyloučených karbidů | 24-27 |
| Martenzit s jemně vyloučenými karbidy | 20 |
| Martenzit s malým podílem bainitu | 20 |
| Martenzit s výrazně vyloučenými karbidy | 16 |
| Martenzit s výrazně vyloučenými karbidy a s podílem bainitu | 9 |
| Martenzit s podílem perlitu | 5 |

5.1.3 Popouštění

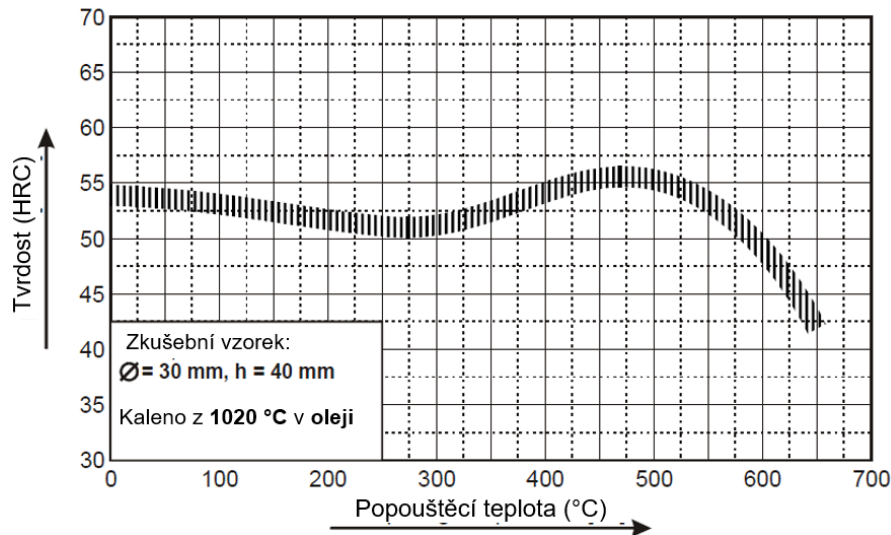
Posledním krokem tepelného zpracování je popouštění. Při tomto procesu je martenzitická struktura podrobena ohřevu při teplotě nižší než transformační teplota A_1 . Cílem popouštění je snížit náchylnost k praskání způsobenou akumulací vnitřního pnutí a současně zlepšit houževnatost oceli. Pro dosažení zmíněných cílů je nezbytné, aby popouštění bylo v procesu tepelného zpracování zařazeno vždy. Jedná se o složitý proces, který vychází z mikrostruktury materiálu obsahující martenzit, zbytkový austenit a karbidy. Pro oceli určené pro práci za tepla se díky vysokému obsahu legujících prvků používá tzv. vysokoteplotní popouštění, při kterém se dosahuje teplot 400-650 °C. Při popouštění vznikají v oceli jemně rozptýlené částice slitinových karbidů, čemuž se říká druhotná tvrdost. Precipitací těchto karbidů se zbytkový austenit ochuzuje o legující prvky a následkem toho může být, při ochlazování, přeměněn na martenzit [28] [33].

Pro vysokolegované oceli určené pro práci za tepla je nezbytné provést tři cykly popouštění. V prvním cyklu dochází k přeměně zbytkového austenitu na martenzit a z martenzitu se vyloučí karbidické precipitáty. Tato struktura se pak skládá z popouštěného martenzitu, nepopouštěného martenzitu a zbytkového austenitu. Tvrdost materiálu se v porovnání s kaleným stavem příliš nemění. Ve druhém cyklu popouštění se zbývající zbytkový austenit přemění na martenzit a nepopouštěný martenzit z prvního cyklu se popustí. Třetí popouštěcí cyklus je nezbytný k tomu, aby se popustil nepopouštěný martenzit z druhého cyklu. Pokud se třetí cyklus neprovede, ve struktuře zůstane křehký martenzit, což může vést k mírnému poklesu houževnatosti oceli [30].

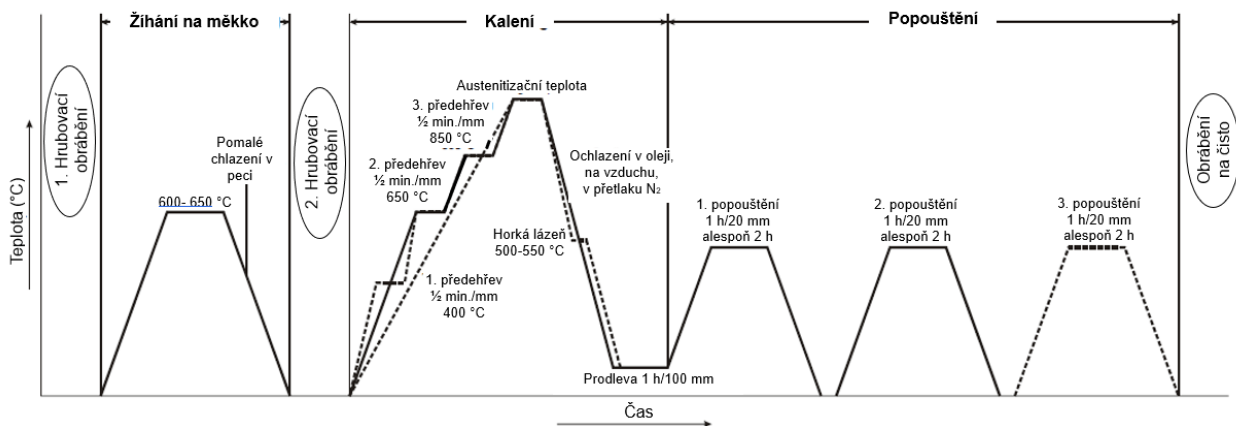
Proces popouštění se provádí na základě popouštěcího diagramu (viz Obr. 30) ze kterého je možné určit teplotu popouštěcí pece při požadované tvrdosti nástroje. Tento diagram doplňuje Tab. 4, kde je možné určit i výslednou pevnost materiálu. Celý proces tepelného zpracování oceli H13 graficky shrnuje Obr. 31 [25].

Tab. 4. Dosahované hodnoty tvrdosti a pevnosti oceli H13 dle popouštěcí teploty [13].

| Popouštěcí teplota (°C) | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 | 550 | 600 | 650 | 700 |
|-------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Tvrdost (HRC) | 53 | 52 | 52 | 54 | 56 | 54 | 50 | 42 | 32 |
| Tvrdost (HV) | 559 | 543 | 543 | 576 | 612 | 576 | 513 | 413 | 318 |
| Pevnost (MPa) | 1850 | 1790 | 1790 | 1910 | 2050 | 1910 | 1670 | 1330 | 1020 |



Obr. 30. Popouštěcí diagram nástrojové oceli H13 [14].



Obr. 31. Proces tepelného zpracování nástrojové oceli [14].

5.2 Tepelné zpracování aditivně vyrobené oceli H13

Aditivní výroba kovových dílů však výše zmíněné zásady značně narušuje, protože přináší zcela odlišné výrobní postupy. Výše uvedené zásady narážejí již na začátku procesu tepelného zpracování, kdy jsou dodávány zcela odlišné vstupní materiály. Příkladem může být vyrobení dílů pomocí různých metod 3D tisku (např. SLM, LMD, BMD). Tyto díly mají stejné chemické složení v případě, že jsou vyráběny ze stejného materiálu, ale naprosto odlišné struktury. Mnoho aditivních technologií disponuje metastabilní mikrostrukturou a nehomogenním složením výsledných fází, přičemž rozdíly mohou nastat pro každou vrstvu naneseného materiálu. To vše může mít za následek, že tepelné zpracování se zavedenými postupy není možné na aditivně vyrobené oceli použít [19].

Bez ohledu na materiál byla u AM ocelí obvykle pozorována jemnozrnná struktura ve srovnání např. s litými a tvářenými díly. To lze vysvětlit rychlým tuhnutím, které je samo o sobě důsledkem velmi místního přívodu tepla a malých objemů roztaveného materiálu v případě technologií založených na laserovém ohřevu (SLM, LMD). Je zřejmé, že teplotní gradienty jsou ovlivněny řadou parametrů procesu, např. výkonem laseru, tloušťkou vrstvy a teplotou předehřevu (pokud je aplikován). Mikrostruktury součástí vyrobených aditivními technologiemi jsou také ovlivněny jejich geometrií a mohou se v rámci součásti lišit, zejména mezi středem a povrchem vznikajícího dílu. Protože tepelná vodivost ve směru budování (z) je typicky vyšší, než v ostatních prostorových směrech (x, y) v důsledku ztuhlého materiálu

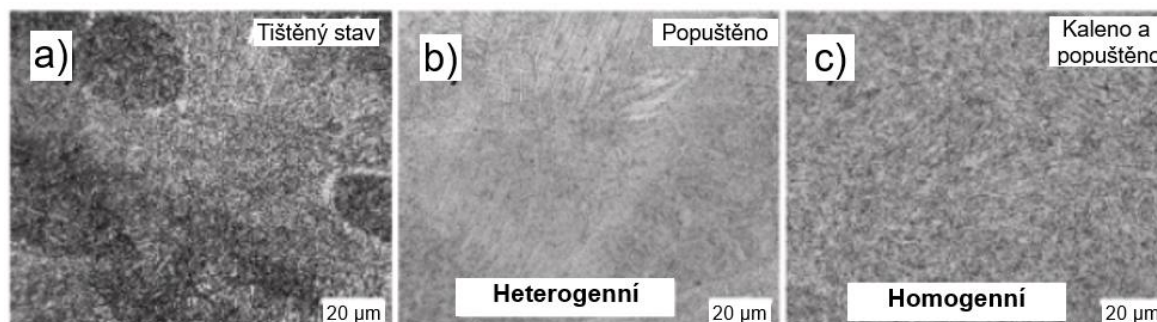
z nižších dříve vytvořených vrstev. Vzhledem k tomu byla pozorována anizotropie jak v mikrostruktuře, tak v mechanických a fyzikálních vlastnostech [19]. Otázkou tedy stále zůstává použitelnost konvenčních způsobů tepelného zpracování na aditivně vyrobené díly.

5.2.1 Metoda SLM

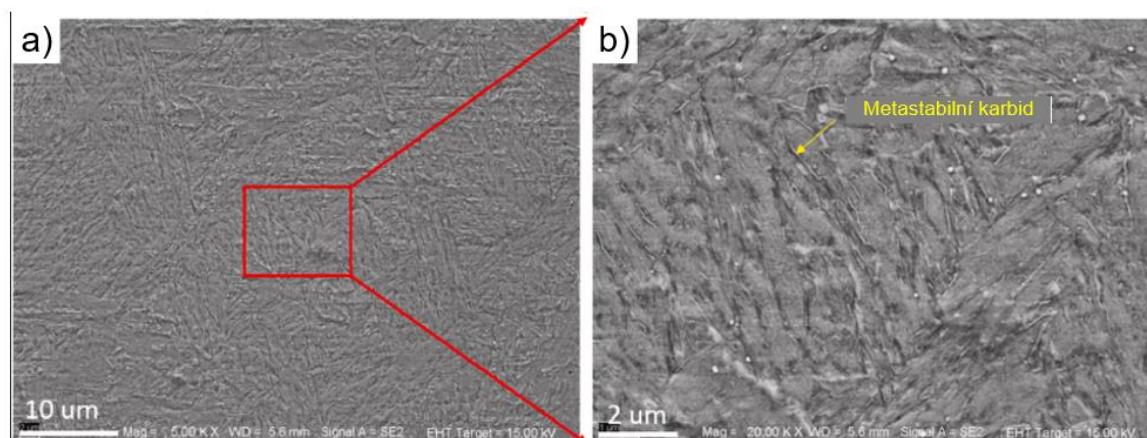
Metoda SLM je v současné době nejvíce rozšířená a zároveň je možné dohledat nejvíce informací o výsledných vlastnostech po tepelném zpracování. Ve většině studií, které se zabývají tepelným zpracováním dílů, vyrobených metodou SLM, se uvádí totožné teploty ohřevů, jako u konvenčně zpracovaných dílů. Stejně to je i u režimu, resp. cyklu tepelného zpracování. Tedy, že se díl po výrobě zušlechťuje (kalí a popouští). Nicméně některé práce vypouští operaci kalení a tištěný díl pouze popouští. Autoři studií tak provádí na základě skutečnosti, že díly vyrobené z oceli H13 metodou SLM mají po vytištění již zakalenou strukturu [18] [31] [47].

Mikrostruktura

V tištěném stavu jsou v materiálu zřetelně pozorovány hranice lázně taveniny (melt pool) a buněčná textura (viz Obr. 32 a). Po popouštění tištěného dílu (bez kalení) hranice taveniny stále zůstávají a buněčná struktura v rozsahu velikosti přibližně 1 μm je zachována (viz Obr. 32 b). Proces kalení a popouštění vede k tomu, že hranice tavné lázně a buněčná struktura zcela zmizí, což vede k homogennější mikrostruktuře, kdy je pozorován pouze popouštěný martenzit (viz Obr. 33). Kromě toho byly podél latěk martenzitu pozorovány tyčinkovité precipitáty, jak je naznačeno šipkou na Obr. 33 b [18] [34].



Obr. 32. Mikrostruktura dílů vyrobených metodou SLM z oceli H13, a) tištěný stav, b) dvakrát popouštěno při teplotě 625 °C s výdrží 2 hodiny, c) zušlechťeno (austenitizace při 1020 °C s výdrží 30 minut, kaleno v oleji a dvakrát popouštěno při teplotě 580 °C s výdrží 2 hodiny) (převzato a přeloženo) [34].



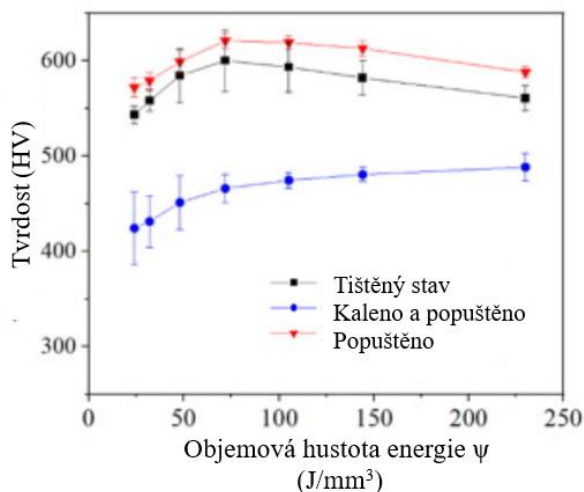
Obr. 33. SEM snímek mikrostruktury dílu vyrobený metodou SLM z oceli H13 po zušlechťení (austenitizace při 1020 °C s výdrží 30 minut, kaleno v oleji a dvakrát popouštěno při teplotě 580 °C s výdrží 2 hodiny), a) zvětšeno 5000x, b) zvětšeno 10000x (převzato a přeloženo) [34].

Mechanické vlastnosti

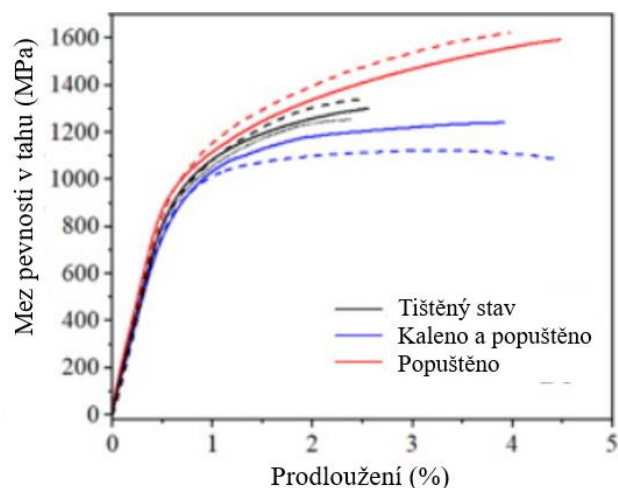
M. Yuan a kol. uvádí, že tištěné vzorky po dvojitým popouštění při teplotě 625 °C a vzorky po zušlechtění (austenitizace při 1020 °C s výdrží 30 minut, kaleno v oleji a dvakrát popuštěny při teplotě 580 °C s výdrží 2 hodiny) dosahují stejné hodnoty tvrdosti, která činí 527 HV a je tedy vyšší než u tištěného vzorku. Materiály vytištěné metodou SLM a tepelně zpracované oběma cestami vykazují srovnatelné vlastnosti v tahu jako konvenčně vyrobená (tvářením a obráběním) a zušlechtěná ocel H13. Hodnoty meze pevnosti v tahu dosahují u dílů vyrobených metodou SLM s následným tepelným zpracováním úrovně 1745±9 MPa (popouštění po tisku) a 1735±5 MPa (kalení a popouštění po tisku) v kombinaci s 10,3±0,1 % (popouštění po tisku) a 11±0,3 % (kalení a popouštění po tisku) tažností [34].

Ze studie vedené Y. Sun však vyplývá zcela odlišný závěr. Tato práce uvádí, že úprava tištěných dílů zušlechtěním (austenitizace při 1020 °C s výdrží 70 minut, kaleno na vzduchu a dvojitým popouštění při teplotě 585 °C s výdrží 2,5 hodiny) výrazně snižuje hodnoty tvrdosti na 480 HV ve srovnání s tištěným stavem (590 HV). Zatímco úprava dvojitým popouštěním tištěných dílů při teplotě 585 °C po dobu 2,5 hodin mírně zvyšuje tvrdost na hodnotu 620 HV. Nižší tvrdost zušlechtěných vzorků je pravděpodobně způsobena tím, že během austenitizace (během tepelného zpracování) je zcela odstraněna jemná buněčná morfologie a tvoří se velká zrna austenitu, což po ochlazení vede k relativně hrubší martenzitické mikrostruktuře, která je ve srovnání s konvenční ocelí stále jemnozrná). Zatímco vzorky pouze popuštěné mají vyšší tvrdost, protože se zachovává jemná martenzitická struktura SLM tištěných dílů. Na Obr. 34 je graf zachycující výsledky této práce. Zároveň je možné pozorovat, že vzorky v tištěném, kaleném a popuštěném a pouze popuštěném stavu vykazují nejprve rostoucí a poté klesající trend s rostoucí hustotou energie ψ při tisku dílu. Nižší tvrdost při velmi nízké ψ (24–48 J/mm³) je pravděpodobně způsobeno vysokou porézností, kterou díly při takto nízké hustotě energie vykazují [18].

I výsledky ze zkoušky tahem provedené ve studii Y. Sun naznačují opačný výsledek než studie M. Yuan. Tahové křivky zobrazeny na Obr. 35 uvádí, že při zušlechtění tištěných dílů je výsledkem mírně nižší pevnost, zatímco popouštění tištěných dílů (bez kalení) pevnost zvyšuje [34] [18].



Obr. 34. Tvrdost tištěných a TZ vzorků vyrobených metodou SLM z oceli H13 v závislosti na objemové hustotě energie ψ při výrobě vzorku [18].



Obr. 35. Křivky ze zkoušky tahem tištěných a TZ vzorků vyrobených metodou SLM z oceli H13 [18].

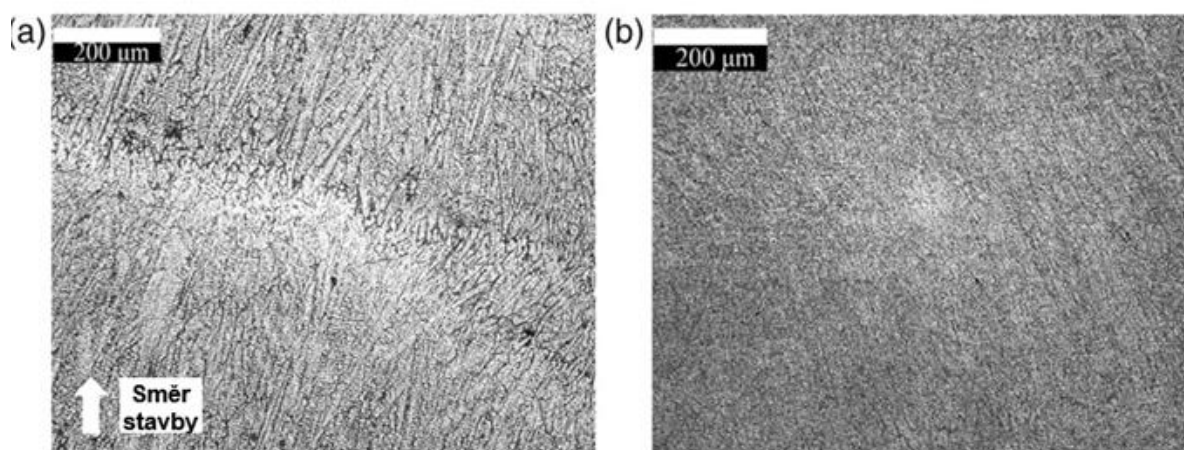
5.2.2 Metoda LMD

Literatura zabývající se tepelným zpracováním LMD dílů z oceli H13 zpravidla zmiňuje dva způsoby tepelného zpracování, které jsou totožné jako u metody SLM. Jedná se tedy buď o zušlechtnění (kalení a popouštění) nebo o popouštění (bez kalení) tištěného dílu [27] [55].

Mikrostruktura

Obr. 36 a ukazuje mikrostrukturu oceli H13 tištěnou technologií LMD ve stavu po dvojitě popouštění (bez kalení) při teplotě 650 °C po dobu 2 hodin, přičemž jsou hranice lázně taveniny a buněčná morfologie stále patrná [26] [55].

Mikrostruktura popouštěného martenzitu po zušlechtnění (austenitizace při 1020 °C s výdrží 15 minut, kaleno v přetlaku N₂ a dvakrát popouštěno při teplotě 625 °C s výdrží 2 hodiny) tištěného dílu (Obr. 36 b) je mnohem homogennější než u pouze popouštěného (bez předchozího kalení). Nejeví žádné předchozí struktury, které jsou pozorovány u tištěných dílů. Lze dojít k závěru, že austenitizace, která podporuje tvorbu nových austenitických zrn (= původní austenitická zrna), do značné míry ruší hranice lázně taveniny, stejně jako sloupcovou a rovnoosou strukturu typicky pozorovanou v původním (tištěném) materiálu [26].

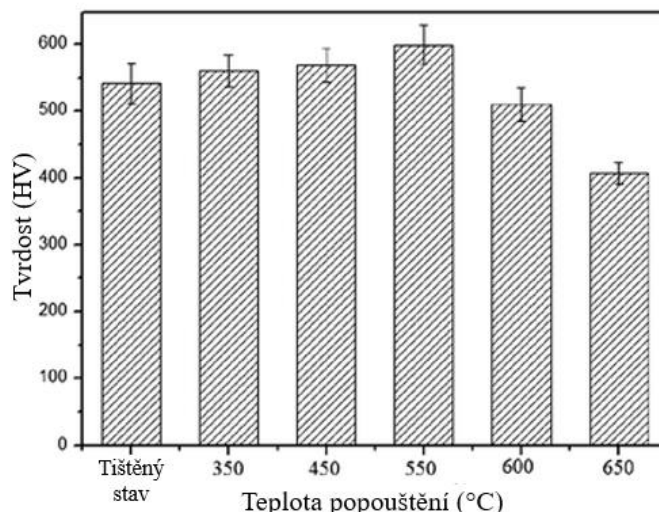


Obr. 36. Mikrostruktura LMD oceli H13 po tepelném zpracování, a) dvojitě popouštěno (bez kalení) při teplotě 650 °C s výdrží 2 hodiny, b) zušlechtněno (austenitizace při 1020 °C s výdrží 15 minut, kaleno v přetlaku N₂ a dvakrát popouštěno při teplotě 625 °C s výdrží 2 hodiny) [55].

Mechanické vlastnosti

D. Masaylo ve své práci uvádí že kalením a popouštěním aditivních dílů vyrobených z oceli H13 metodu LMD dochází ke snížení tvrdosti. Zatímco nezpracované vzorky (po vytisknutí) dosahují tvrdosti až 700 HV, tak vzorky po kalení a popouštění dosahují pouze 500 HV. Důvodem může být významná akumulace vnitřního pnutí u vzorků v nezpracovaném stavu. Toto vnitřní pnutí je následkem austenitizace a několikanásobného popouštění minimalizováno, čímž dojde ke snížení tvrdosti [55].

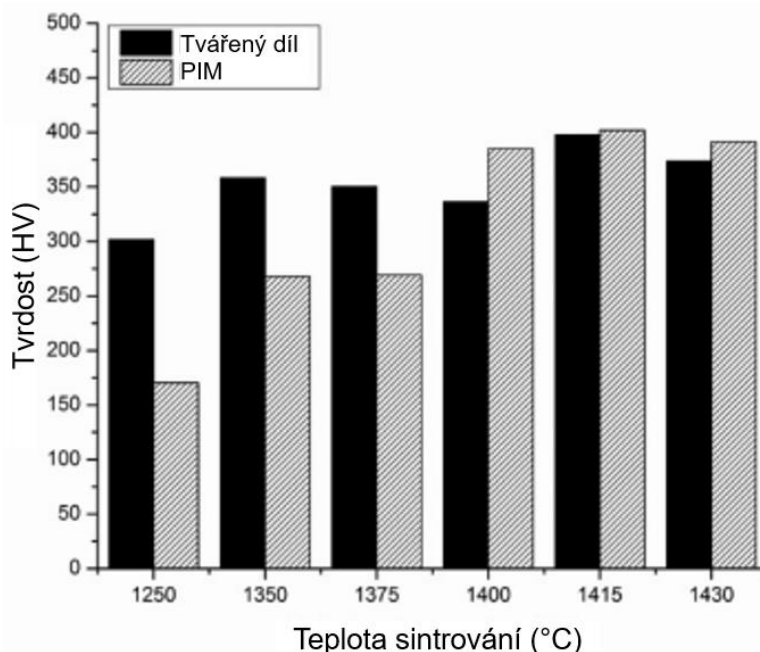
Přímé popouštění po tisku LMD vzorků (bez kalení) vykazuje pozitivní účinek nejen na tvrdost, ale i houževnatost. Jak je možné pozorovat na Obr. 37 s rostoucí teplotou popouštění, tvrdost nejprve mírně roste, přičemž maxima dosahuje při 550 °C, kdy dochází k precipitaci ultrajemných karbidů a vzniká jev zvaný sekundární vytvrzení. Po zvýšení teploty na 650 °C tvrdost prudce klesá. Vzorky popouštěné při teplotě 550 °C však vykazují špatnou odolnost proti lomu a dosahují nárazové práce pouze 6 J. Důvodem jsou karbidy, které precipitovaly mezi latěmi martenzitu a podél hranic zrn při popouštění dílů. Jak se teplota popouštění dále zvyšovala, nárazová práce se zvyšovala v důsledku měknutí matrice. Nejvyšší hodnoty nárazové práce 12 J dosahují vzorky popouštěné při teplotě 650 °C [27] [55].



Obr. 37. Vliv teploty popouštění na tvrdost LMD vzorků z oceli H13 při dvojitém popouštění (bez kalení) (převzato a přeloženo) [27].

5.2.3 Metoda BMD

U této metody 3D tisku velice záleží na teplotě sintrování při výrobě dílu. Teplotou sintrování lze totiž významně měnit pórovitost dílu a s tím spojenou tvrdost (viz Obr. 38). Pokud má díl vysokou pórovitost následkem špatně zvolené (nízké) teploty sintrování, tak žádné následné tepelné zpracování již nedokáže zlepšit mechanické vlastnosti dílu [20].



Obr. 38. Vliv teploty sintrování na tvrdost dílů z oceli H13 vyrobených metodou plastického vstřikování kovu (PIM) (převzato a přeloženo) [20].

Prakticky žádná nezávislá literatura neuvádí, jak postupovat při tepelném zpracování dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13. V žádných vědeckých člancích není možné dohledat dosahované mechanické či mikrostrukturní vlastnosti dílů z oceli H13 po tisku ani po tepelném zpracování.

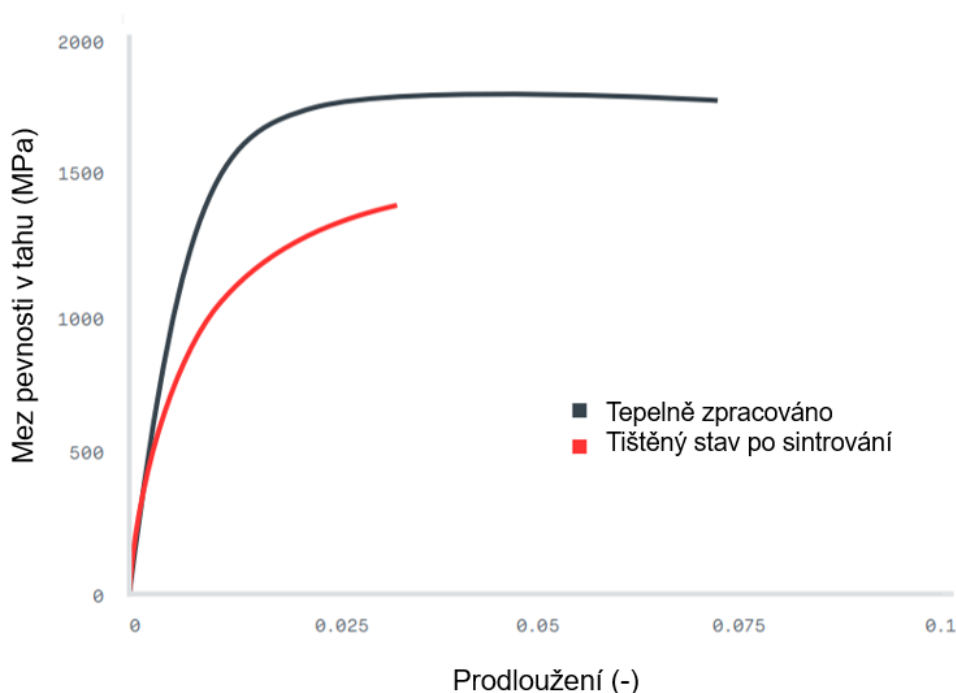
Pouze výrobce Deskop Metal uvádí ve svém materiálovém listu pro ocel H13 doporučené tepelné zpracování. Uvedený režim tepelného zpracování se skládá z ohřevu na austenitizační

teplotu 1040 °C s výdrží na teplotě po dobu 30 minut. Následuje kalení na volném vzduchu a pak dvojitě popouštění při teplotě 570 °C s výdrží po dobu 1 hodiny. Materiálový list uvádí i dosahované vlastnosti před a po zmíněném tepelném zpracování (viz Tab. 5) a dokonce porovnává mechanické a fyzikální vlastnosti 3D tištěného a konvenčního dílu (tvářeného a obráběného) po uvedeném tepelném zpracování. Výrobce přiznává, že jsou mechanické vlastnosti po tepelném zpracování dílů, vyrobených metodou BMD, horší, než mechanické vlastnosti konvenčně vyrobených a zušlechtěných dílů. Oproti tomu deklaruje, že výše uvedeným tepelným zpracováním je možné zlepšit mechanické vlastnosti dílů tištěných metodou BMD (viz Tab. 5) [32].

Tab. 5. Porovnání mechanických vlastností dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13 v tištěném a tepelně zpracovaném stavu (*) a konvenčně vyrobených a tepelně zpracovaných (*) [32].

| | BMD – tištěný stav | BMD – po TZ (*) | Konvenční – po TZ (*) |
|--------------------|--------------------|-----------------|-----------------------|
| Mez kluzu (MPa) | 650 | 1370 | 1620 |
| Mez pevnosti (MPa) | 1325 | 1700 | 2065 |
| Tažnost (%) | 2,3 | 2,8 | 9,1 |
| Tvrdost (HRC) | 35 | 46 | 56 |

* *tepelné zpracování: austenitizace při teplotě 1040 °C s výdrží na teplotě po dobu 30 minut, kalení na volném vzduchu, dvojitě popouštění při teplotě 570 °C s výdrží po dobu 1 hodiny*



Obr. 39. Porovnání mechanických vlastností dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13 (po sintrování) a totožných dílů po tepelném zpracování (austenitizace při 1040 °C, kaleno na volném vzduchu a dvakrát popuštěno při 570 °C) (převzato a přeloženo) [32].

6 Úvod do experimentální části

Experimentální část diplomové práce se zabývá tepelným zpracováním aditivně vyrobených dílů z oceli AISI H13. Porovnáním mechanických, tribologických a mikrostrukturních vlastností aditivně vyrobených dílů v tištěném a tepelně zpracovaném stavu a konvenčně vyrobených a tepelně zpracovaných dílů z nástrojové oceli H13 je určen vliv tepelného zpracování. Na základě toho je určeno, zda je možné použít konvenční způsoby tepelného zpracování na aditivně vyrobené díly z oceli H13. Podle stanovených cílů byla experimentální část práce rozdělena do následujících oblastí:

- 1) Podrobení aditivně (SLM, LMD a BMD) a konvenčně vyrobených dílů zvolenému tepelnému zpracování.
- 2) Určení vlivu tepelného zpracování na vlastnosti aditivně vyrobených dílů z oceli H13, vyrobených pomocí metod SLM, LMD a BMD, dle mechanických, tribologických a mikrostrukturních vlastností vzorků.
- 3) Zjištění vlivu teploty popouštění při tepelném zpracování dílů připravených metodou SLM.

Materiál připravený jednotlivými metodami je ve stavu výchozím (po tisku) a tepelně zpracovaným, podroben mechanickým zkouškám, jako je měření tvrdosti a zkoušce rázem v ohybu. Dále pak tribologické zkoušce a metalografickým analýzám za pomoci řádkovací elektronové mikroskopie (SEM) a světelné mikroskopie (SM).

6.1 Specifikace použitého materiálu

Pro účely diplomové práce byla vybrána nástrojová ocel AISI H13 (1.2344 – označení dle ČSN EN 10027-2; X40CrMoV5-1 – označení dle ČSN EN 10027-1). Její vlastnosti jsou podrobněji popsány v kapitole 2. Vzhledem k tomu, že zkoumané vzorky byly vyrobeny různými metodami, které využívají k výrobě různé vstupní materiály, tak jedním z prvních úkolů bylo určit jak a zda se od sebe jednotlivé prášky liší. Bylo možné porovnat pouze vstupní kovový prášek pro metody SLM a LMD, protože metoda BMD má kovový prášek již vázán v polymerním pojivu a výrobce jej nebyl schopen dodat samostatně ani v podobě tyčinky.

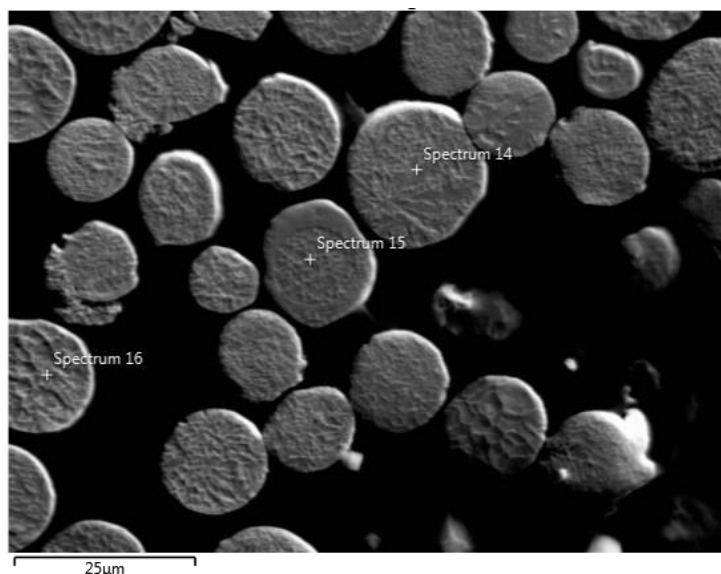
6.1.1 Kovový prášek pro metodu SLM

Pro metodu SLM byl kovový prášek dodán od společnosti SLM - Solutions. Výrobce udává velikost částic v rozmezí 10–45 μm a chemické složení, které je uvedeno v Tab. 6 [69].

Tab. 6. Chemické složení kovového prášku oceli H13 od výrobce SLM - Solutions [69].

| Prvek | C | Cr | Mn | Mo | Ni + Cu | P | S | Si | V | Fe |
|------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|---------|------|------|-------------------|-------------------|----------|
| Množství (hm. %) | 0,32 - 0,45 | 4,75 - 5,50 | 0,20 - 0,60 | 1,10 - 1,75 | 0,75 | 0,03 | 0,03 | 0,80 - 1,20 | 0,80 - 1,20 | zůstatek |

Určení chemického složení prášku bylo provedeno pomocí elektronového disperzního spektrometru (EDS analýza) a výsledky uvedené v Tab. 7 byly porovnány s údaji od výrobce. Jednotlivá místa, kde byla provedena analýza, jsou zobrazeny na Obr. 40.



Obr. 40. EDS analýza kovového prášku oceli H13 pro metodu SLM

Tab. 7. Chem. složení kovového prášku oceli H13 pro metodu SLM určené pomocí EDS analýzy.

| | Spektrum 14 | | Spektrum 15 | | Spektrum 16 | | Průměr | |
|----|-------------|----------|-------------|----------|-------------|----------|-------------|----------|
| | Wt% | σ | Wt% | σ | Wt% | σ | Wt% | σ |
| Fe | 89,5 | 0,1 | 89,7 | 0,1 | 89,6 | 0,1 | 89,6 | 0,1 |
| Cr | 5,5 | 0,0 | 5,6 | 0,0 | 5,7 | 0,0 | 5,6 | 0,1 |
| Mo | 1,9 | 0,0 | 1,8 | 0,0 | 1,7 | 0,0 | 1,8 | 0,1 |
| V | 1,2 | 0,0 | 1,1 | 0,0 | 1,1 | 0,0 | 1,1 | 0,0 |
| Si | 0,9 | 0,0 | 1,0 | 0,0 | 0,9 | 0,0 | 0,9 | 0,0 |
| O | 1,0 | 0,0 | 0,8 | 0,0 | 0,8 | 0,0 | 0,9 | 0,1 |

Analýza chemického složení prášku od společnosti SLM – Solution potvrdila chemické složení udávané výrobcem.

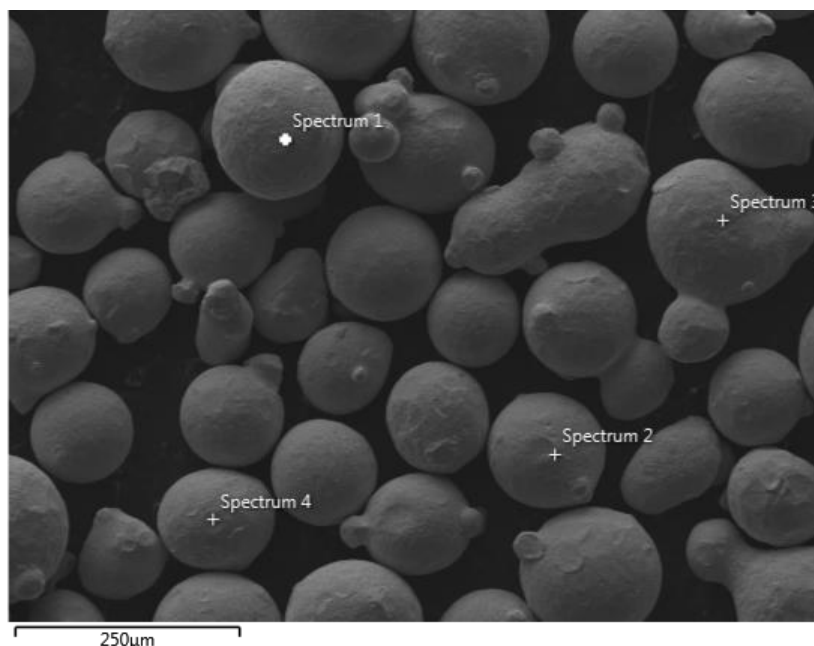
6.1.2 Kovový prášek pro metodu LMD

Totožná analýza, jako u prášku pro metodu SLM, byla provedena u kovového prášku, který byl vstupním materiálem pro vzorky vyrobené metodu LMD. Tento prášek byl vyroben plynovou atomizací společností Höganäs. Výrobce udává velikost částic prášku v rozmezí 53–150 μm a chemické složení, které je uvedeno v Tab. 8 [67].

Tab. 8. Chemické složení kovového prášku oceli H13 od výrobce Höganäs [67].

| Prvek | C | Mn | Si | Cr | V | Mo | Fe |
|------------------|------|-----|-----|-----|-----|-----|----------|
| Množství (hm. %) | 0,35 | 0,3 | 1,0 | 5,2 | 1,0 | 1,5 | zůstatek |

Určení chemického složení prášku bylo provedeno pomocí elektronového disperzního spektrometru (EDS analýza) a výsledky uvedené v Tab. 9 byly porovnány s údaji od výrobce. Jednotlivá místa, kde byla provedena analýza, jsou zobrazena na Obr. 41.



Obr. 41.EDS analýza kovového prášku oceli H13 pro metodu LMD.

Tab. 9. Chem. složení kovového prášku oceli H13 pro metodu LMD určené pomocí EDS analýzy.

| | Spektrum 1 | | Spektrum 2 | | Spektrum 3 | | Spektrum 4 | | Průměr | |
|----|------------|----------|------------|----------|------------|----------|------------|----------|-------------|----------|
| | Wt% | σ | Wt% | σ | Wt% | σ | Wt% | σ | Wt% | σ |
| Fe | 90,9 | 0,2 | 90,8 | 0,2 | 90,8 | 0,2 | 90,0 | 0,2 | 90,6 | 0,4 |
| Cr | 5,4 | 0,1 | 5,3 | 0,1 | 5,1 | 0,1 | 5,5 | 0,1 | 5,3 | 0,1 |
| Mo | 1,7 | 0,1 | 1,5 | 0,1 | 1,6 | 0,1 | 1,8 | 0,1 | 1,7 | 0,1 |
| V | 1,1 | 0,1 | 1,0 | 0,1 | 1,0 | 0,1 | 1,2 | 0,1 | 1,1 | 0,1 |
| Si | 0,6 | 0,0 | 0,8 | 0,0 | 1,0 | 0,0 | 1,0 | 0,0 | 0,9 | 0,2 |
| Mn | 0,2 | 0,1 | 0,5 | 0,1 | 0,5 | 0,1 | 0,5 | 0,1 | 0,4 | 0,1 |

Analýza chemického složení prášku od společnosti Höganäs ukázala mírnou neshodu s údaji udávané výrobcem. Vzhledem k tomu, že výrobce prášku Höganäs neuvádí rozptyl chemického složení, bylo analyzováno o 0,1 hm. % vyšší obsah Cr, V a Mn, o 0,2 hm. % vyšší obsah Mo a o 0,1 hm. % nižší obsah Si oproti chemickému složení, které udává. Tento rozdíl je však zanedbatelný.

Při porovnání jednotlivých prášků se ukázalo, že jejich chemické složení se liší v obsahu Cr. Rozdíl 0,3 hm. % je natolik malý, že neovlivní vlastnosti oceli.

6.2 Příprava vzorků

V následujících kapitolách je popsán vznik a příprava vzorků, které jsou základem této diplomové práce.

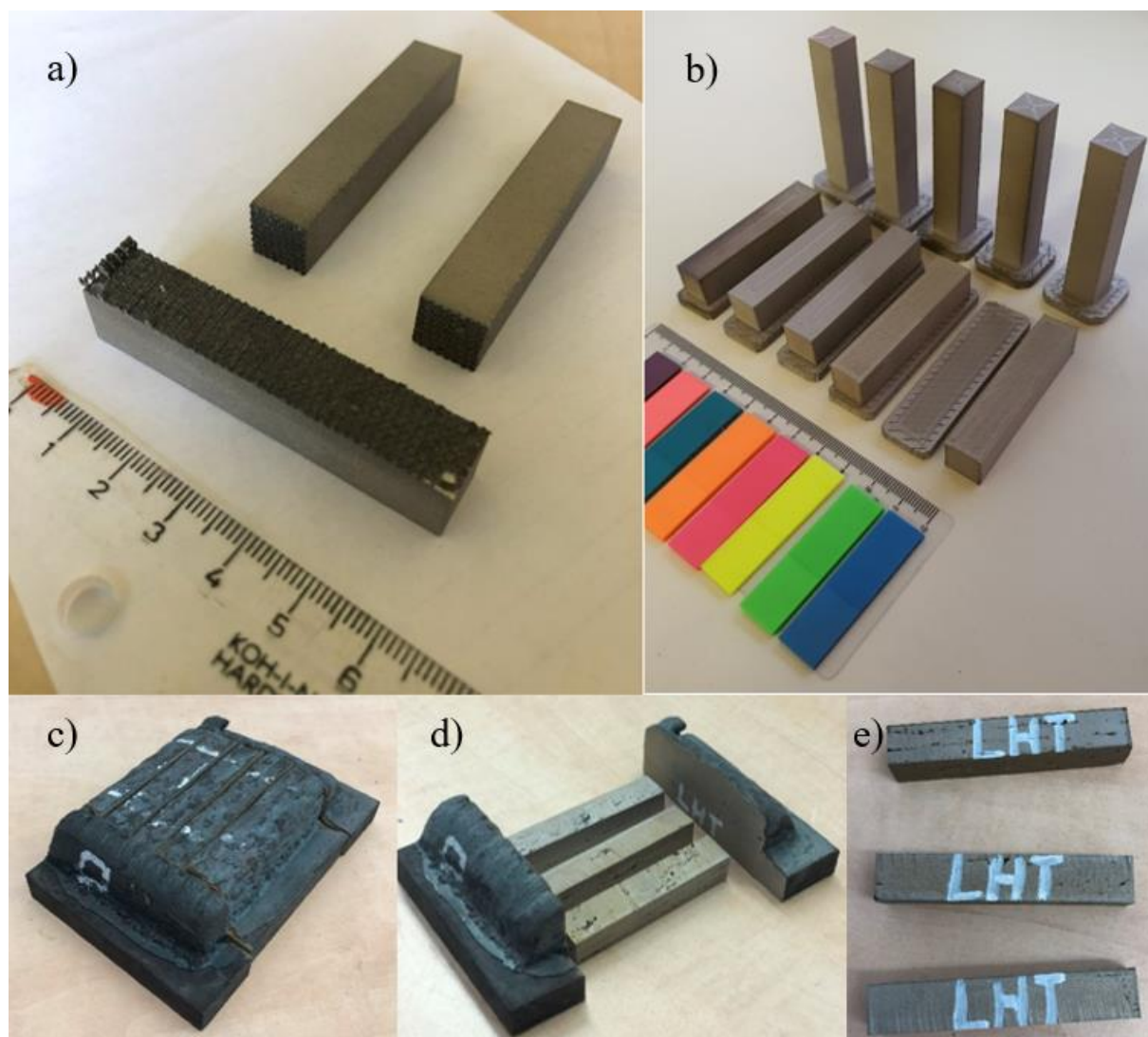
6.2.1 Polotovary

Vyrobené vzorky metodou SLM dodala Technická univerzita v Liberci. Tato sada obsahovala vzorky jak s horizontálním, tak vertikálním směrem stavby. Firma Additive Systems s.r.o. dodala díly vyrobené metodou BMD. I v této sadě byly obsaženy horizontálně, tak vertikálně tištěné díly. Vzorky zastupující metodu LMD byly vyrobené na Katedře materiálu a strojírenské metalurgie na Fakultě strojní Západočeské univerzitě v Plzni.

Nicméně vzhledem k závadě na laserové, svařovací hlavě a tím způsobené časové tísni pro výrobu vzorků, chybí v této sadě vertikální směr stavby.

Vzorky vyrobené metodami SLM a BMD byly dodány ve tvaru hranolů o rozměrech 12x12-65 mm (viz Obr. 42 a) a b). Metodou LMD byly nejprve vyrobeny velké hranoly, které byly následně rozřezány pomocí vodního paprsku tak, aby vznikly opět hranoly o rozměrech 12x12-65 mm (viz Obr. 42 c)-e).

Dále byly k 3D tištěným vzorkům přidány vzorky z konvenčně připraveného a tepelně zpracovaného materiálu. Jedná se o polotovary kované tyče o rozměrech 16x16-500 mm.



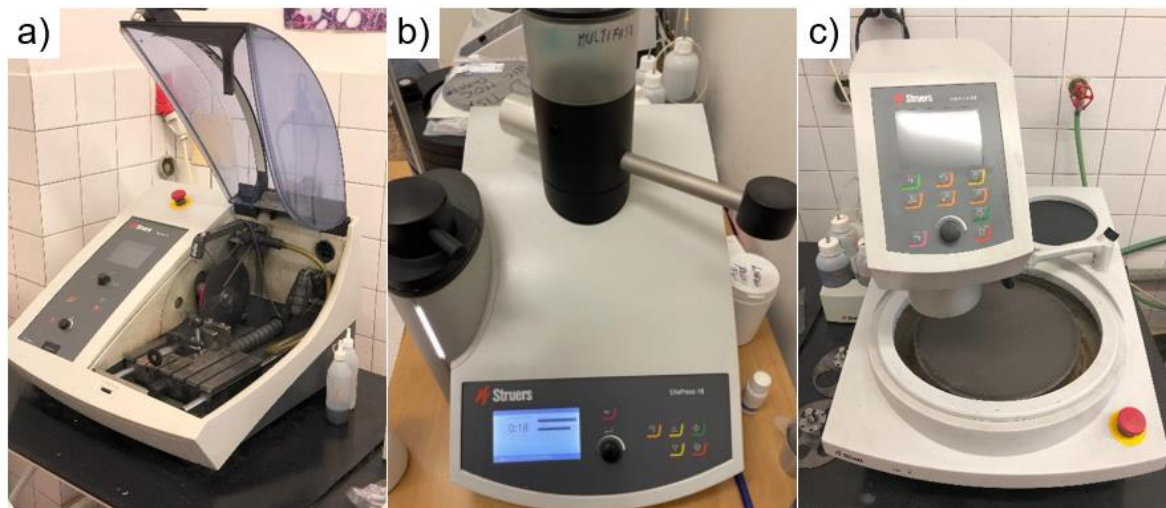
Obr. 42. Vstupní polotovary vzorků vyrobené různými metodami 3D tisku kovu, a) SLM, b) BMD, c)-e) LMD.

6.2.2 Značení vzorků

Vzorky se označovaly jednotným systémem, který rozlišoval metodu tisku, orientaci stavby a stav vzorku (tištěný nebo tepelně zpracovaný). První z písmen představovalo počáteční písmeno z názvu metody 3D tisku, tedy buď S (SLM), L (LMD) nebo B (BMD). Druhé písmeno představovalo směr stavby, tedy H jako horizontální nebo V jako vertikální. Další písmena označovala, zda se jedná o výchozí stav P (printed) nebo tepelně zpracovaný. Na základě režimu tepelného zpracování byly tepelně zpracované vzorky označeny T, KP (1-5) nebo PO (1-5). Konvenčně připravené a tepelně zpracované vzorky byly označeny jako OT.

6.2.3 Metalografický výbrus

Pro uskutečnění metalografických, mechanických a fraktografických analýz a stanovení účinků tepelného zpracování na mikrostrukturu aditivně vyrobených dílů byly vzorky řezány na metalografické pile Struers Secotom-50 (viz Obr. 43). Po odmaštění se vzorky zalisovaly do černé fenolové pryskyřice MultiFast na metalografickém lisu CitoPress-10 od firmy Struers (viz Obr. 43). Na stroji LaboForce-100 od společnosti Struers (viz Obr. 43) bylo provedeno postupné broušení a leštění vzorků. Pro vyvolání mikrostruktury se provádělo leptání ponorem vzorků do leptadla Vilella-Bain (5 ml HCl, 1 g kyseliny pikrové, 95 ml etylalkoholu) po dobu přibližně 10-15 vteřin s následným oplachem ve vodě a technickém lihu (Ethanol obecně denaturovaný, ES 200-578-6).



Obr. 43. Stroje pro přípravu vzorků, a) metalografická pila Secotom-50, b) metalografický lis CitoPress-10, c) metalografická bruska LaboForce-100.

6.3 Stroje a zařízení

6.3.1 Zkoušení tvrdosti podle Vickerse

Pro práci byla zvolena metoda dle Vickerse v souladu s normou ČSN EN ISO 6507-1. Měření bylo realizováno na tvrdoměru MET 007 od firmy Wolpert Wilson Instruments se zátěží 10 kg a dobou zatížení 10 s HV10.

Na každém vzorku byly provedeny minimálně 3 vtisky symetricky rozprostřených po průřezu vzorku. Vtisky byly od sebe vzdálené tak, aby byl mezi nimi vždy zachován minimálně trojnásobek úhlopříčky vtisku. Výsledné hodnoty měření jsou uvedeny v tabulkách v jednotlivých kapitolách.

6.3.2 Zkouška rázem v ohybu

Cílem tohoto testu je zjistit vrubovou houževnatost materiálu KC a množství spotřebované energie K při přerušení vzorku. Provedení testu se řídí standardem ČSN EN ISO 14556, včetně přípravy vzorku, postupu a vyhodnocení. Test byl proveden na stroji Zwick Roell RKP450, který splňuje požadavky pro rázovou zkoušku. Jako zkušební těleso, byla použita tyč s „V“ vrubem, jejíž tvar a rozměry jsou definovány normou. Vrub byl vytvořen na elektrojiskrové drátové řezačce z důvodu vysoké tvrdosti vzorků.

6.3.3 Zkoušení tribologických vlastností

Tribologické vlastnosti byly zkoušeny pomocí metody Ball-on-disc, která v experimentu byla realizována dle normy ASTM G99 na tribometru ANTON PAAR TBR3. Vlastní měření se uskutečnilo na vybraných vzorcích, které disponovaly rozměrem alespoň 12x12 mm. Zkouška byla provedena při pokojové teplotě a s parametry uvedené v Tab. 10. Před zkouškou byl povrch všech vzorků broušen a leštěn.

Tab. 10. Parametry tribologické zkoušky pomocí metody Ball-on-disc.

| Parametr | Hodnota | Jednotka |
|-----------------|--------------------------------|----------|
| Poloměr otáčení | 3 | mm |
| PIN tělísko | kulička | - |
| Materiál pinu | AL ₂ O ₃ | - |
| Průměr kuličky | 6 | mm |
| Čas testu | 33 | min. |
| Zatížení F | 10 | N |
| Počet cyklů | 10000 | - |

Hodnocení odolnosti proti opotřebení bylo vyhodnocováno na základě metody objemu drážky. Vzniklá drážka se ve tvaru mezikruží proměřila v 8 místech po 45° a zprůměrovala. Z vypočtené hodnoty šířky drážky byl určen odebraný objem V, dle rovnice (2). Z vypočteného objemu drážky V byla vypočtena míra opotřebení W (Wear rate), dle rovnice (3). Čím menší hodnota opotřebení W tím lépe materiál odolává proti opotřebení.

$$V = \frac{\pi * (\text{poloměr drážky [mm]}) * (\text{šířka drážky [mm]})}{6 * (\text{poloměr kuličky [mm]})} \quad (2)$$

$$W = \frac{V}{F * (\text{dráha [mm]})} \quad (3)$$

6.4 Tepelné zpracování

V experimentu byly použity tři způsoby tepelného zpracování. Prvnímu způsobu byly podrobeny vzorky od všech metod (SLM, LMD i BMD). Tento režim měl za cíl určit, jakým způsobem tepelné zpracování ovlivní aditivně vyrobené díly. Zda zlepší či zhorší jejich vlastnosti, a jestli má totožný efekt u všech tří metod. Cílem bylo ověřit, zda je tento režim tepelného zpracování, který se používá u konvenčně vyrobených dílů, použitelný i pro aditivně vyrobené díly.

Z důvodu přítomnosti makropóru ve vzorcích připravených metodami LMD a BMD bylo tepelné zpracování optimalizováno pouze u vzorků vyrobených metodou SLM. Následovalo určit vliv teploty popouštění při tepelném zpracování.

Třetí způsob tepelného zpracování měl určit jaký dopad má odstranění operací austenitizace a kalení na strukturu a vlastnosti dílu. Zmíněný třetí způsob TZ tedy obsahuje pouze popouštění po vytisknutí dílu.

6.5 Vlastnosti AM dílů z oceli H13

Pro experiment jsou použity vzorky vyrobené metodami SLM, LMD a BMD. Jejich vlastnosti v tištěném stavu zkoumal P. Kubovec ve svém experimentu a jeho výsledky

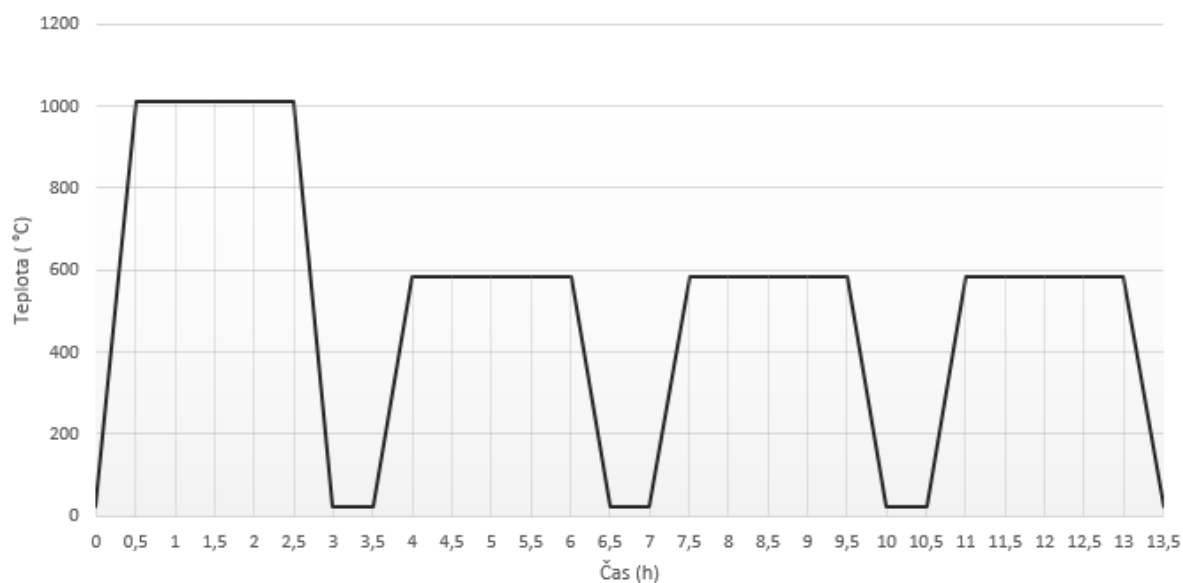
z mechanických zkoušek a mikrostrukturální vlastnosti jednotlivých vzorků jsou uvedené v rešeršní části práce [10].

6.6 Vlastnosti AM dílů z oceli H13 po tepelném zpracování

V kapitole jsou popsány mechanické, tribologické a mikrostrukturní vlastnosti vzorků od všech třech metod (SLM, LMD a BMD) po tepelném zpracování režimem označeným T. Režim byl vybrán na základě dostupných výzkumů a materiálových listů konvenční (tvářené) oceli H13. Tepelné zpracování zahrnovalo austenitizaci při teplotě 1010 °C po dobu 2 hodin. Následuje kalení na volném vzduchu a trojí popouštění při teplotě 585 °C s výdrží 2 hodiny. Průběh režimu je zaznamenán na Obr. 44 a značení vzorků v Tab. 11 [22] [68].

Tab. 11. Označení vzorků podrobeny tepelnému zpracování režimem T.

| Označení vzorku | Metoda tisku | Směr stavby | Způsob TZ |
|-----------------|--------------|--------------|---|
| SHT | SLM | horizontální | Austenitizace při 1010 °C (2 hodiny) Kaleno na vzduchu Trojí popouštění při 585 °C (2 hodiny) |
| SVT | SLM | vertikální | |
| LHT | LMD | horizontální | |
| BHT | BMD | horizontální | |
| BVT | BMD | vertikální | |

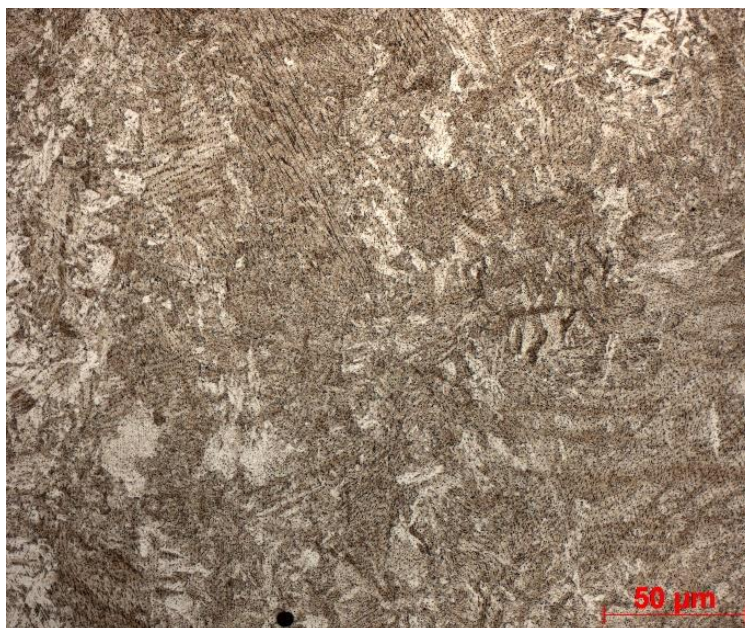


Obr. 44. Proces tepelného zpracování – režim T.

6.6.1 Metoda SLM

Metalografická analýza

Obr. 45 zachycuje mikrostrukturu oceli H13 zpracované technologií SLM po tepelném zpracování (austenitizace při teplotě 1010 °C a trojí popouštění při teplotě 585 °C) analyzované pomocí světelné mikroskopie. Na vyleštěných vzorcích byla pozorována jen velmi malá pórovitost, celkově nižší než 1 %. Následkem austenitizace byly zcela odstraněny stopy od tuhnutí lázně taveniny a morfologie tvořená buňkami martenzitu byla přeměněna na jehlicovitou martenzitickou strukturu s popouštěným martenzitem. Martenzitickou strukturu potvrzuje i naměřená tvrdost, která činí 554±2 HV.



Obr. 45. Mikrostruktura oceli H13 vyrobená metodou SLM po austenitizaci při teplotě 1010 °C a trojím popouštění při teplotě 585 °C, zvětšeno 500x.

Mechanické vlastnosti

Tvrдость

Na horizontálních i vertikálních vzorcích po tepelném zpracování (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C) byla změřena tvrdost dle Vickerse. Na vzorcích byly provedeny tři zkušební vtisky, jejichž průměrná hodnota dosahovala 554±2 HV u horizontálního vzorku a 546±3 HV u vzorku vertikálního (viz Tab. 12)

Vrubová houževnatost

V Tab. 12 jsou uvedeny hodnoty vrubové houževnatosti KCV pro SLM vzorky tepelně zpracované (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C). Vzhledem k malému množství dostupných SLM zušlechťených vzorků byla provedena zkouška rázem v ohybu pouze u dvou. Jeden ze vzorků zastupoval horizontálně a druhý vertikálně tištěný díl.

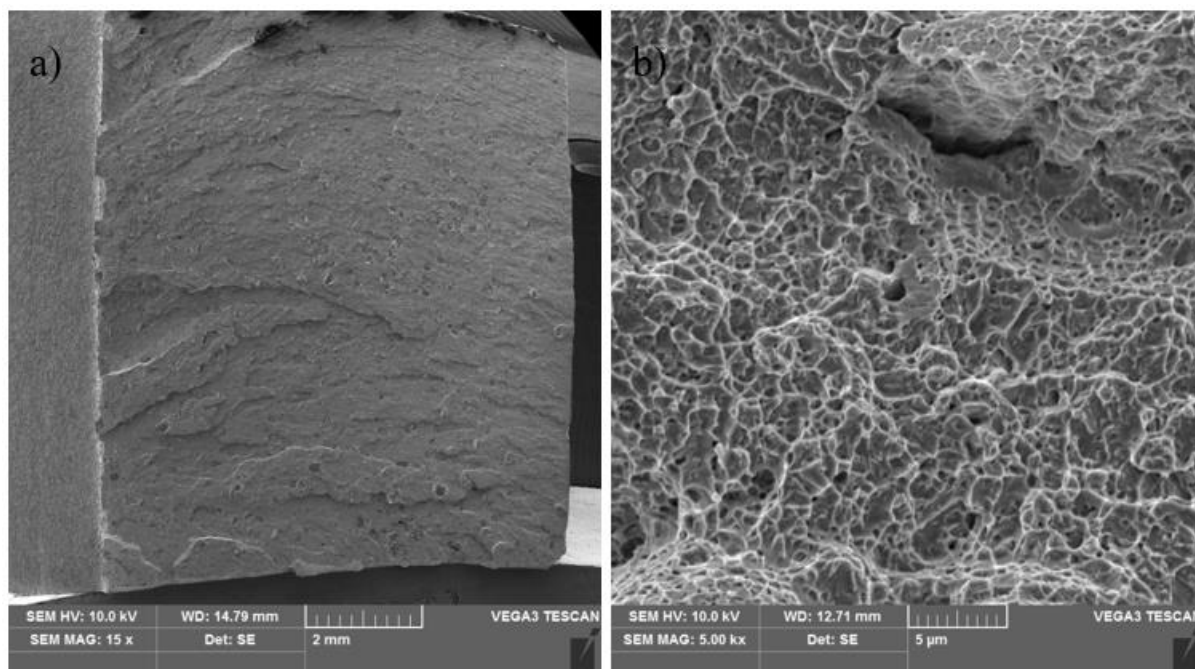
Tab. 12. Hodnoty tvrdosti a vrubové houževnatosti vzorků SLM z oceli H13 po tepelném zpracování (*).

| Tvrдость (HV10) | | | Vrubová houževnatost KCV (J/cm ²) | | |
|-----------------|------------|------------|---|------------|------------|
| vtisk | SVT (*) | SHT (*) | vzorek | SVT (*) | SHT (*) |
| 1 | 548 | 557 | 1 | 9,5 | 5,6 |
| 2 | 548 | 555 | 2 | | |
| 3 | 541 | 552 | 3 | | |
| Průměr | 546 | 554 | Průměr | 9,5 | 6,3 |
| σ | 3 | 2 | σ | 0 | 0 |

* tepelné zpracování: austenitizace při teplotě 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodin, kalení na volném vzduchu, trojitě popouštění při teplotě 585 °C s výdrží 2 hodiny

Fraktografická analýza

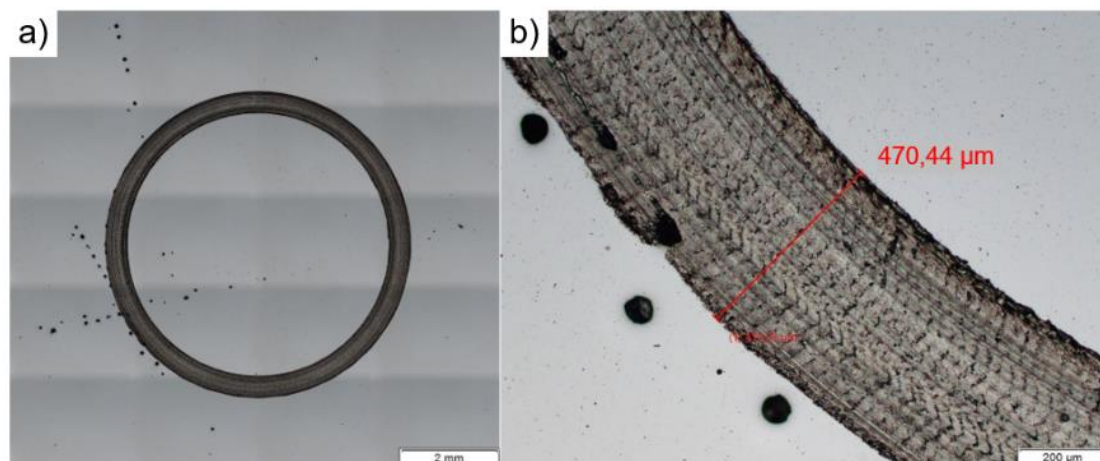
Při makro pozorování lomové plochy bylo vidět nedokonalé metalické spojení některých vrstev. Fraktografie lomu po zkoušce rázem v ohybu ukázala, že k lomu došlo následkem nízkoenergetické tvárné separace. To bylo určeno na základě pozorování jemných jamek o velikosti do 2 μm na povrchu lomové plochy (viz Obr. 46 b), které signalizují plasticitu ale nízkou energii porušení. Dále byly výjimečně pozorovány částice sférického tvaru o velikosti 20 μm , které vyplňovaly nespojitosti materiálu. Ty byly pomocí EDS analýzy určeny jako neroztavený prášek.



Obr. 46. SEM snímek lomové plochy vzorku vertikálně tištěného metodou SLM z oceli H13 po austenitizaci při 1010 $^{\circ}\text{C}$, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 $^{\circ}\text{C}$, a) zvětšeno 15x, b) zvětšeno 5000x.

Tribologické vlastnosti

Díly vyrobené metodou SLM po austenitizaci při 1010 $^{\circ}\text{C}$ s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 $^{\circ}\text{C}$ dosahují vysoké odolnosti proti opotřebení. Míra opotřebení W dosahovala u výše popsaného dílu hodnoty $1,3 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$. Míra opotřebení vycházela z šířky drážky vytvořené kuličkou. Měření probíhalo na 8 místech (viz Obr. 47 b).

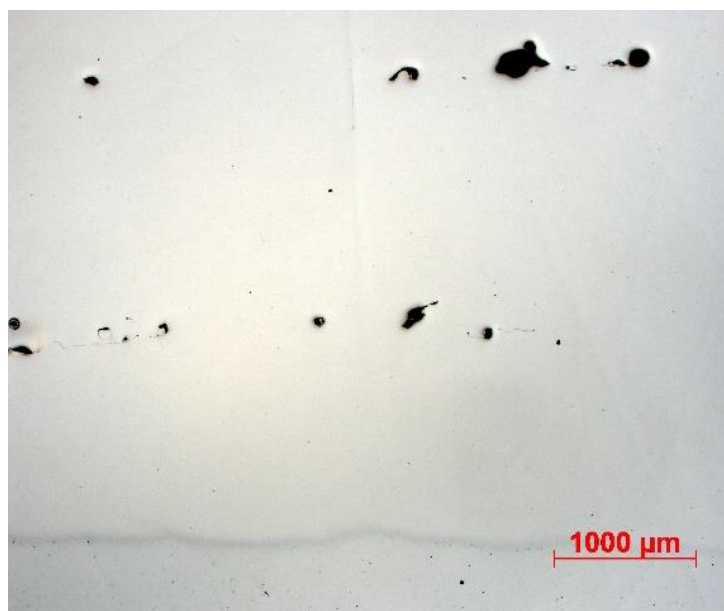


Obr. 47. Drážka vytvořená při tribologické zkoušce na vertikálně tištěném vzorku z oceli H13 metodou SLM po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) složený obraz, b) zvětšeno 100x.

6.6.2 Metoda LMD

Metalografická analýza

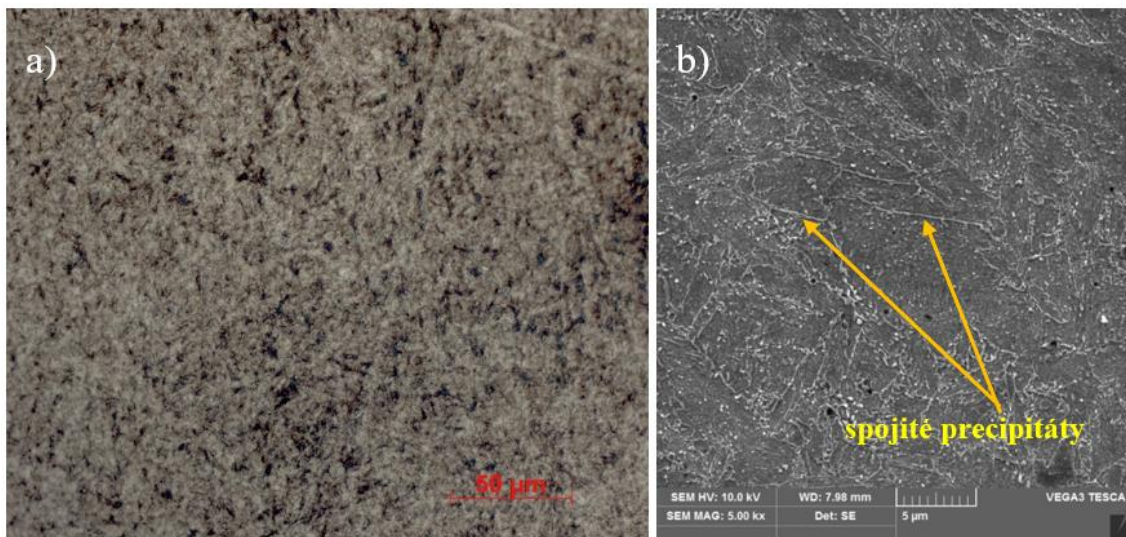
Při pozorování LMD vzorků v nenaleptaném stavu bylo možné zachytit výrazné necelistvosti. Ty mají charakter rovnoběžných řad pórů, které se opakují v každé vrstvě. Velikost těchto vad se pohybuje v rozmezí 0,05–0,8 mm (viz Obr. 48). Tyto vady vznikly následkem špatně nastavených parametrů tisku a použitým tepelným zpracováním je nelze nikterak odstranit. Pro jejich odstranění či alespoň zmenšení by muselo být použito izostatické lisování za tepla (HIP), což je forma tepelného zpracování, které využívá vysokého tlaku a teploty ke zlepšení vlastností materiálu [73].



Obr. 48. Mikrostruktura nenaleptaného vzorků tištěného horizontálně metodou LMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C, zvětšeno 100x.

Na Obr. 49 je zachycena mikrostruktura oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C v naleptaném stavu. Následkem austenitizace došlo k odstranění stop od tuhnutí lázně taveniny. Zároveň byla přeměněna martenziticko – bainitická struktura na jehlicový martenzit a následkem trojího

popouštění došlo k jeho popuštění. To potvrzuje i naměřená tvrdost 557 ± 12 HV. Při větším zvětšení (1000x-11000x) pomocí elektronového mikroskopu bylo možné pozorovat velké množství precipitovaných částic po hranicích původních austenitických zrn. Tyto precipitáty měly sférický až spojitý tvar. Na základě chemického složení z EDS analýzy bylo určeno, že sférické částice šedivé barvy jsou nerozpuštěný kovový prášek.



Obr. 49. Mikrostruktura oceli H13 vyrobená metodou LMD po austenitizaci při teplotě 1010 °C a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 500x, b) zvětšeno 5000x.

Mechanické vlastnosti

Tvrdość

Na horizontálních vzorcích po tepelném zpracování (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popuštěním při 585 °C) byla změřena tvrdost dle Vickerse. Na vzorcích byly provedeny tři zkušební vtisky, ze kterých byla následně vypočítána průměrná hodnota, jež dosahovala 557 ± 12 HV (viz Tab. 13).

Vrubová houževnatost

Zkouška rázem v ohybu byla provedena na třech horizontálně tištěných a tepelně zpracovaných (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popuštěním při 585 °C) LMD vzorcích. Test u těchto vzorků ukázal průměrnou hodnotu vrubové houževnatosti KCV $4,3 \pm 0,3$ J/cm². Jednotlivé hodnoty vrubové houževnatosti doplňuje Tab. 13.

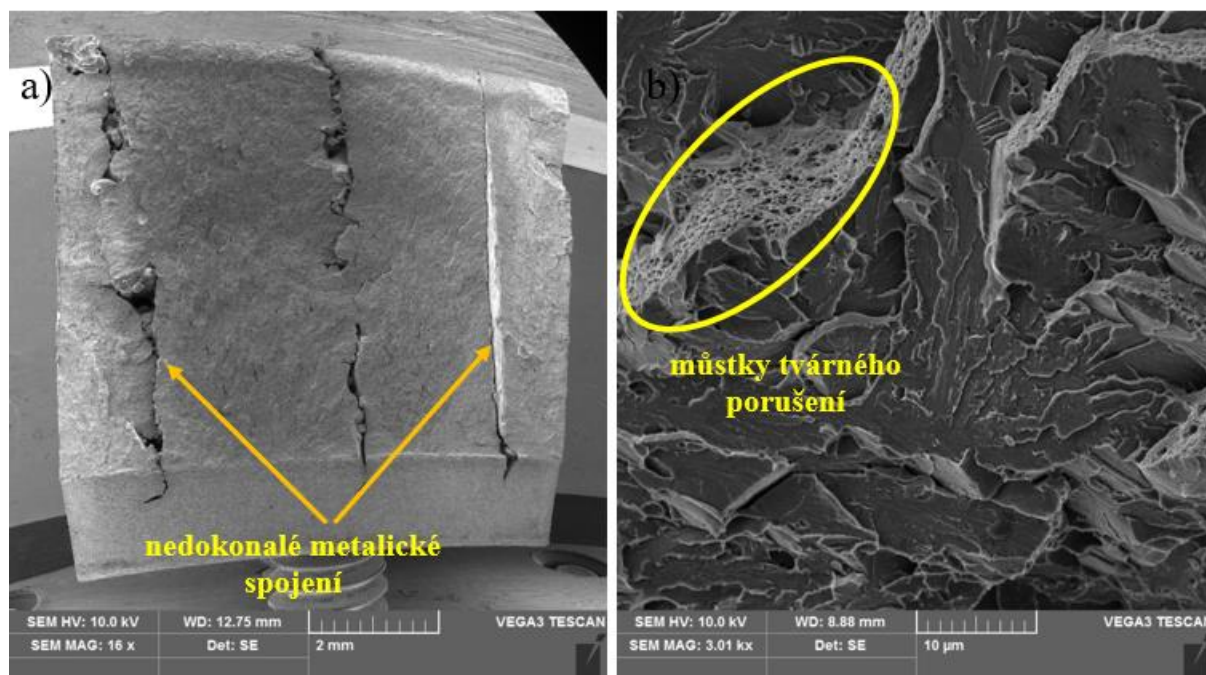
Tab. 13. Hodnoty tvrdosti a vrubové houževnatosti vzorků LMD z oceli H13 po tepelném zpracování (*).

| Tvrdość (HV10) | | Vrubová houževnatost KCV (J/cm ²) | |
|----------------|------------|---|------------|
| vtisk | LHT (*) | vzorek | LHT (*) |
| 1 | 560 | 1 | 4,0 |
| 2 | 570 | 2 | 4,3 |
| 3 | 540 | 3 | 4,6 |
| Průměr | 557 | Průměr | 4,3 |
| σ | 12 | σ | 0,2 |

* tepelné zpracování: austenitizace při teplotě 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, kalení na volném vzduchu, trojitě popouštění při teplotě 585 °C s výdrží 2 hodiny

Fraktografická analýza

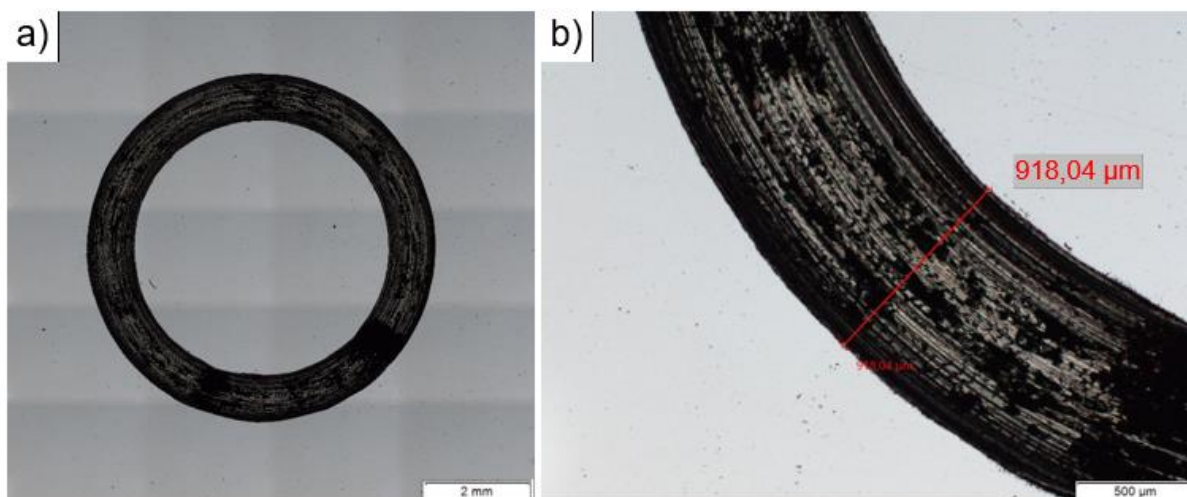
Již při makro pozorování lomové plochy (viz Obr. 50 a) bylo zřetelně pozorovatelné nedokonalé metalické spojení určitých vrstev. Při pozorování lomové plochy při zvětšení 3000x (viz Obr. 50 b) byly jasně patrné štěpné fazety od transkrystalického štěpení. Místy se mezi štěpnými fazetami vyskytovaly můstky tvárného porušení, které vykazovaly jemnou, důlkovitou texturu. Dále byla v místech nedokonalého metalického spojení pozorována keramická hmota, která byla následně určena jako struska. Zároveň se zde vyskytoval neroztavený kovový prášek s mírně nataveným povrchem, což nejspíše způsobilo tepelné zpracování.



Obr. 50. SEM snímek lomové plochy vzorku horizontálně tištěného metodou LMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 16x, b) zvětšeno 3000x.

Tribologické vlastnosti

Tribologická zkouška metodou Ball-on-disc byla provedena i na tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C) vzorku vyrobený metodou LMD. Míra opotřebení W dosahovala u výše popsaného dílu hodnoty $2,6 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$. Drážka vytvořená kuličkou na vzorku LHT je zobrazena na Obr. 51 a. Její šířka byla měřena na 8 místech dle Obr. 51 b.



Obr. 51. Drážka vytvořená při tribologické zkoušce na vzorku horizontálně tištěného metodou LMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) složený ob-raz, b) zvětšeno 100x.

6.6.3 Metoda BMD

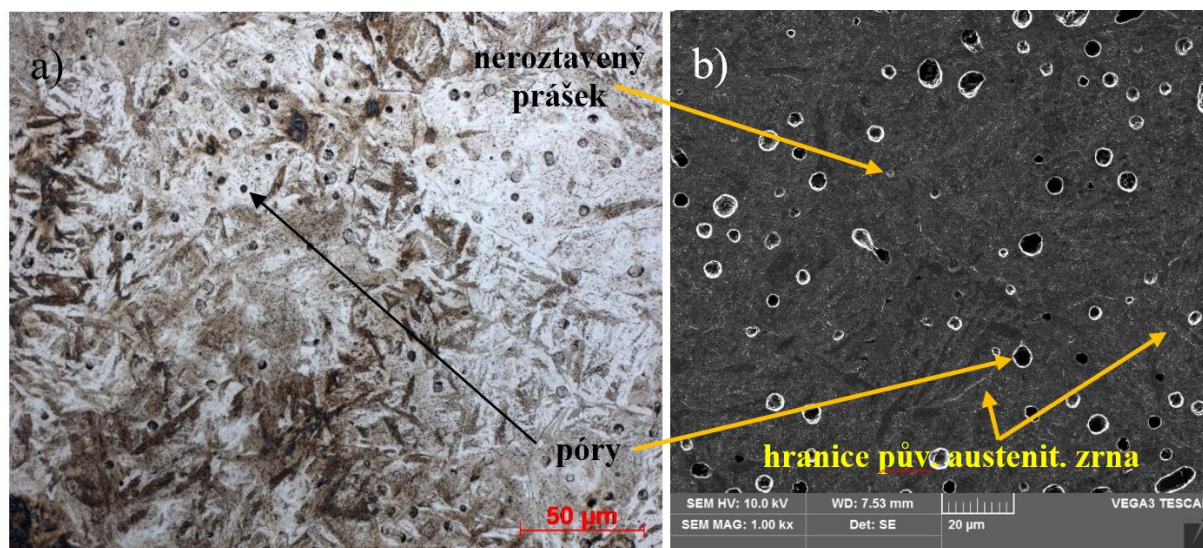
Metalografická analýza

Již při malém zvětšení mikrostruktury vzorků vyrobených metodou BMD byla pozorována výrazná pórovitost v těchto dílech následkem nedostatečného spojení jednotlivých housenek (viz Obr. 52). Je však známo, že díly vyrobené touto metodou trpí na nedostatečnou kohezi jednotlivých šrafů.



Obr. 52. Mikrostruktura vzorku tištěného horizontálně metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C, zvětšeno 100x.

Při větším zvětšení (500x-11000x) mikrostruktury vzorků z oceli H13 tištěných metodou BMD po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C (viz Obr. 53) byla pozorována bainiticko - martenzitická struktura. Zároveň jsou dobře viditelná původní austenitická zrna, která mají velikost větší než 70 µm. Stejně, jak uvádí výrobce, tak i u těchto vzorků se vyskytovaly sférické částice s velikostí do 5 µm [32]. Ty byly na základě EDS analýzy určeny jako neroztavený kovový prášek. Po hranicích zrn segregovaly slitinové prvky. Dle EDS analýzy šlo především o prvky V a Mo. Po sintrování se ve struktuře nacházelo mnoho pórů o velikosti do 15 µm.



Obr. 53. Mikrostruktura vzorku tištěného horizontálně metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C a trojím popouštění při 585 °C, a) zvětšeno 500x, b) zvětšeno 1000x.

Mechanické vlastnosti

Tvrdość

Stejně jako u ostatních vzorků byla měřená tvrdost. Ta u dílů tištěných z oceli H13 metodou BMD a zušlechťených (austenitizace při 1010 °C, kalení na vzduchu a třikrát popouštění při 585 °C) vycházela s průměrnými hodnotami 379±24 HV pro vertikálně tištěné a 378±11 HV pro horizontálně tištěné vzorky (viz Tab. 14).

Vrubová houževnatost

Zkouška rázem v ohybu byla provedena u dvou vertikálně a dvou horizontálně tištěných a tepelně zpracovaných (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštění při 585 °C) BMD vzorcích. Test u těchto vzorků ukázal průměrnou hodnotu vrubové houževnatosti KCV 4,1±0,1 J/cm² u horizontálně a 5,9±0,3 J/cm² u vertikálně tištěných. Jednotlivé hodnoty vrubové houževnatosti doplňuje Tab. 14.

Tab. 14. Hodnoty tvrdosti a vrubové houževnatosti vzorků BMD z oceli H13 po tepelném zpracování (*).

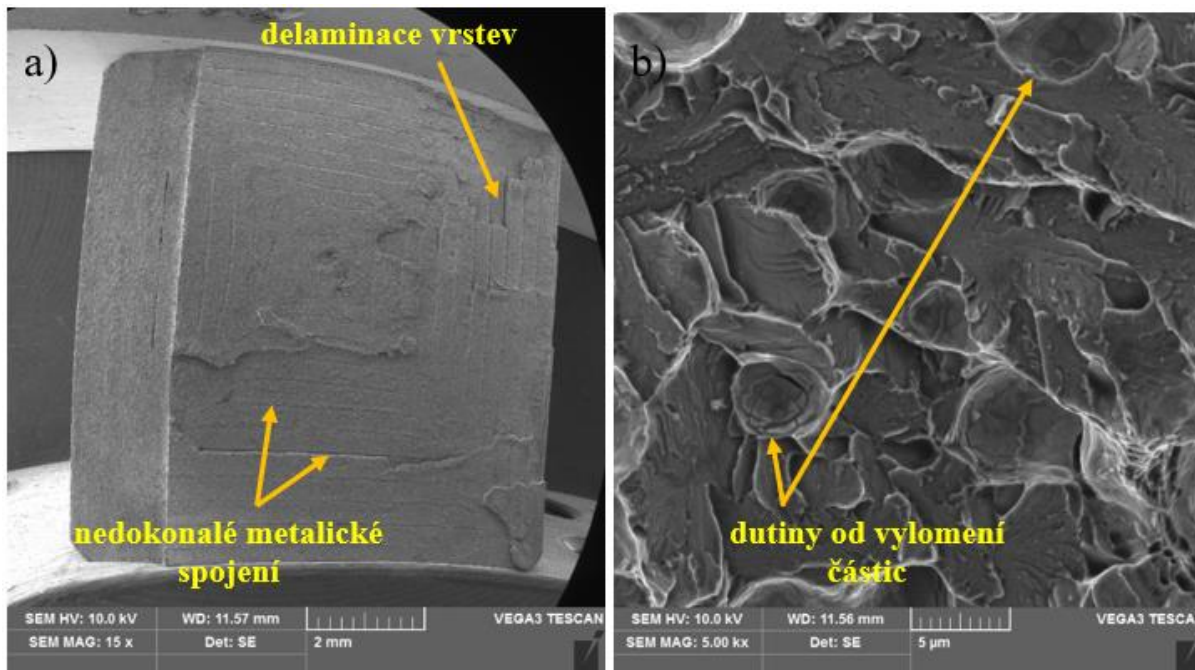
| Tvrdość (HV10) | | | Vrubová houževnatost KCV (J/cm ²) | | |
|----------------|------------|------------|---|------------|------------|
| vtisk | BVT | BHT | vzorek | BVT | BHT |
| 1 | 389 | 372 | 1 | 4,1 | 5,9 |
| 2 | 402 | 394 | 2 | 4,0 | 5,4 |
| 3 | 346 | 368 | 3 | | |
| Průměr | 379 | 378 | Průměr | 4,1 | 5,9 |
| σ | 24 | 11 | σ | 0,1 | 0,3 |

* tepelné zpracování: austenitizace při teplotě 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodin, kalení na volném vzduchu, trojitě popouštění při teplotě 585 °C s výdrží 2 hodiny

Fraktografická analýza

Při zkoumání lomové plochy již při malém zvětšení (viz Obr. 54 a) bylo možné dobře pozorovat delaminaci a nedokonalé metalické spojení jednotlivých vrstev. Při větším zvětšení lomové plochy, které nabízí Obr. 54 b jsou patrné štěpné fazety od transkrystalického porušení.

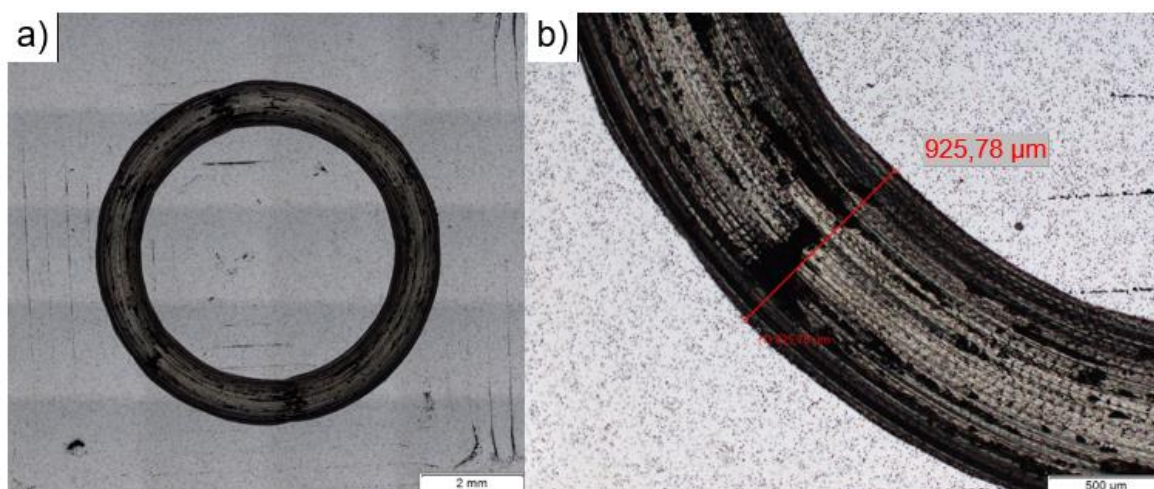
Zároveň je možné vidět kulovité dutiny, které se nejspíše vytvořily vylomením sférické částice, např. neroztaveným práškem. Na povrchu dutinek se nachází slupky částic, a proto je možné usuzovat, že se jedná o vylomenou částici a nikoli o pór.



Obr. 54. SEM snímek lomu vzorku vertikálně tištěného metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) zvětšeno 15x, b) zvětšeno 5000x.

Tribologické vlastnosti

Tribologická zkouška metodou Ball-on-disc byla provedena i na tepelně zpracovaných (austenitizace při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C) vzorcích vyrobených metodou BMD. Míra opotřebení W dosahovala u vzorku BVT hodnoty $2,6 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ a u vzorku BHT hodnoty $2,4 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$. Drážka vytvořená kuličkou na vzorku BVT je zobrazena na Obr. 55 a. Její šířka byla měřena na 8 místech dle Obr. 55 b.



Obr. 55. Drážka vytvořená při tribologické zkoušce na vzorku vertikálně tištěného metodou BMD z oceli H13 po austenitizaci při 1010 °C, kalení na vzduchu a trojím popouštění při teplotě 585 °C, a) složený obraz, b) zvětšeno 100x.

6.7 Vliv tepelného zpracování na díly vyrobené metodou SLM z oceli H13

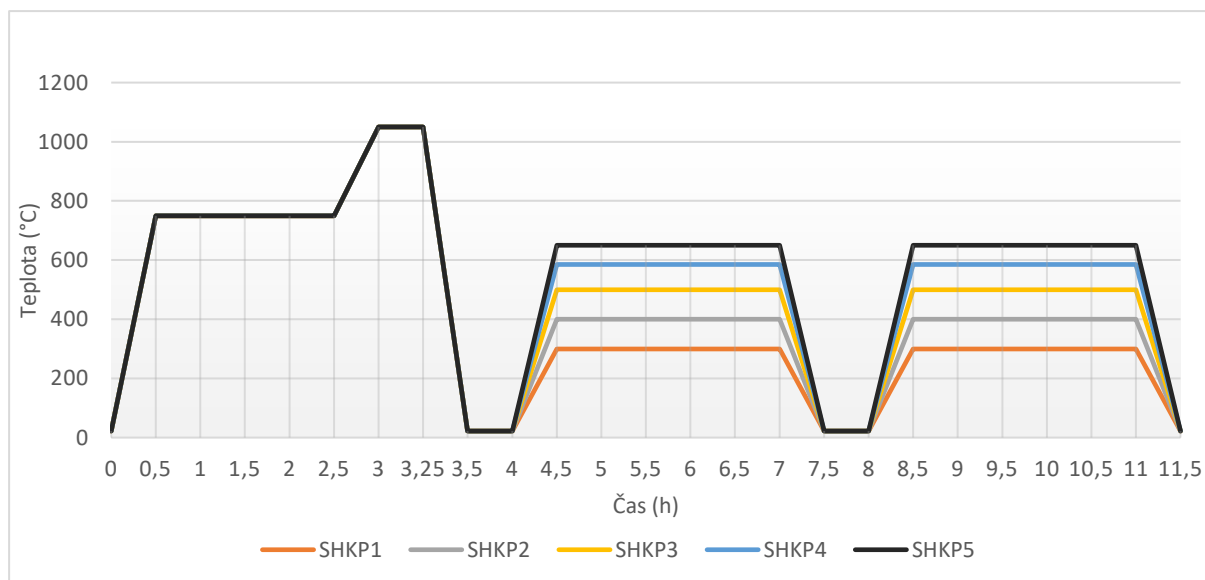
V této kapitole je popsán vliv popouštěcí teploty na tvrdost a mikrostrukturu dílů vyrobených metodou SLM. Byly připraveny a tepelně zpracovány dvě sady vzorků. První sada byla podrobena režimu označeném jako KP a druhá sada vzorků byla tepelně zpracována pomocí režimu PO.

6.7.1 Tepelně zpracované SLM díly režimem KP

Režim KP byl zvolen dle materiálového listu kovového prášku od výrobce SLM-Solution. Uvedené tepelné zpracování obsahuje předehřev na 750 °C po dobu 2 hodin. Následuje austenitizace při teplotě 1050 °C s výdrží 15 minut. Kalení probíhá na volném vzduchu, po čemž následuje dvojitě popouštění po dobu 2,5 hodin. Doporučená teplota popouštění výrobcem je 300 °C. Vzorek s touto teplotou popouštění (300 °C) byl označen jako SHKP1. Další čtyři vzorky byly podrobeny stejnému režimu TZ, ale s různou teplotou popouštění (viz Tab. 15) a Obr. 56 [69].

Tab. 15. Označení SLM vzorků po tepelném zpracování režimem KP.

| Označení vzorku | Způsob TZ | Popouštěcí teplota (°C) |
|-----------------|--|-------------------------|
| SHKP1 | Předehřev na 750 °C (2 hodiny) Austenitizace 1050 °C (15 minut) Kaleno na vzduchu Dvojitě popouštění (2,5 hodiny) | 300 |
| SHKP2 | | 400 |
| SHKP3 | | 500 |
| SHKP4 | | 585 |
| SHKP5 | | 650 |

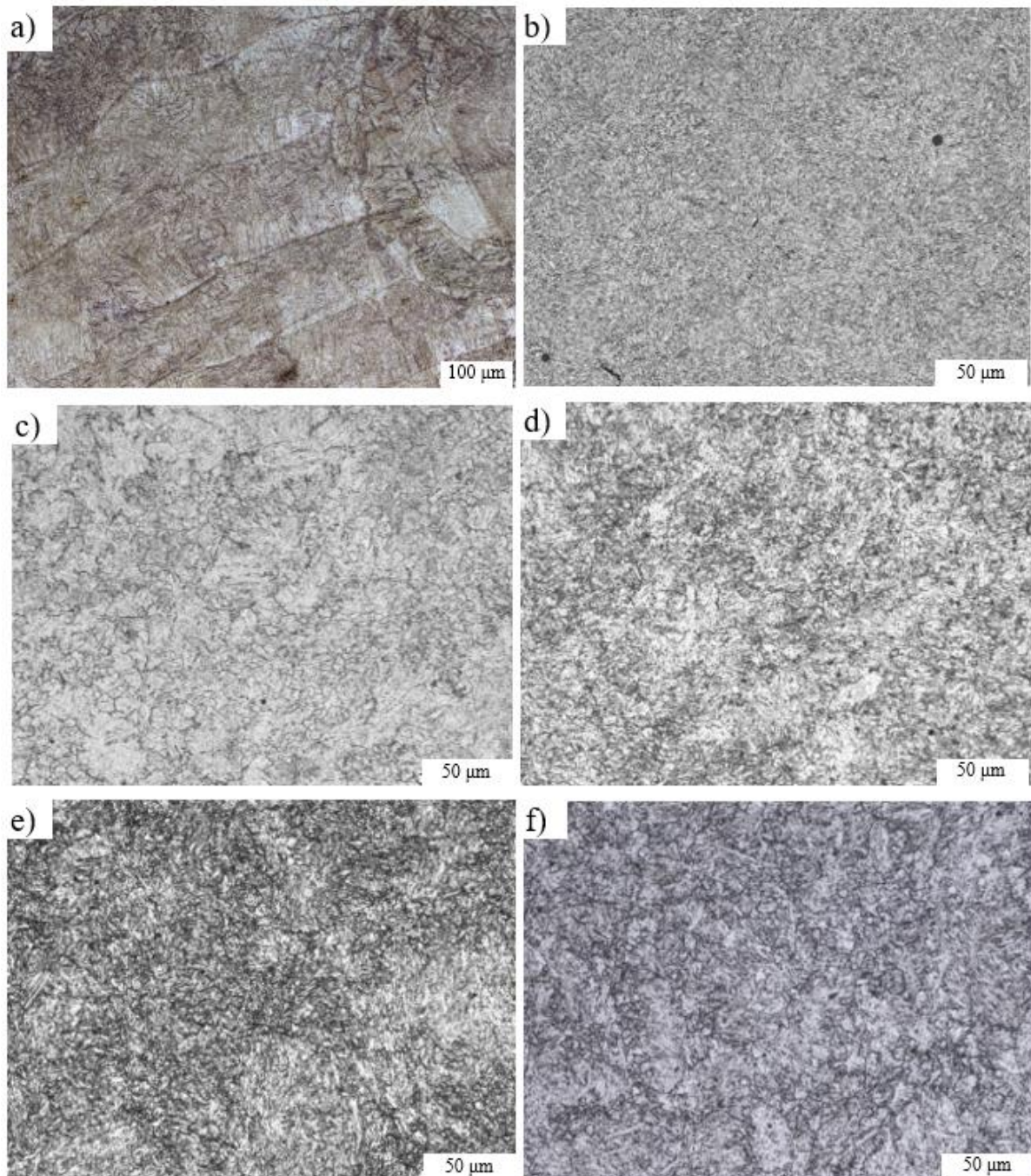


Obr. 56. Proces tepelného zpracování – režim KP.

Metalografická analýza

Na Obr. 57 je zobrazen vývoj mikrostruktury SLM dílů v tištěném stavu a po austenitizaci při 1050 °C a dvojitě popouštění při měnící teplotě (300 °C, 400 °C, 500 °C, 585 °C, 650 °C). Následkem TZ došlo k odstranění stop od laseru a martenzitická struktura tvořená buněčnou morfológií se přeměnila na jehlicovou martenzitickou strukturu s popuštěným martenzitem. Homogennější struktura oproti tištěnému stavu je pozorována u všech tepelně zpracovaných vzorků. U vzorků popuštěných při teplotě 400 °C, 585 °C

a 650 °C byla dobře vidět původní austenitická zrna následkem segregace částic po jejich hranicích.

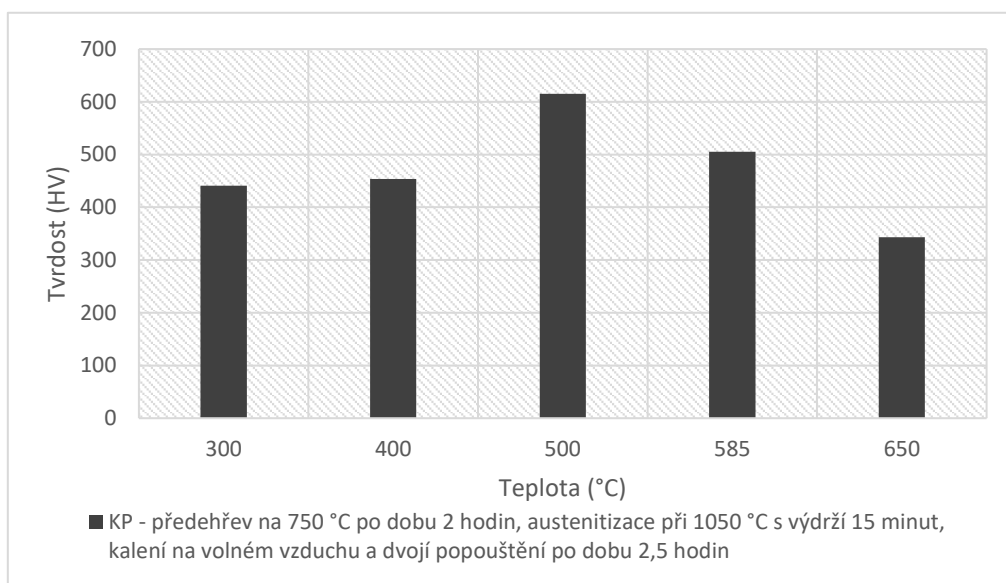


Obr. 57. Mikrostruktura SLM dílů, a) v tištěném stavu, b)-f) zušlechťeno (austenitizace při 1050 °C s předehřevem 750 °C, kaleno na vzduchu a dvakrát popouštěno při b) 300 °C, c) 400 °C, d) 500 °C, e) 585 °C, f) 650 °C.

Tvrdość

Dosahovaná tvrdość u vzorků z oceli H13 tištěné metodou SLM po austenitizaci při 1050 °C a dvojím popouštění při různých teplotách je zachycena na Obr. 58. Tvrdośći 441±8 HV je dosaženo při teplotě popouštění 300 °C a zvyšováním teploty dochází i k růstu tvrdośći. Maxima dosáhla při teplotě 500 °C, kdy tvrdość vzorku byla 615±2 HV. Tato tvrdość byla dosažena díky efektu zvané sekundární tvrdość. Příčinou tohoto jevu je sekundární

martenzitická transformace spojená s precipitací jemných karbidů. Dalším zvyšováním teploty už tvrdost rapidně klesá a nejnižší hodnoty 343 ± 13 HV dosahuje při teplotě popouštění 650 °C.



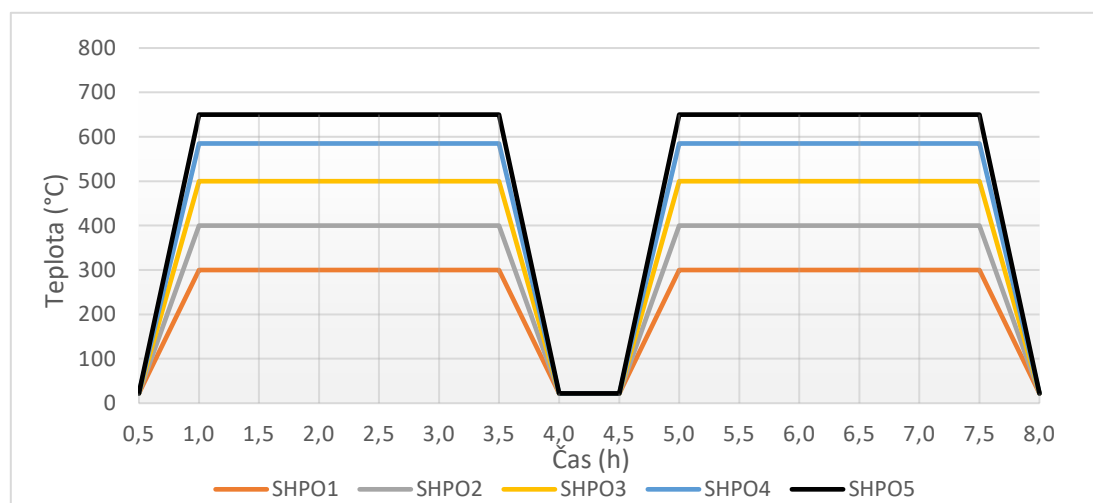
Obr. 58. Vývoj tvrdosti SLM dílů z oceli H13 na základě popouštěcí teploty.

6.7.2 Tepelně zpracované SLM díly režimem PO

Poslední režim byl označen jako PO a byl zvolen na základě dostupných výzkumů. Při tomto režimu byla zcela odstraněna operace austenitizace a kalení při tepelném zpracování a probíhalo pouze dvojité popouštění při různých teplotách po dobu 2,5 hodin přímo na tištěných vzorcích. Vzorky, které byly podrobeny tomuto režimu TZ jsou společně s teplotami popouštění uvedeny v Tab. 16 a průběh ohřevu je znázorněn na Obr. 59.

Tab. 16. Označení SLM vzorků po tepelném zpracování režimem PO.

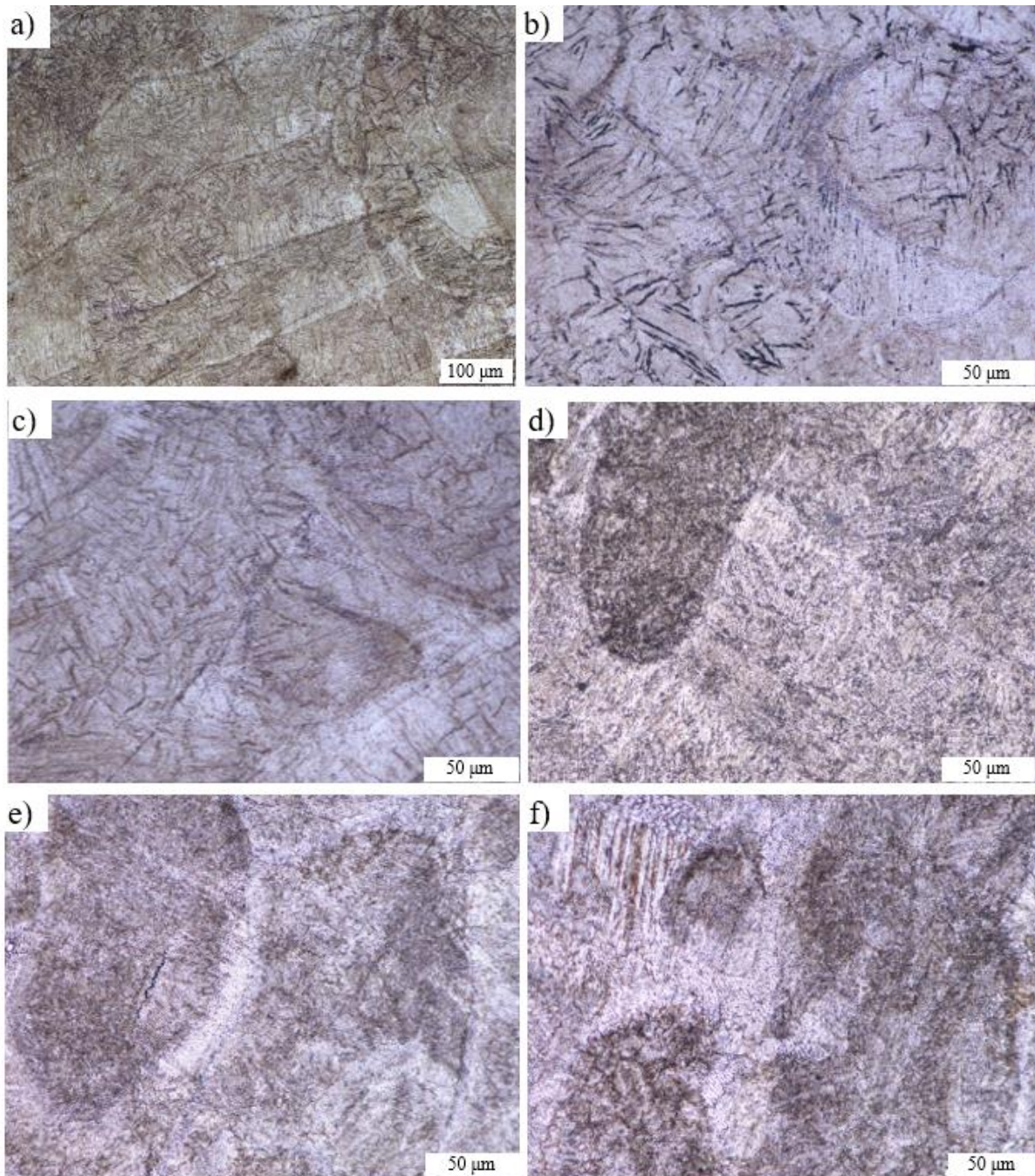
| Označení vzorku | Způsob TZ | Popouštěcí teplota (°C) |
|-----------------|---------------------------------|-------------------------|
| SHPO1 | Dvojitě popouštění (2,5 hodiny) | 300 |
| SHPO2 | | 400 |
| SHPO3 | | 500 |
| SHPO4 | | 585 |
| SHPO5 | | 650 |



Obr. 59. Proces tepelného zpracování – režim PO.

Metalografická analýza

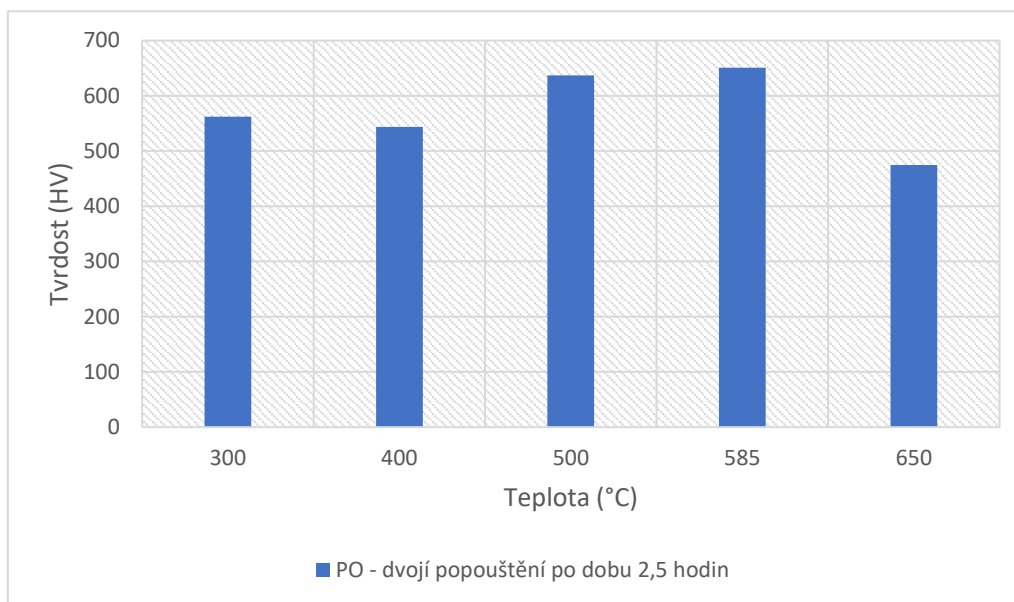
Obr. 60 vyobrazuje mikrostrukturu oceli zpracované technologií SLM v tištěném stavu a po tepelném zpracování pomocí dvojitého popouštění při teplotě 300–650 °C po dobu 2,5 hodin. Po všech zpracováních jsou na snímcích vidět stopy po tuhnutí lázně taveniny, které vytváří rovnoběžné pruhy a je patrný výrazný přechod mezi těmito oblastmi. Také je možné pozorovat buněčnou texturu uvnitř zřetelných stop. Při zvětšení 1000x bylo možné určit velikost buněk, která nepřesahovala velikost 2 μm, a tedy nebylo pozorováno žádné zjevné zhrubnutí mikrostruktury s porovnáním mikrostruktury tištěného stavu. Mikrostruktury se od sebe navzájem liší v množství percipovaných karbidů. Nicméně jsou natolik malé, že je nelze světelnou mikroskopií zkoumat.



Obr. 60. Mikrostruktura SLM dílů, a) v tištěném stavu, b)-f) dvakrát popouštěné při b) 300 °C, c) 400 °C, d) 500 °C, e) 585 °C, f) 650 °C.

Tvrдость

Obr. 61 ukazuje naměřené hodnoty tvrdosti oceli H13 tištěné metodou SLM po dvojitém popouštění při různých teplotách. Při teplotě popouštění 300 °C tvrdost dosahuje 562±4 HV a poté mírně klesá na hodnotu 544±4 HV. Dalším zvyšováním teploty tvrdost roste na hodnotu 637±4 HV a maxima dosahuje při teplotě 585 °C s hodnotou tvrdosti 651±2 HV. Mezi teplotami 500 °C a 585 °C je tedy možné zaznamenat efekt sekundární tvrdosti, kdy v oceli precipitují karbidy Cr, Mo, W a V, čímž se zbytkový austenit ochudí o legující prvky a uhlík. Následkem toho je možné zbytkový austenit přeměnit na martenzit, což navýšení tvrdost. Popouštění při teplotě 650 °C způsobuje měknutí matrice martenzitu v důsledku poklesu hustoty dislokací a odstranění vnitřního napětí a tvrdost tedy prudce klesá.



Obr. 61. Vývoj tvrdosti SLM dílů z oceli H13 na základě popouštěcí teploty.

7 Shrnutí a diskuse výsledků

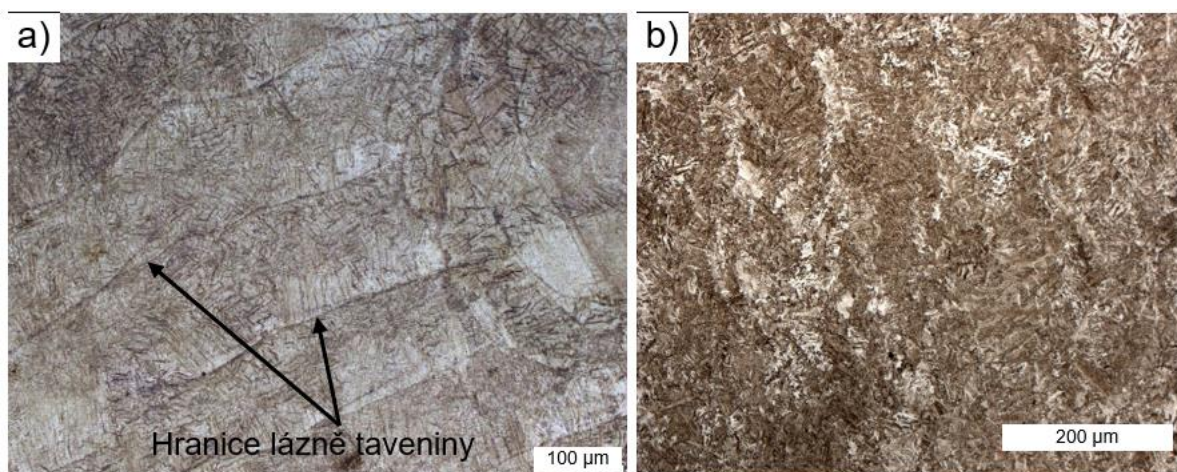
Úkolem zkoumání byla ocel AISI H13 používaná na výrobu nástrojů určených pro práci za tepla. V průběhu experimentu byly provedeny metalografické a fraktografické analýzy společně se zkouškami mechanických a tribologických vlastností. Analýzám a zkouškám byly podrobeny 3D tištěné vzorky, vyrobené technologiemi SLM, LMD a BMD, v tištěném a tepelně zpracovaném stavu. Aditivní vzorky doplnily konvenčně vyrobené a tepelně zpracované.

Základem experimentu byla světelná mikroskopie, díky které byly provedeny mikrostrukturní analýzy všech vzorků. Světelný mikroskop doplňuje řádkovací elektronový mikroskop pro detailnější zkoumání mikrostruktur a provedení fraktografických a EDS analýz. Po provedení tepelného zpracování byla na vzorcích měřena tvrdost dle Vickerse. Poté byla provedena zkouška rázem v ohybu pro určení vrubové houževnatosti vzorků. Zkoušky mechanických vlastností doplňovala provedená tribologická zkouška.

Na začátek experimentu bylo provedeno zkoumání vstupního materiálu. Ten byl dostupný pouze pro technologie SLM a LMD. U obou kovových prášků oceli H13 byla provedena EDS analýza, pomocí které bylo na několika místech určené chemické složení. U obou prášků odpovídalo chemické složení předepsanému složení udávané výrobcem. Při porovnání jednotlivých prášků se ukázalo, že jejich chemické složení se liší v obsahu Cr. Rozdíl 0,3 hm. % je však natolik malý, že neovlivnil vlastnosti oceli.

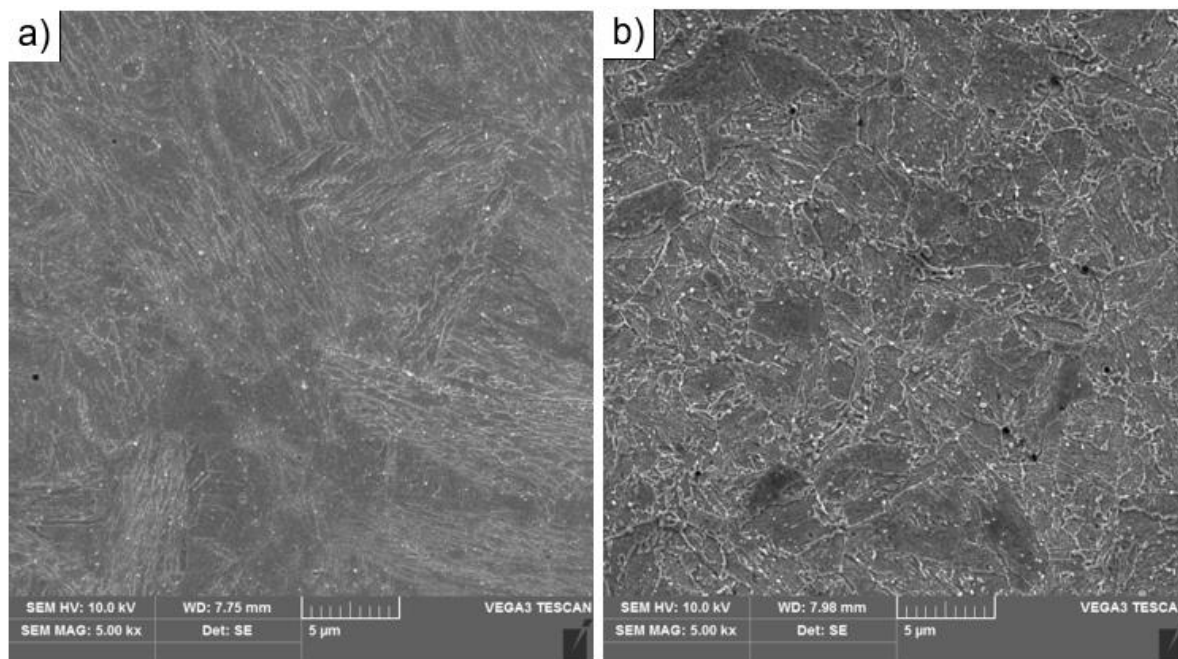
Po kontrole vstupního materiálu byla provedena metalografická analýza vzorků z oceli H13 ve stavu po tisku. Tento krok byl prováděn souběžně s P. Kubovcem, který měl za úkol ve své diplomové práci porovnat stejné metody 3D tisku kovu, jako tato diplomová práce, ale se vzorky ve stavu po tisku. Poté byly vybrány vzorky z oceli H13 tepelně zpracovány režimem nazvaný T, který obsahoval austenitizaci při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovalo kalení na volném vzduchu a trojí popouštění při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin. Následovala totožná analýza tepelně zpracovaných vzorků jako u vzorků v tištěném stavu.

U vzorků z oceli H13 tištěných metodami SLM i LMD došlo následkem výše popsaného tepelného zpracování k homogenizaci struktury. U metody SLM byly odstraněny stopy od lázně taveniny vytvořené pohybem laserového paprsku (viz Obr. 62). Současně s tím byla buněčná struktura tvořená laťkovým martenzitem, přeměněna na jehlicovitý a popouštěný martenzit stejně jako ve studii M. Yuan a kol. [34].



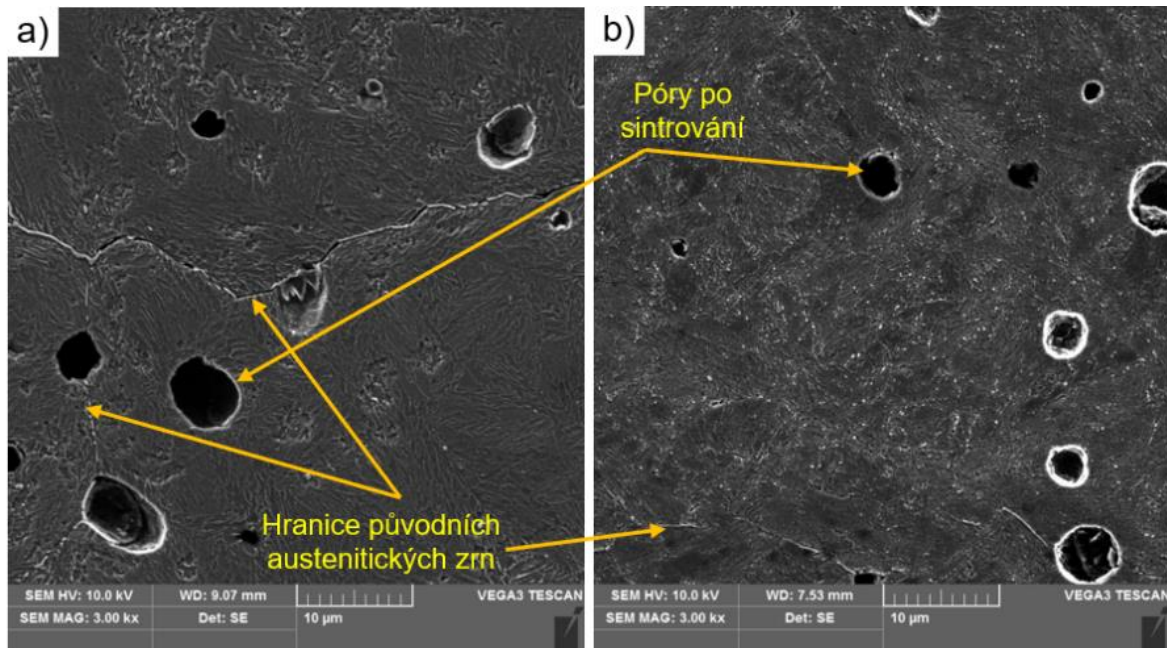
Obr. 62. Mikrostruktura SLM vzorků v tištěném (a) a tepelně zpracovaném (b) (austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) stavu.

U vzorků z oceli H13 po tisku metodou LMD byly pozorovány popuštěné zóny, které vznikly při průchodu laserového paprsku při pokládání další vrstvy. Strukturu tvořili střídající oblasti martenzitu, popuštěného martenzitu a menším podílem bainitu (viz Obr. 63 a). Tato nehomogenita struktury byla následkem tepelného zpracování odstraněna a strukturu tvořil pouze popuštěný martenzit a precipitované částice. Následkem tepelného zpracování došlo k precipitaci slitinových karbidů v matici materiálu a po hranicích původních austenitických zrn, kde tvořily řetězkové až spojitě karbidy (viz Obr. 63 b).



Obr. 63. Mikrostruktura LMD vzorků v tištěném (a) a tepelně zpracovaném (b) (austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) stavu.

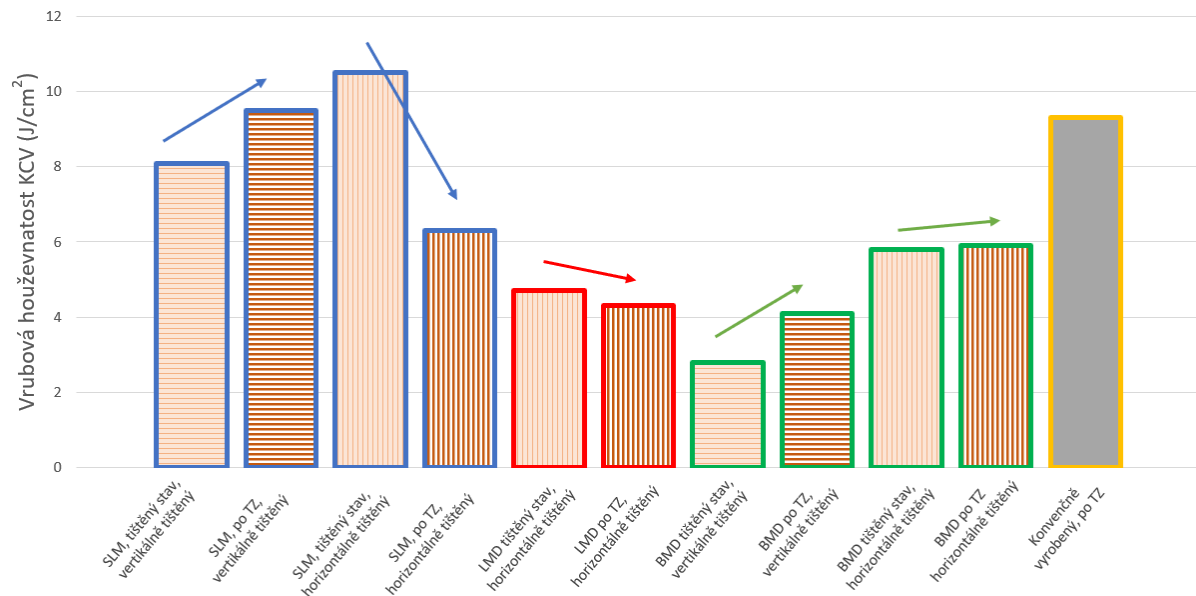
U dílů vyrobených metodou BMD z oceli H13 byla pozorována výrazně hrubší zrna oproti dílům vyrobených SLM a LMD. Velikost zrn u metody BMD, v tištěném i tepelně zpracovaném stavu, zpravidla přesahovaly velikost 70 µm. Oproti tištěnému stavu, díly po tepelném zpracování obsahovaly mnoho precipitovaných částic (viz Obr. 64). Ty byly na základě EDS analýzy určeny jako neroztavený kovový prášek. Po hranicích zrn segregovaly slitinové prvky. Dle EDS analýzy šlo především o prvky V a Mo. Díly vyrobené metodou BMD, oproti dílům vyrobených metodami SLM a LMD, obsahovaly vyšší množství neroztaveného prášku. To je zapříčiněno teplotou zpracování u metody BMD (teplota sintrování), která je nižší než teplota tání, které je využíváno u metod SLM a LMD.



Obr. 64. Mikrostruktura BMD vzorků v tištěném (a) a tepelně zpracovaném (b) (austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) stavu.

Jako první zkouška mechanických vlastností byla provedena zkouška rázem v ohybu. Zkouška byla provedena na vzorcích s V vrubem z oceli H13. Graf na Obr. 65 naznačuje, kdy došlo následkem tepelného zpracování tištěných dílů (po austenitizace při 1010 °C s výdrží na teplotě 2 hodiny, následovaná kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin) ke zvýšení nebo snížení vrubové houževnatosti KCV. Zmíněné tepelné zpracování zvýšilo hodnotu KCV u vertikálních SLM a BMD vzorků. Zatímco u horizontálních SLM a LMD vzorků došlo ke snížení KCV a u horizontálních BMD vzorků nedošlo prakticky k žádné změně. Nejvyšších hodnot KCV po tepelném zpracování dosahovaly vzorky SLM vertikálně tištěné (9,5 J/cm²) a konvenčně vyrobené (9,3 J/cm²), které byly totožně tepelně zpracovány jako aditivně vyrobené vzorky. Vyšších hodnot dosahovaly pouze horizontálně tištěné SLM vzorky v tištěném stavu, které dosáhly průměrné hodnoty KCV 10,5 J/cm².

Hodnoty vrubové houževnatosti velice ovlivnily vady vzniklé při tisku. Z grafu na Obr. 65 je možné pozorovat, že prakticky bezvadné vzorky vyrobené metodou SLM a konvenční cestou dosahují nejvyšších hodnot KCV. Oproti tomu vzorky vyrobené LMD a BMD metodou, u kterých byli pozorovány výrazné necelistvosti, dosahují průměrně polovičních hodnot.

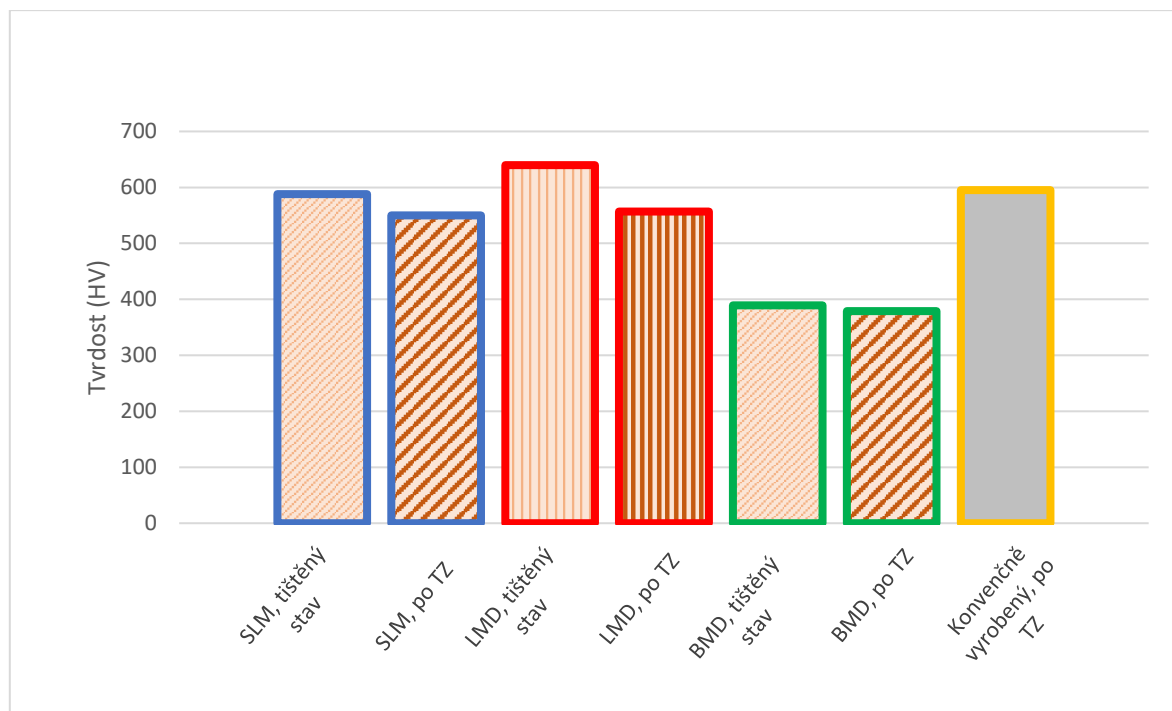


Obr. 65. Porovnání vrubové houževnatosti vzorků vyrobených z oceli H13 aditivními technologiemi a konvenčním způsobem. Vzorky jsou ve stavu tištěném nebo tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při teplotě 585 °C po dobu 2 hodin).

Další provedenou zkouškou mechanických vlastností byla zkouška tvrdosti dle Vickerse. Ta byla provedena na přeražených vzorcích ze zkoušky rázem v ohybu. Předpokládalo se, následkem tepelného zpracování (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin) dojde k navýšení tvrdosti vzorků. Při porovnání hodnot tvrdosti materiálu H13 po tisku a ve stavu tepelně zpracovaném, je však možné pozorovat mírný pokles hodnot tvrdosti u všech třech metod 3D tisku kovu (viz Obr. 66). Jak uvádí D. Masaylo, vyšší hodnoty tvrdosti u dílů ve stavu po tisku by mohlo mít za vinu akumulované vnitřní pnutí, které je následkem tepelného zpracování minimalizováno [55]. Přesněji pak z 588±4 HV klesla tvrdost SLM dílů následkem tepelného zpracování na hodnotu 550±6 HV. U LMD dílů tvrdost klesla z původních 640±22 HV na 557±12 HV. U BMD dílů byl pokles tvrdosti způsoben tepelným zpracováním minimální, kdy z 389±4 HV klesla na 379±1 HV [10].

Hodnoty tvrdosti u dílů vyrobených metodami SLM a LMD z oceli H13 v tištěném nebo zušlechtěném stavu dosahují srovnatelné a někdy i vyšší hodnoty při porovnání s konvenčně vyrobenou a zušlechtěnou ocelí H13. Vysoké hodnoty tvrdosti potvrzují martenzitickou strukturu, kterou zmíněné, aditivní vzorky vykazují. Zároveň je podobných hodnot dosahováno ve studiích M. Yuan a kol. a D. Masaylo a kol. [34] [55].

U dílů z oceli H13 vyrobených metodou BMD bylo v tištěném, ale i kaleném a popouštěném stavu naměřeno významně nižších hodnot tvrdosti oproti dílům vyrobených odlišnými metodami 3D tisku či konvenční cestou. Těmto nízkým hodnotám tvrdosti byla přisuzována vysoká pórovitost dílů a nesoudržnost jejich vrstev. Při provedení EDS analýzy, neroztavených částic prášku, však výsledek ukázal, že ocel neobsahuje deklarovaný obsah Mn, který zlepšuje prokalitelnost oceli. Z tohoto důvodu je nízká tvrdost BMD dílů po zušlechtění (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin) dávana za vinu špatnému chemickému složení výchozího materiálu a jejich vysoké pórovitosti a nesoudržnosti způsobené nedostatečnou teplotou sintrování.

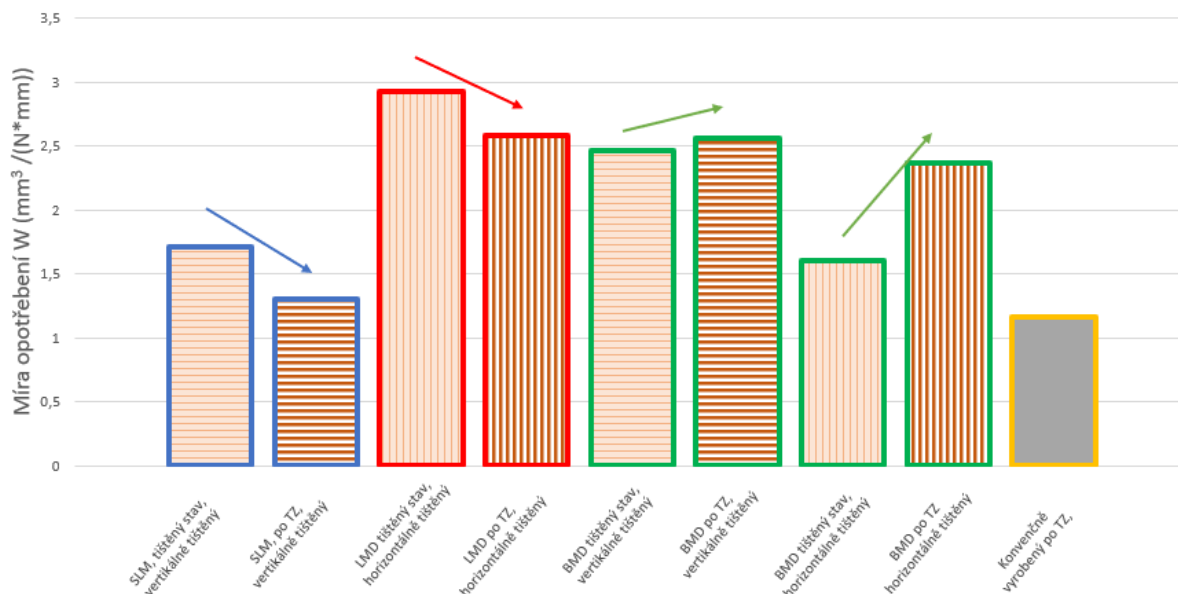


Obr. 66. Porovnání tvrdosti vzorků vyrobených z oceli H13 aditivními technologiemi a konvenčním způsobem. Vzorky jsou ve stavu tištěném nebo tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin).

Poslední zkoušku, která byla provedena na vzorcích zastupující všechny technologie 3D tisku, byla tribologická zkouška metodou Ball-on-disc. Tato zkouška měla za úkol zjistit odolnost materiálu proti opotřebení a byla provedena na aditivně vyrobených vzorcích v tištěném

i tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin) stavu a na vzorcích konvenčně vyrobených a tepelně zpracovaných stejným způsobem. Výsledky zkoušky ilustruje Obr. 67, kde je odolnost materiálu proti opotřebení vyjádřena pomocí míry opotřebení W (čím nižší hodnota W, tím má materiál vyšší odolnost proti opotřebení).

Předpokládalo se, že odolnost materiálu proti opotřebení se tepelným zpracováním zvýší. K tomu došlo pouze u vzorků vyrobených metodou SLM a LMD. Zároveň lze říci, že výsledky tribologických vlastností korelují s výsledky vrubové houževnatosti jako ve studii C. Chen a kol [27]. Ze všech tří zkoumaných metod měly díly vyrobené metodou SLM po austenitizaci při 1010 °C s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C nejvyšší odolnost proti opotřebení. Míra opotřebení W dosahovala hodnoty pouze $1,3 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$. Nižší hodnoty W dosahoval pouze tvářený (konvenční) a totožně zušlechtný vzorek.



Obr. 67. Porovnání míry opotřebení vzorků vyrobených z oceli H13 aditivními technologiemi a konvenčním způsobem. Vzorky jsou ve stavu tištěném nebo tepelně zpracovaném (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin).

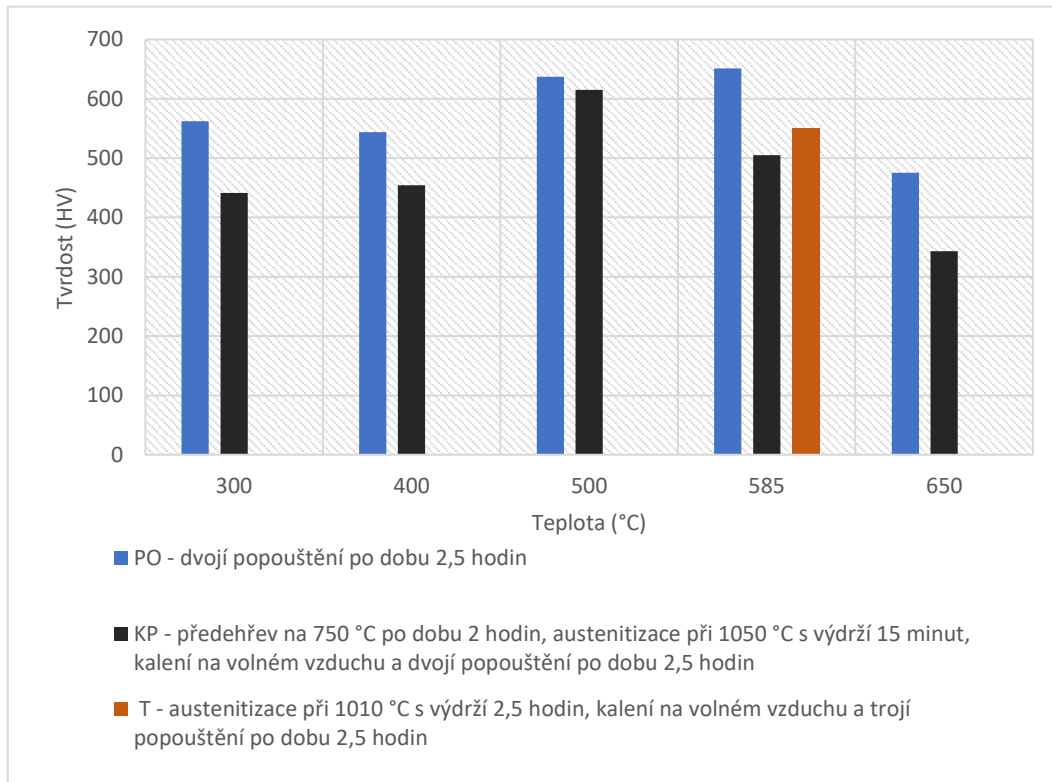
Na závěr experimentu byly vybrané vzorky z oceli H13 vyrobené technologií SLM podrobeny dvěma tepelným režimům. Režim označený jako KP zahrnoval předehřev na 750 °C po dobu 2 hodin, austenitizaci při 1050 °C s výdrží 15 minut, kalení na volném vzduchu a dvojí popouštění po dobu 2,5 hodin s teplotami 300, 400, 500, 585 a 650 °C. Režim označený jako PO pak jediný neobsahoval austenitizaci dílů. Vzorky ve stavu po tisku byly při tomto režimu pouze dvakrát popuštěny po dobu 2,5 hodin při teplotách 300, 400, 500, 585 a 650 °C.

Následkem tepelného zpracování, způsobem KP, došlo, stejně jako u režimu T, k odstranění stop od ztuhlé taveniny a zároveň byla buněčná struktura tvořená martenzitem zcela odstraněna a přeměněna na jehlicovitý martenzit s popuštěným martenzitem. Homogennější struktura oproti tištěnému stavu je pozorována u všech tepelně zpracovaných vzorků režimem KP. U vzorků popuštěných při teplotě 400 °C, 585 °C a 650 °C byla dobře vidět původní austenitická zrna následkem segregace částic po jejich hranicích.

Naproti tomu při tepelné zpracování způsobem PO následkem dvojitého popuštění vzorků po dobu 2,5 hodin (ve stavu po tisku) se významně nezměnila mikrostruktura ve srovnání s tištěným stavem. Mikrostruktura stále jeví stopy od ztuhlé lázně taveniny a buněčnou morfologii. Nebylo pozorováno žádné zjevné zhrubnutí mikrostruktury s porovnáním s mikrostrukturou tištěného stavu.

Na všech vzorcích zpracovaných režimy KP a PO bylo provedeno měření tvrdosti. Díky tomu mohly být vypracovány dva popouštěcí diagramy. Jejich sloučením a přidáním hodnoty tvrdosti vzorku zpracovaný režimem T vznikl graf, který porovnává tvrdosti jednotlivých vzorků (viz Obr. 68). Z tohoto grafu je možné určit, že vzorky z oceli H13 vyrobené metodou SLM, které byly pouze popuštěné, dosahovaly vyšší tvrdost než stejné vzorky, které byly kaleny a popuštěny. Důvodem může být vnitřní pnutí, které je v dílech akumulované a následkem austenitizace dochází k jeho uvolnění. Současně lze ze záznamu tvrdosti vzorků popuštěných při teplotě 585 °C možné usuzovat, že teplota austenitizace má na výslednou tvrdost významný vliv. Při teplotě popouštění 585 °C je možné vidět dosahované tvrdosti vzorků podrobených všem způsobům tepelného zpracování (režim T, KP i PO). Při teplotě austenitizace

1050 °C byla naměřena nejnižší tvrdost 505 HV. Zatímco při austenitizaci 1010 °C tvrdost dosahovala 550 HV a pokud byla austenitizace zcela odstraněna, tak tvrdost dosáhla hodnoty až 651 HV.



Obr. 68. Porovnání tvrdosti vzorků z oceli H13 vyrobených metodou SLM a tepelně zpracovány odlišnými způsoby.

8 Závěr

Aditivní výroba kovových součástí je stále inovativní a v posledních letech často používaná a dynamicky se rozvíjející technologie. Nicméně díky krátké době používání stále poskytuje prostor pro analýzy používaných materiálů, získaných mikrostruktur, mechanických vlastností a dokončovacích operací, jako je tepelné zpracování.

Cílem diplomové práce bylo určit, zda jsou postupy tepelného zpracování nástrojové oceli H13 používané u konvenční výroby použitelné na 3D tištěné díly vyrobené technologiemi SLM, DLMD a BMD. K tomu byla využita mikrostrukturní a fraktografická analýza vzorků v tištěném a tepelně zpracovaném stavu. Pro srovnání byla provedena mikrostrukturální analýza konvenčně zpracované nástrojové oceli H13 se stejným tepelným zpracováním jako u aditivně vyrobené. Zmíněné analýzy byly doplněny o zkoušky tribologických a mechanických vlastností, jako je tvrdost a vrubová houževnatost.

Na základě vypracovaných analýz bylo zjištěno, že použité tepelné zpracování (austenitizace při 1010 °C s výdrží 2 hodiny s následným kalením na volném vzduchu a trojím popouštěním při 585 °C po dobu 2 hodin) má spíše negativní výsledek na aditivně vyrobené díly. K tomuto závěru bylo přistupováno na základě výsledků zkoušky rázem v ohybu, zkoušky tvrdosti a tribologické zkoušky. Ty ukázaly, že tvrdost tištěných dílů z oceli H13 se zmíněným tepelným zpracováním vždy snížila. Nejvyšší hodnoty tvrdosti 553±4 HV po zmíněném tepelném zpracování dosahovaly vzorky vyrobené metodami SLM a DLMD. Vrubová houževnatost dílů se následkem tepelného zpracování zvýšila pouze u vertikálně tištěných SLM a BMD dílů. Zatímco u ostatních vzorků se hodnota snížila nebo ke změně nedošlo. Zmíněné tepelné zpracování zvýšilo hodnotu KCV u vertikálních SLM vzorků z hodnoty 8,1 J/cm² na 9,5 J/cm². Tato hodnota však nebyla ověřena více testy, a proto nemá zcela vypovídající hodnotu. Pozitivní dopad mělo tepelné zpracování na tribologické vlastnosti, kdy došlo ke zlepšení odolnosti proti opotřebení u dílů vyrobených technologiemi SLM a DLMD. Nicméně však konvenčně vyrobený a totožně tepelně zpracovaný materiál dosahoval vyšší odolnosti proti opotřebení.

Výsledky testů však značně zkresluje kvalita zpracování DLMD a BMD dílů. Díly vyrobené technologií DLMD vykazovaly značné množství pórů, které jsou vyplněny struskou a neroztaveným práškem, což naznačovalo špatně nastaveným parametrům při tisku vzorků. U dílů vyrobených metodou BMD byla pozorována nedostatečná koheze jednotlivých vrstev a housenek. Současně bylo analyzováno, že v oceli se nevyskytuje množství manganu, které deklaruje výrobce. Proto byly vzorky vyrobené metodami DLMD a BMD z dalšího zkoumání vyřazeny.

Pozitivní výsledek na tvrdost SLM dílů mělo použité jednokrokové tepelné zpracování, které se skládalo z dvojího popouštění při teplotách 300 °C až 585 °C po dobu 2,5 hodin. Při tomto zpracování dosahovala tvrdost SLM vzorků až 651 HV.

Pro další výzkum je doporučeno vyhodnocovat vliv tepelného zpracování až na vzorcích, které mají na základě mikrostrukturních analýz odladěné parametry 3D tisku.

9 Použitá literatura

- [1] 3DTECH. *Rapid prototyping*. [online]. [cit. 2022-12-02]. Dostupné z: <https://www.3dtech.cz/en/rapid-prototyping/>.
- [2] KADLECOVÁ, Andrea. *Analýza mikrostruktur získaných 3D tiskem*. Plzeň, 2019. Dostupné také z: https://dspace5.zcu.cz/bitstream/11025/38992/1/DP_Kadlecova_A_2019.pdf. Diplomová práce. ZČU. Vedoucí práce Ludmila Kučerová.
- [3] VESELÝ, Daniel. *Možnosti snižování vnitřního napětí aditivně vyráběných kovových komponent*. Plzeň, 2022. Dostupné také z: <http://hdl.handle.net/11025/49300>. Diplomová práce. ZČU. Vedoucí práce Ivana Zetková.
- [4] PAUKOVIČ, Martin. *Možnosti výroby forem pomocí aditivních technologií*. Zlín, 2020. Dostupné také z: https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/49441/paukovi%20_2020_dp.pdf?sequence=1. Bakalářská práce. UTB. Vedoucí práce Jakub Huba.
- [5] DESKOP METAL. *Deep Dive: Bound Metal Deposition (BMD)*. [online]. [cit. 2022-12-02]. Dostupné z: <https://www.desktopmetal.com/resources/deep-dive-bmd>.
- [6] LEVESQUE, Jasmine N., Ajay SHAH, Seper EKHTIARI, James R. YAN, Patrick THORNLEY a další. Three-dimensional printing in orthopaedic surgery: a scoping review. *EFORT Open Reviews*. 2020, 5(7), 430-441. ISSN 2396-7544. Dostupné z: doi:10.1302/2058-5241.5.190024.
- [7] ZETKOVÁ, Ivana. *Problematika výroby strojních kovových součástí 3D tiskem*. 2017. Dostupné také z: <https://dspace5.zcu.cz/handle/11025/28412>. Disertační práce. ZČU. Vedoucí práce Jiří Česánek.
- [8] KHALID, Marwan. *Investigation of Additive Manufacturing Process Parameters for Sustainability to Optimize Energy and Material Consumption*. 2020. Dostupné také z: https://mspace.lib.umanitoba.ca/bitstream/handle/1993/35161/Khalid_Marwan.pdf?sequence=1. Diplomová práce. The University of Manitoba.
- [9] GE ADDITIVE. *Direct Metal Laser Melting*. [online]. [cit. 2022-12-02]. Dostupné z: <https://www.ge.com/additive/direct-metal-laser-melting>.
- [10] KUBOVEC, Pavel. *Porovnání vlastností kovových dílů vyrobených různými aditivními technologiemi*. Plzeň, 2023.
- [11] GHARBI, Myriam, Patrice PEYRE, Cyril GORNY, Muriel CARIN, Simon MORVILLE a další. Influence of various process conditions on surface finishes induced by the direct metal deposition laser technique on a Ti–6Al–4V alloy. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2013, 213(5), 791-800 [cit. 2022-12-04]. ISSN 09240136. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.11.015.
- [12] MAZZARISI, Marco, Vito ERRICO, Andrea ANGELASTRO a Sabina Luisa CAMPANELLI. Influence of standoff distance and laser defocusing distance on direct laser metal deposition of a nickel-based superalloy. *The International Journal of*

- Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2022, **120**(3-4), 2407-2428 [cit. 202-12-08n. 1.0]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-022-08945-3.
- [13] JKZ. W. NR. 1.2344. [online]. [cit. 2022-12-05]. Dostupné z: <https://www.jkz.cz/cs/produkty/nastrojove-oceli/na-vyrobu-forem/w-nr-12344/>.
- [14] TOOLSTEEL. 1.2344 / X40CRMOV5-1 / 19554 / H13 / TLH. [online]. [cit. 2022-12-05]. Dostupné z: <http://toolsteel.cz/1-2344-x40crmov5-1-19554-h13-tlh/>.
- [15] WATSON, Alexander J. *Development and Characterization of Bound Metal Deposition Including Laser Ablation*. 2022. Dostupné také z: <https://digitalcommons.library.umaine.edu/etd/3576..> Diplomová práce. University of Maine. Vedoucí práce Brett Ellis.
- [16] METAL3D. *Metal 3D printing*. [online]. [cit. 2022-12-05]. Dostupné z: <https://www.metal3d.gr/en/metal3d>.
- [17] SAVRAI, R.A., D.V. TOPOROVA a T.M. BYKOVA. Improving the quality of AISI H13 tool steel produced by selective laser melting. *Optics & Laser Technology* [online]. 2022, **152** [cit. 2022-12-05]. ISSN 00303992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2022.108128.
- [18] SUN, Yiwei, Jialong WANG, Menglin LI, Yuxuan WANG, Changhao LI, Ting DAI, Menglong HAO a Hui DING. Thermal and mechanical properties of selective laser melted and heat treated H13 hot work tool steel. *Materials & Design* [online]. 2022, **224** [cit. 2022-12-05]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2022.111295.
- [19] YANG, Li, Keng HSU, Brian BAUGHMAN, Donald GODFREY, Francisco MEDINA, Mamballykalathil MENON a Soeren WIENER. *Additive manufacturing of metals: the technology, materials, design and production*. [Cham]: Springer International Publishing, [2017]. Series in advanced manufacturing (Springer). ISBN isbn978-3-319-55127-2.
- [20] PERSSON, George. *Process development for H13 tool steel powder in binder jet process*. Švédsko, 2020. Dostupné také z: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:1441005/FULLTEXT01.pdf>. Studentský projekt. Högskolan i Gävle. Vedoucí práce Patrus Athir.
- [21] REN, Yaojia, Hong WU, Bin LIU, Yong LIU, Sheng GUO a další. A comparative study on microstructure, nanomechanical and corrosion behaviors of AlCoCuFeNi high entropy alloys fabricated by selective laser melting and laser metal deposition. *Journal of Materials Science & Technology* [online]. 2022, **131**, 221-230 [cit. 2022-12-06]. ISSN 10050302. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmst.2022.05.035.
- [22] CHADHA, Kanwal, Yuan TIAN, Kuda NYAMUCHIWA, John SPRAY a Clodualdo ARANAS. Austenite transformation during deformation of additively manufactured H13 tool steel. *Materials Today Communications* [online]. 2022, **33** [cit. 2023-05-19]. ISSN 23524928. Dostupné z: doi:10.1016/j.mtcomm.2022.104332.
- [23] TRUMF. *Navarování jako aditivní výrobní postup*. [online]. [cit. 2022-12-07]. Dostupné z: https://www.trumpf.com/cs_CZ/pouziti/aditivni-vyroba/laser-metaldeposition-lmd/.

- [24] DI POMPEO, Valerio, Alberto SANTONI, Eleonora SANTECCHIA a Stefano SPIGARELLI. On the Short-Term Creep Response at 482 °C (900 °F) of the 17-4PH Steel Produced by Bound Metal Deposition. *Metals* [online]. 2022, **12**(3) [cit. 2022-12-06]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met12030477.
- [25] STANISLAV, Jiří. *Optimální postupy tepelného zpracování materiálů pro práci za tepla*. Hradec nad Moravicí, 2009. Dostupné také z: <https://docplayer.cz/28198934-Optimalni-postupy-tepelneho-zpracovani-materialu-pro-praci-za-tepla-jiri-stanislav.html>.
- [26] PELLIZZARI, Massimo, Daniel MASSIGNANI, Sasan AMIRABDOLLAHIAN a Faraz DEIRMINA. Thermal Fatigue Behavior of AISI H13 Hot Work Tool Steel Produced by Direct Laser Metal Deposition. *Steel research international* [online]. 2021, **94**(4) [cit. 2023-05-19]. ISSN 1611-3683. Dostupné z: doi:10.1002/srin.202200449.
- [27] CHEN, ChangJun, Kai YAN, Lanlan QIN, Min ZHANG, Xiaonan WANG a další. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Laser Additively Manufactured AISI H13 Tool Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance* [online]. 2017, **26**(11), 5577-5589 [cit. 2023-05-19]. ISSN 1059-9495. Dostupné z: doi:10.1007/s11665-017-2992-0.
- [28] TOTTEN, George E. *Steel heat treatment: metallurgy and technologies*. 2nd ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2007. Steel heat treatment handbook. ISBN 978-0-8493-8452-3. DESKOP METAL. *316L v.2. Stainless Steel* [online]. Deskop Metal, 2022 [cit. 2023-05-19]. Dostupné z: <https://www.desktopmetal.com/uploads/BMD-MDS-316L-v2-221129.pdf>.
- [29] BOHDAN BOLZANO. *Zpracování nástrojových ocelí: Tváření a tepelné zpracování* [online]. Kladno: Bohdan Bolzano, 2020 [cit. 2023-05-19]. Dostupné z: https://bbolzano.cz/assets/files/TP/Nastrojove_oceli/MOP_Zpracovani%20nastrojovych_%20oceli.pdf.
- [30] PORTAL CVUT. *Vlastnosti nástrojových ocelí*. [online]. [cit. 2023-02-20]. Dostupné z: <https://portal.cvut.cz/wp-content/uploads/2017/04/HP2005-30b.pdf>.
- [31] DEIRMINA, Faraz, Nicola PEGHINI, Bandar ALMANGOUR, Dariusz GRZESIAK a Massimo PELLIZZARI. Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2019, **753**, 109-121 [cit. 2023-05-19]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2019.03.027.
- [32] DESKOP METAL. *H13 v.2. Tool Steel* [online]. Deskop Metal, 2022 [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: https://www.desktopmetal.com/uploads/BMD-SPC-MDS-H13-220511_b.pdf.
- [33] ROBERTS, George Adam, Richard KENNEDY a George KRAUSS. *Tool Steels* [online]. 5.vyd. USA: ASM International, 1998, 364 s. [cit. 2023-05-19]. ISBN 0-87170-599-0. Dostupné z: https://books.google.cz/books?id=ScphevR_eP8C&pg=PA35&hl=cs&source=gbs_selected_pages&cad=2#v=onepage&q&f=false.

- [34] YUAN, Miwen, Yu CAO, Seshendra KARAMCHEDU, Seyed HOSSEINI, Yiming YAO a DALŠÍ. Characteristics of a modified H13 hot-work tool steel fabricated by means of laser beam powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2022, **831** [cit. 2023-05-15]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2021.142322.
- [35] OVÁDEK, Jindřich. *Konformní chlazení permanentních forem v technologii lití kovů pod tlakem*. České Budějovice, 2018. Dostupné také z: https://is.vstecb.cz/th/p6109/Bakalarska_prace_-_Konformni_chlazení_permanentnich_forem_v_technologii_liti_kovu_pod_tlakem.pdf. Bakalářská práce. VŠTE. Vedoucí práce Ján Majerník.
- [36] DEK. *Vše, co potřebujete vědět o nástrojové oceli H13*. [online]. Shenzhen DEK Manufacturing Co, 2020 [cit. 2023-05-15]. Dostupné z: <https://www.dekmake.com/cs/v%C5%A1e%2C-co-pot%C5%99ebujete-v%C4%9Bd%C4%9Bt-o-n%C3%A1strojov%C3%A9-oceli-h13/>.
- [37] ISO/ASTM 52900: Additive manufacturing - General principles - Terminology. 2021. Dostupné také z: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-astm:52900:dis:ed-2:v1:en>.
- [38] WELLS, M. G. H. *Encyclopaedia of Materials Science and Engineering*. Oxford: Pergamon Press, 1986. ISBN 978-0080361963.
- [39] ZHANG, Qi, Jiawen XIE, Zhenyuan GAO, Tyler LONDON, David GRIFFITHS a Victor OANCEA. A metallurgical phase transformation framework applied to SLM additive manufacturing processes. *Materials & Design* [online]. 2019, **166** [cit. 2023-05-15]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2019.107618.
- [40] HYSPECKÁ, Klára. *Mechanické vlastnosti materiálů připravovaných pomocí procesů SLM*. Brno, 2019. Dostupné také z: https://theses.cz/id/wys4p4/DP-2019-Klara_Hyspecka.pdf. Diplomová práce. VUT v Brně. Vedoucí práce Libor Pantělejev.
- [41] KŘÍŽ, Antonín, Olga BLÁHOVÁ, Jiří HÁJEK, Petr BENEŠ, Pavla FIŠEROVÁ a další. *Prášková metalurgie* [online]. Plzeň: ZČU, b.r. [cit. 2023-05-15]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/praskova_metalurgie.pdf.
- [42] DEBROY, T., H.L. WEI, J.S. ZUBACK, T. MUKHERJEE, J.W. ELMER a další . Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science* [online]. 2018, **92**, 112-224 [cit. 2023-05-15]. ISSN 00796425. Dostupné z: doi:10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [43] KIMURA, Takahiro, Takayuki NAKAMOTO, Tomoatsu OZAKI, Takao MIKI, Isao MURAKAMI a další . Microstructural development and aging behavior of Al–Cr–Zr heat-resistant alloy fabricated using laser powder bed fusion. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2021, **15**, 4193-4207 [cit. 2023-05-15]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2021.10.027.
- [44] FONSECA, Eduardo B., André H.G. GABRIEL, Luana C. ARAÚJO, Pedro L.L. SANTOS, Kaio N. CAMPO a další . Assessment of laser power and scan speed influence on microstructural features and consolidation of AISI H13 tool steel processed by additive manufacturing. *Additive Manufacturing* [online]. 2020, **34** [cit. 2023-05-15]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2020.101250.

- [45] REN, Bo, Dehong LU, Rong ZHOU, Zhenhua LI a Jieren GUAN. Preparation and mechanical properties of selective laser melted H13 steel. *Journal of Materials Research* [online]. 2019, **34**(08), 1415-1425 [cit. 2023-05-15]. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/jmr.2019.10.
- [46] WANG, Jintao, Shouping LIU, Yunpeng FANG a Zhongrui HE. A short review on selective laser melting of H13 steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2020, **108**(7-8), 2453-2466 [cit. 2023-05-15]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-020-05584-4.
- [47] HUBER, Florian, Corinna BISCHOF, Oliver HENTSCHEL, Johannes HEBERLE, Julian ZETTL a další . Laser beam melting and heat-treatment of 1.2343 (AISI H11) tool steel – microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2019, **742**, 109-115 [cit. 2023-05-15]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2018.11.001.
- [48] BRANDT, Milan. *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies and Applications*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2016. ISBN 9780081004333.
- [49] YANDROITSEV, Igor, Ina YADROITSAVA, Anton DU PLESSIS a Eric MACDONALD. *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals*. Amsterdam: Elsevier, 2021, 676 s. ISBN 9780128240908.
- [50] LION. *H13 nástrojová ocel pro práci za tepla*. [online]. Shanghai: Shanghai Lion Metal Co., 2018 [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: <https://www.shlionmetal.com/cs/products/mold-steel/h13-hot-work-tool-steel/>.
- [51] BENDA, Alexandr. *Mikrostrukturní a únavové charakteristiky oceli AISI 316L připravené 3D tiskem* [online]. Ostrava, 2019 [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10084/136526>. Diplomová práce. VŠB-TUO v Ostravě. Vedoucí práce Martin Kraus.
- [52] CHEN, Hongyu, Dongdong GU, Donghua DAI, Chenglong MA a Mujian XIA. Microstructure and composition homogeneity, tensile property, and underlying thermal physical mechanism of selective laser melting tool steel parts. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2017, **682**, 279-289 [cit. 2023-05-18]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2016.11.047.
- [53] Fanuc robot: 4kw laser. In: *BUBENLASER* [online]. n.d. [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: <https://www.bubenlaser-en.com/fanuc-robot-4-kw-laser>.
- [54] BRAGA, V., R.H.M. SIQUEIRA, I. ATILIO, R. MANSUR, D. VIEIRA a další. Microstructural and mechanical aspects of laser metal deposited H13 powder for die repair. *Materials Today Communications* [online]. 2021, **29** [cit. 2023-05-18]. ISSN 23524928. Dostupné z: doi:10.1016/j.mtcomm.2021.102945.
- [55] MASAYLO, Dmitriy, Sergei IGOSHIN, Anatoly POPOVICH, Alexey ORLOV, Artem KIM a další. Microstructural and Hardness Behavior of H13 Tool Steel Manufactured by Ultrasound-Assisted Laser-Directed Energy Deposition. *Metals* [online]. 2022, **12**(3) [cit. 2023-05-18]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met12030450.

- [56] MAZUMDER, J., J. CHOI, K. NAGARATHNAM, J. KOCH a D. HETZNER. The direct metal deposition of H13 tool steel for 3-D components. *JOM* [online]. 1997, **49**(5), 55-60 [cit. 2023-05-18]. ISSN 1047-4838. Dostupné z: doi:10.1007/BF02914687.
- [57] TROJAN, Karel, Václav OCELÍK, Jiří ČAPEK, Jaroslav ČECH, David CANELO-YUBERO a další. Microstructure and Mechanical Properties of Laser Additive Manufactured H13 Tool Steel. *Metals* [online]. 2022, **12**(2) [cit. 2023-05-18]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met12020243.
- [58] SANTHOSHSARANG, D. M., K. DIVYA, Gururaj TELASANG, S. SOUNDARAPANDIAN, Ravi BATHE a další. Additively Manufactured High-Performance Conformally Cooled H13 Tool Steel Die Insert for Pressure Die Casting. *Transactions of the Indian National Academy of Engineering* [online]. 2021, **6**(4), 1037-1048 [cit. 2023-05-18]. ISSN 2662-5415. Dostupné z: doi:10.1007/s41403-021-00233-y.
- [59] KOPELIOVICH, Dmitri. Sintering of ceramics. *SubsTech: Substances & Technologies* [online]. SubsTech, n.d. [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=sintering_of_ceramics.
- [60] WANG, Fuji, Siyao YOU, Dayue JIANG a Fuda NING. Study on sintering mechanism for extrusion-based additive manufacturing of stainless steel through molecular dynamics simulation. *Additive Manufacturing* [online]. 2022, **58** [cit. 2023-05-18]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2022.102991.
- [61] FOLTÝNEK, Jaroslav. *Prášková metalurgie a základy procesu slinování*. Brno, 2011. Dostupné také z: <https://core.ac.uk/download/pdf/30292033.pdf>. Bakalářská práce. VUT v Brně. Vedoucí práce Ladislav Čelko.
- [62] GABILONDO, Maitane, Xabier CEARSOLO, Mario ARRUE a Francisco CASTRO. Influence of Build Orientation, Chamber Temperature and Infill Pattern on Mechanical Properties of 316L Parts Manufactured by Bound Metal Deposition. *Materials* [online]. 2022, **15**(3) [cit. 2023-05-18]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15031183.
- [63] LKALLOY. *H13 tepelné zpracování nástrojové oceli* [online]. Čína: LKALLOY, 2020 [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: <https://lkalloy.com/cs/h13-tool-steel-heat-treatment/>.
- [64] MEDUNA VAUKOVÁ KALÍRNA S.R.O. *Zušlechtování* [online]. Pardubice: MEDUNA vakuová kalírna, 2020 [cit. 2023-05-19]. Dostupné z: <https://www.kalirna.cz/cz/sluzby/75-zuslechtovani.html>.
- [65] W. R, Prudente, Jefferson Fabrício C. LINS, Siqueira R. P., Priscila S. N. MENDES a Rodrigo E. PEREIRA. Microstructural evolution under tempering heat treatment in AISI H13 hot-work tool steel. *International Journal of Engineering Research and Applications* [online]. 2017, **07**(04), 67-71 [cit. 2023-05-22]. ISSN 22489622. Dostupné z: doi:10.9790/9622-0704046771.
- [66] VOORT, George V. *Revealing the Microstructure of Tool Steels*. [online]. Vac Aero, 2012, 15.3.2012 [cit. 2023-05-22]. Dostupné z: <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1174-revealing-the-microstructure-of-tool-steels.html>.

- [67] HÖGANÄS. *Metal powders for serial production of Additive Manufacturing components* [online]. Švédsko: Höganäs AB, 2016 [cit. 2023-05-19]. Dostupné z: https://www.hoganas.com/globalassets/downloads/sp/library/additive-manufacturing_am-h13-sieve-code-5_1758hog.pdf?mode=regular.
- [68] HUDSON. *H13 Tool Steel* [online]. USA: Hudson, Tool Steel Corporation, 2023 [cit. 2023-05-19]. Dostupné z: <https://hudsontoolsteel.com/technical-data/steelH3>.
- [69] SLM SOLUTIONS. *Tool Steel 1.2344/ A681 H13/ H13* [online]. Německo: SLM Solutions Group, n.d. [cit. 2023-05-19]. Dostupné z: https://www.slm-solutions.com/fileadmin/Content/Powder/MDS/MDS_Fe-Alloy_H13_0219_EN.pdf.
- [70] YADAV, S., K. DILEEP, A. N. JINOOP, C. P. PAUL a A. K. RAI. Laser Directed Energy Deposition of High-Carbon High-Chromium D2 Tool Steel Structures: Processing, Heat Treatment and Material Behavior. *Journal of Materials Engineering and Performance* [online]. 2022 [cit. 2023-05-21]. ISSN 1059-9495. Dostupné z: doi:10.1007/s11665-022-07470-4.
- [71] NARVAN, Morteza, Kassim S. AL-RUBAIE a Mohamed ELBESTAWI. *Process-Structure-Property Relationships of AISI H13 Tool Steel Processed with Selective Laser Melting. Materials*. [online]. 2019, 12(14) [cit. 2023-05-15]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma12142284.
- [72] DESKOP METAL. *316L v.2. Stainless Steel* [online]. Desktop Metal, 2022 [cit. 2023-05-20]. Dostupné z: <https://www.desktopmetal.com/uploads/BMD-MDS-316L-v2-221129.pdf>.
- [73] BODYCOTE. *Izostatické lisování za tepla*. [online]. Bodycote, 2023 [cit. 2023-05-20]. Dostupné z: <https://www.bodycote.com/cs/sluzby/hipovani-hot-isostatic-pressing-hip/>.