ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Lokální mechanické vlastnosti kovových materiálů vyrobených aditivními technologiemi

Bc. Daniel MELZER Autor:

Vedoucí práce: Doc. Ing. Ján DŽUGAN, Ph.D.

Akademický rok 2018/2019

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI Fakulta strojní Akademický rok: 2018/2019

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení:	Bc. Daniel MELZER
Osobní číslo:	S17N0047P
Studijní program:	N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie
Název tématu:	Lokální mechanické vlastnosti kovových materiálů vyrobených aditivními technologiemi.

Zadávající katedra: Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Zásady pro vypracování:

- 1. Úvod do aditivních technologií.
- 2. Měření mechanických vlastností s využitím miniaturních zkušebních vzorků (tah, zkouška rázem v ohybu, lomová mechanika).
- 3. Metalografická analýza materiálů vytvářených pomocí aditivních technologií (mikro, makro).
- 4. Provedení zkoušek experimentální výsledky (zkouška tahem, případně zkoušky vrubové a lomové houževnatosti).
- 5. Fraktografie vzorků .
- 6. Vyhodnocení výsledků, porovnání výsledků.
- 7. Diskuse výsledků.
- 8. Závěr.

Rozsah grafických prací:fotodokumentace, obrázkyRozsah kvalifikační práce:50-60 stranForma zpracování diplomové práce:tištěná/elektronickáSeznam odborné literatury:

Skálová, J., Kovařík, R., Benedikt, V.: Základní zkoušky kovových materiálů. ZČU Plzeň

Laser Additive Manufacturing -Materials, Design, Technologies, and Applications, A volume in Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials, Edited by:Milan Brandt ISBN: 978-0-08-100433-3

Titanium Powder Metallurgy, Science, Technology and Applications, Edited by:Ma Qian and Francis H Froes, ISBN: 978-0-12-800054-0

ASTM STP1329 Small Specimen Test Techniques, ASTM 1998

ASTM STP1418 Small Specimen Test Techniques: Fourth Volume, ASTM 2002

STP1502 Small Specimen Test Techniques: 5th Volume, 2009

Vedoucí diplomové práce:

Konzultant diplomové práce:

Doc. Ing. Jan Džugan, Ph.D. COMTES FHT, a. s. Ing. David Bricín Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání diplomové práce: Termín odevzdání diplomové práce:

5. října 2018 24. května 2019

Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D. děkan

V Plzni dne 30. října 2018



Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž 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 bakalářskou/diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské/diplomové práce.

V Plzni dne:

podpis autora

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval společnosti COMTES FHT a.s. za poskytnutí všech potřebných odborných znalostí a umožnění vypracování této diplomové práce. Především pak velký dík patří všem zaměstnancům, kteří mi ochotně a trpělivě pomáhali a radili při provádění samotných experimentů. Děkuji také své rodině, která mi byla oporou a díky níž mi bylo umožněno dokončit mé vysokoškolské studium.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Melzer		Jméno Daniel	
STUDIJNÍ OBOR	N2301 Strojní inženýrství			í
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Jméno Doc. Ing. Džugan, Ph.D. Ján			Jméno Ján
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ BAKALÁŘSKÁ Nehodící s škrtněte			
NÁZEV PRÁCE	Lokální mechanické vlastnosti kovových materiálů vyrobených aditivními technologiemi			

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

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM 72	TEXT	OVÁ ČÁST	58	GRAFICKÁ ČÁST	14
-----------	------	----------	----	------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Tato diplomová práce se zabývá hodnocením mechanického chování aditivně vyrobených kovových vzorků pomocí procesů SLM a SEBM. Hlavním cílem je provedení mechanických zkoušek s využitím miniaturních zkušebních těles, pro posouzení lokálních vlastností. Tyto zkoušky jsou doplněny hodnocením lomových ploch a hodnocením vlivu procesních parametrů na dosažené vlastnosti.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Aditivní Technologie, Selektivní Laserové Tavení, Selektivní Elektronové Tavení, Mechanické zkoušení, Miniaturní vzorky, Fracture Locus

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Melzer		Ι	Name Daniel
FIELD OF STUDY	N2301 Mechanical Engineering			ring
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees)NameDoc. Ing. Džugan, Ph.D.Ján			Name Ján
INSTITUTION	ZČU – FST – KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA BACHELOR Deleted are applicabl			Deleted are not applicable
TITLE OF THE WORK	Local mechanical properties of metallic materials produced by additive manufacturing			

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	72	TEXT PART	58	GRAPHICAL PART	14
---------	----	-----------	----	-------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This thesis deals with evaluation of local mechanical behaviour of additively processed metallic materials by SLM and SEBM processes. Main goal is to perform mechanical tests with using of miniaturized specimens, to assess local properties. Mechanical tests are supported by fractography and evaluation of processing parameters effect on behaviour.		
KEY WORDS	Additive manufacturing, Selective laser melting, Selective Electron Beam Melting, Mechanical testing, Miniaturized samples, Fracture locus		

Obsah

1	Úvoc	d	1
2	Úvoc	d do aditivních technologií	2
	2.1 H	Powder Bed Fusion systémy (PBF)	
	2.1.1	l Princip	
	2.1.2	2 Vstupní materiál	5
	2.1.3	3 SLM	б
	2.1	1.3.1 Parametry procesu SLM	7
	2.1	1.3.2 Vliv procesních parametrů na tavnou lázeň	
	2.1.4	4 SEBM	
3 lo	Měře mová m	ení mechanických vlastností s využitím miniaturních zkušebních vzorků nechanika)	i (tah, 12
	3.1 N	Miniaturní zkouška tahem	
	3.1.1	l Podstata zkoušky	
	3.1.2	2 Miniaturizované tahové testy aditivních výrobků	14
	3.2 I	Lomová mechanika	16
	3.2.1	I J-integrál	16
	3.2.2	2 J-R křivka	17
	3.2.3	3 Vliv velikosti tělesa na J-R křivku lomové houževnatosti	
4	Fract	ture locus	
5	Meta	alografická analýza materiálů vytvářených pomocí aditivních technolog	ií (mikro,
m	akro)		
	5.1 N	Mikrostrukturní analýza	
	5.2 H	Porózita a defekty aditivních výrobků	
	5.2.1	l Příčiny vzniku defektů	
	5.2.2	2 Metalografická analýza defektů	
	5.2.3	BSD analýza	
6	Návr	rh experimentálního programu	
7	Expe	erimentální materiál	
	7.1 (Ocel H13	
	7.2 I	Inconel 718	
8	Prov	vedení mechanických zkoušek	
	8.1 F	Příprava zkušebních vzorků - H13	
	8.2 F	Příprava zkušebních vzorků - Inconel 718	
	8.3 N	Mechanické zkoušky H13	
	8.3.1	l Zkoušky tahem	
	8.3.2	2 Zkoušky tlakem	
	8.3.3	3 Zkoušky SPT (biaxiální test)	

8.	.4 M	echanické zkoušky Inconel 718	38
	8.4.1	Zkoušky tahem	38
	8.4.2	Zkoušky lomové houževnatosti	38
9	Vyhod	hocení výsledků mechanických zkoušek	40
9.	.1 Vy	ýsledky H13	40
9.	.2 Vy	yhodnocení Fracture Locus	43
9.	.3 V <u>y</u>	ýsledky Inconel 718	46
10	Mikro	strukturní analýzy vzorků	49
10	0.1	Fraktografie H13	49
10	0.2	Metalografie Inconel 718	50
11	Diskuz	ze výsledků	54
1	1.1	Ocel H13	54
1	1.2	Inconel 718	55
12	Závěr.		57
13	Seznar	m použitých zkratek a symbolů	59
14	Seznar	m použité literatury	60

1 Úvod

Aditivní technologie jsou v současnosti neustále se rozvíjející odvětví. Technologie dříve používaná k zhotovení prototypů se dnes zavádí všude tam, kde běžné výrobní technologie (obrábění, tváření, odlévání) jsou z hlediska své aplikace, výrobního času nebo výrobních nákladů nevyhovující. Technologie aditivní výroby tak našly uplatnění v mnoha vědních a průmyslových oborech, jako jsou automobilový a letecký průmysl, výroba protéz a implantátů ve zdravotnictví, elektrotechnika a další oblasti strojírenského průmyslu.

Výraznou předností aditivních technologií je různorodost metod, mezi kterými lze v současné době vybírat v závislosti na účelu finálních výrobků. S tím se pojí i rozmanitost používaných materiálů, mezi které patří jak polymery, tak kovové materiály, keramiky a cermety. Nezávisle na používané metodě je podstatou výrobního procesu výchozí 3D počítačový model součásti a jeho následná tvorba postupnou depozicí jednotlivých vrstev průřezu součásti, které jsou k sobě spojovány různými mechanismy v závislosti na technologii. Výhodou takového procesu výroby může být zkrácení výrobního času tvarově složitých součástí, které by konvenčními metodami byly obtížně vyrobitelné. V řadě případů lze pomocí aditivních technologií vyrobit součásti nevyrobitelné klasickými technologiemi. Další výhoda je ve snížení odpadního materiálu, kterého je např. při porovnání s obráběcím procesem výrazně menší množství. Oproti obrábění je aditivní výroba proces, při kterém, se materiál neubírá z polotovaru, ale naopak se pojí k sobě. Tím vzniká minimální množství odpadového materiálu, který je u obrábění mnohdy těžko recyklovatelný.

Na základě technologie aditivního procesu se ale objevují nevýhody spojené s finální kvalitou a vlastnostmi zhotovených dílů. Mnohdy silná závislost mechanických vlastností dílu na směru depozice, samotná pozice součásti v pracovním prostoru stroje, či pórovitost součásti, jsou významnými faktory, které ovlivňují finální stav a použitelnost výrobků. V případě aditivní výroby součástí, které jsou svým účelem významnější, je tak důležité zkoumání těchto vlastností pro správnou aplikaci součástí bez rizikového selhání. Tato diplomová práce se soustředí na zkoumání základních mechanických vlastností vzorků vytvořených pomocí Powder bed procesů – SLM – Selektivní laserové tavení a SEBM – Selektivní elektronové tavení. Pro vyhodnocení lokálních a směrových vlastností zkoumaných materiálů, jsou využívány miniaturní zkušební vzorky.

2 Úvod do aditivních technologií

Historie aditivních technologií sahá až do roku 1987, kdy byla představena tzv. stereolitografie, což je proces výroby součástí pomocí tekutých polymerů, které jsou na sebe vrstveny a vytvrzovány pomocí UV zářením. Technologie je velmi přesná, ale zhotovené díly nejsou mechanicky nijak zvlášť odolné. Z toho důvodu se zhotovené součásti využívaly jako prototypy, kdy se mluvilo o tzv. rapid prototyping, což je pojem, který označuje proces rychlé výroby prototypu před jeho uvedením na trh. Nicméně současná technologická úroveň a vývoj aditivních technologií, umožňuje výrobu součástí, na které jsou kladeny výrazně vyšší požadavky, než tomu bylo v minulosti. S vývojem aditivních technologií rostl i počet použitelných materiálů, mezi které se dnes řadí jak polymery, tak i kovy, keramiky a kompozitní materiály. [1, 2, 3]

V současné době se rozlišuje mezi několika základními technikami aditivní výroby, které se od sebe odlišují jednak zdrojem energie, technickým uspořádáním a použitým vstupním materiálem. Princip tvorby součásti je ale vždy stejný, materiál není ubírán z polotovaru materiálu, ale je nejčastěji po vrstvách pojen postupně k sobě. Základní rozdělení aditivních technologií dle ASTM F42 je uvedeno v **tab. 1**. Tato práce se zabývá pouze první skupinou procesů – Powder bed fusion, jež jsou v současnosti nejrozšířenější. [1, 2]

Typ procesu	Stručný popis	Technologie	Materiály
Powder Bed Fusion	Tepelná energie selektivně natavuje místa práškového lože.	Electron beam melting (EBM). Selective laser sintering and rating (SLS/SHS), Direct metal laser sintering (DMLS)	Kovy a polymery
Direct Energy Deposition	Soustředěná tepelná energie natavuje a spojuje materiál během jeho nanášení na povrch.	Laser metal deposition (LMD)	Kovy
Material Extrusion	Materiál je taven a tryskou nanášen na předešlé vrstvy.	Fused deposition modeling (FDM)	Polymery
Vat Photopolymerization	Tekutý fotopolymer v kádi je působením elmag, záření vytvrzován procesem fotopolymerace.	Seterolitography (SLA), digital light processing (DLP)	Fotopolymery
Binder Jetting	Tekuté pojivo je nanášeno pro spojení práškového materiálu.	Powder bed and inkjet head (PBIH), plaster- based 3D printing (PP)	Polymery, kovy
Material Jetting	Kapky materiálu jsou postupně nanášeny na podklad.	Multi-jet modeling (MJM)	Polymery, vosky
Sheet Lamination	Fólie materiálu jsou k sobě postupně spojovány.	Laminated object manufacturing (LOM), ultrasonic consolidation (UC)	Papír, kovy

Tab. 1 – základní rozdělení metod aditivních technologií [1]

2.1 Powder Bed Fusion systémy (PBF)

Powder bed procesy byly mezi prvními aditivními technologiemi, které byly úspěšně komerčně aplikovány. Zpracování kovových materiálů pomocí laserového nebo elektronového paprsku patří mezi nejrychleji se vyvíjející oblasti aditivní výroby (AM). Kovové součásti vyrobené PBF technologií jsou v současné době používané v letectví či lékařství, díky jejich vnitřním geometrickým vlastnostem a jejich excelentním mechanickým vlastnostem, které jsou leckdy porovnatelné s konvenčně zpracovanými kovy. [4]

2.1.1 Princip

Základní princip technologie PBF se v podstatě nemění, pouze existují určité modifikace v závislosti na použitém tepelném zdroji, druhu materiálu a mechanismu přidání a úpravy materiálu. Metoda je schematicky zobrazena na obr. 1. Základem je zdroj tepelné energie, který postupně skenuje povrch práškového lože ve vybraných lokacích. Při interakci energetického svazku s hmotou je část energie pohlcena materiálem a transformována na teplo. Toto teplo zvyšuje teplotu materiálu, což vede buďto k částečnému natavení kovu, mluvíme pak o tzv. selektivním laserovém spékání (SLS), nebo k úplnému natavení materiálu - selektivní laserové tavení (SLM)/selektivní elektronové tavení (SEBM). Dno pracovního prostoru, kde dochází ke vzniku výrobku, je postupně pokrýváno výchozím materiálem v podobě jemného prášku. Jedna vrstva má tloušťku obvykle mezi (0,075 – 1) mm. Prášek je umístěn v hlavním zásobníku a z něho se na základovou desku dodá jeho přesné množství, které je urovnáno rovnoměrně po celé její ploše. Následně ve vybraných místech dojde k natavení vrstvy prášku a vytvoření tavné lázně, která v okamžiku přerušení dopadu energetického svazku vysokou rychlostí chladne. Nanesením další vrstvy prášku a snížením dna pracovního prostoru o hodnotu tloušťky vrstvy se proces tavení a tuhnutí opakuje, dokud není vyrobena kompletní součást dle počítačového 3D modelu. [2, 4]

Z hlediska výchozích vlastností a kvality zhotovené součásti hraje důležitou roli pracovní atmosféra uvnitř komory. V pracovním prostoru po celou dobu procesu cirkuluje inertní atmosféra. Jsou používány plyny jako argon nebo hélium, které mají bránit oxidaci materiálu, např. při zpracování titanu a jeho slitin. [2, 4]

Pro snížení nároků na výkon laseru je prášek předehříván na teplotu blízkou teplotě tavení daného materiálu např. pomocí infračervených zářičů. Alternativně může být dno

práškového lože předehříváno pomocí odporových ohřívačů. Předehřívání prášku a platformy také zajišťuje prevenci proti následné deformaci součásti během výroby v důsledku rozdílné objemové roztažnosti vlivem teplotního gradientu. [2]



Rozprostření prášku, viz obr. 2, se v závislosti na konstrukci systému provádí pomocí válce, který rotuje proti směru pohybu, tím tlačí prášek směrem vzhůru a sune jej před sebou. Tlačený prášek v mezeře mezi základovou deskou a válečkem je fluidizovaný, což pomáhá tvorbě vrstvy. Dalším způsobem je rozprostření vrstvy prášku na požadovanou tloušťku pomocí tzv. "doctor blade", což je tenký kus kovu, který hranou uhlazuje prášek bez jakékoli fluidizace. V tomto případě jsou oproti válečkovému systému do předešlé vrstvy vnesené větší smykové síly. Ty mohou být zredukovány, např. pokud kus kovu při uhlazování prášku vibruje, čímž částečně fluidizuje prášek. [4]



Obr. 2 – Podavače prášku PBF systémů [4]

2.1.2 Vstupní materiál

Z principu PBF procesu je zřejmé, že mohou být použity veškeré materiály, které mohou projít procesem tavení a tuhnutí. Pro co nejsnazší zpracování jsou nejvýhodnější materiály, jejichž teplota tání není příliš vysoká a materiály, které tuhnou v nepříliš širokém teplotním rozsahu. V případě polymerů jsou to Polyamid 11 a Polyamid 12, které díky své semi-krystalické struktuře mají výrazný bod tání, což umožňuje jejich spolehlivé natavení a dosažení nízké porózity. Amorfní polymery jsou oproti tomu nevhodné, jelikož tuhnou v širokém rozmezí teplot. V případě kovů se užívá široké řady materiálů. V podstatě každý kov, který může být svařen, se hodí ke zpracování pomocí PBF. V současnosti jsou to především korozivzdorné oceli a nástrojové oceli, titan a jeho slitiny, slitiny na bázi niklu, hliníkové slitiny a CoCr slitiny. [4]

Jak bylo napsáno v předešlé kapitole v PBF procesech materiál vstupuje do systému v podobě prášku. Prášek základního materiálu je získáván několika základními procesy. Mezi nejvyužívanější se řadí atomizace plynem (GA – Gas Atomization) a odstředivý atomizační proces (PREP – Plasma Rotating-electrode process). V obecném principu je vstupní materiál, který je dodáván v určité formě jako elektroda nebo jiný polotovar, taven různými způsoby (nepřímo odporově v kelímku, indukčně atd.). Natavený kov základního materiálu je při teplotě těsně nad teplotou tání pouštěn pod vysokým tlakem tryskou do pracovního válce, kde přichází do styku s přiváděným neutrálním plynem (dusík nebo argon), čímž dojde k rozdělení proudu kovu na drobné kapičky, které rychle tuhnou. Schéma atomizace je zobrazeno na **obr. 3**. [1, 2, 5]

Pro proces výroby součásti jsou významnými vlastnostmi prášku jeho morfologie a velikost částic. Tyto vlastnosti totiž ovlivňují jednak schopnost fluidizace prášku, absorpci laserového záření a tepelnou vodivost. Samotná hustota prášku může výrazně ovlivnit vnitřní napjatost, deformace součásti, porózitu a povrchovou drsnost. Hustota prášku je ovlivněna, morfologií a velikostí částic, respektive jejich rozdělením. Jestliže se prášek bude skládat z širšího rozdělení částic, mezery mezi velkými částicemi mohou být vyplněny částicemi menšími. Kulové částice zlepšují fluidizaci, což snižuje porózitu součásti. Oproti tomu částice nekulového charakteru fluidizaci prášku brání, jelikož částice mají větší tendenci se mechanicky zablokovat, což může vyústit ve vyšší porózitu součásti vzhledem ke vzniklým mezerám mezi částicemi. K absorpci energie laseru dochází skrze vzduchové mezery několikanásobným odrazem laserového paprsku mezi částicemi uvnitř práškové vrstvy.



Obr. 3 – Schéma atomizace plynem[5]

2.1.3 SLM

Technologie SLM se řadí mezi laserové systémy procesu PBF, odtud tedy Selektivní Laserové Tavení. Jako energetický zdroj k natavení práškového materiálu je využíván laser. Samotný typ laseru má vliv na kvalitu procesu tavení. Jelikož rozdílné lasery se vzhledem k materiálu vyznačují rozdílnou absorbivitou laserového záření. Například použití laseru typu Nd:YAG se ukázalo lepší variantou oproti CO₂ laseru, který práškový materiál hůře absorbuje. Proto jsou v současnosti v prakticky všech SLM zařízeních vláknové lasery. [4]

Pro kvalitní natavení prášku je také důležitá jeho odrazivost. Jelikož při interakci laserového svazku s práškem nedojde k jeho okamžitému úplnému pohlcení, ale dojde i k částečnému odrazu. A právě mnohonásobná reflexe mezi částicemi prášku je klíčová pro pohlcení co největšího podílu celkové energie laserového svazku. Pro samotný prášek je tak velikost absorbované energie výrazně vyšší oproti plochému povrchu pevného kovu. Efekt mnohonásobného odrazu je nejvýraznější u vysoce reflexních materiálů, jako je hliník a měď, oproti absorpčním materiálům jako titan a železo. [2, 4, 5]

Pro chemickou čistotu výsledných dílů je vnitřní prostor výrobního zařízení plněn inertním ochranným plynem (např. argon, hélium). Atmosféra tvořena těmito plyny potlačí vznik oxidů, k jejichž vzniku by vzhledem k vysokým teplotám a tavení materiálu docházelo. [4]

Pokud jde o rychlost skenování pomocí laserového paprsku, ta je v principu závislá na velikosti galvanometrů. Galvanometr je zrcadlo, které je ovládáno motorem a to vzhledem k tomu, kam má laserové záření dopadat a být fokusované. To znamená, že při přechodu laseru mezi skenovacími oblastmi A a B je rychlost těchto přechodů závislá na rychlosti pohybu galvanometrů. [4]

2.1.3.1 Parametry procesu SLM

Zpracovatelnost daného materiálu závisí na procesních parametrech, jejichž volbou a vztahy mezi nimi lze přímo ovlivnit jednak efektivitu procesu a také výslednou kvalitu zhotovené součásti. Jednotlivé parametry procesu se dělí do čtyř základních skupin, viz schéma uvedené na **obr. 4**. Jsou to parametry laseru, skenovací strategie, prášek a teplota, kterými je proces výroby definován. Je nutno podotknout, že jednotlivé parametry jsou na sobě závislé a volbou jednoho parametru přímo či nepřímo ovlivňujeme parametr další. Na základě těchto vztahů je možno stanovit klíčové proměnné, kteými lze charakterizovat výrobní proces [2, 4]:

 Hustota energie, zavádí do vztahu vstupní parametry procesu s hustotou a pevností součásti. Vložená energie se zvyšuje s rostoucím výkonem laseru a snižuje s rostoucí rychlostí skenu [4]:

$$E_v = \frac{P}{v \cdot h} \tag{1}$$

 Povrchová hustota energie je hustota energie aplikované na jednotku povrchu práškového lože [2]:

$$E_s = \frac{P}{\nu \cdot d} \tag{2}$$

3. Optimální vzdálenost mezi paralelními dráhami laseru [2]:

$$h = 0,7 \cdot w \tag{3}$$

4. Lineární hustota energie, je vstupní síla vztažená na jednotku rychlosti skenu [2]:

$$E_L = \frac{P}{v} \tag{4}$$



Obr. 4 – Parametry procesu aditivní technologie [2]

2.1.3.2 Vliv procesních parametrů na tavnou lázeň

Interakcí mezi laserovým zářením a povrchem práškové vrstvy vzniká malá natavená oblast materiálu tzv. tavná lázeň. Její vlastnosti a tím i výsledné vlastnosti konečného výrobku jsou závislé na procesních parametrech definovaných v předešlé kapitole. [2]

Maximální dosažená teplota se výrazně zvyšuje s rostoucím výkonem laseru nebo lineární hustotou energie (LHE), ale s rostoucí rychlostí skenování se snižuje. Výše teploty lázně je klíčová pro její klidový stav, aby nedocházelo k nežádoucímu prskání vlivem přehřátí lázně a vypařování přehřátého kovu, jehož tlak může způsobit vytlačení prášku, který obklopuje lázeň, tím může dojít k narušení povrchové kvality součásti. Na **obr. 5** je zobrazen vztah mezi rychlostí skenování a výkonem laseru, jejichž určitým poměrem jsou tvořeny oblasti, které charakterizují rozdílnou kvalitu lázně. Pro vyšší rychlosti skenování a nízké energie oblastí C - F se tvoří křehké nespojité stopy laseru. Nižší rychlosti a vyšší výkon laseru znamenají spojité stopy, jejichž tvar může být plochý nebo vyboulený.[2]



Obr. 5 – Vliv rychlosti skenu a výkonu laseru na kvalitu tavné lázně [4]

Vliv LHE na rozměr tavné lázně byl zkoumán například v práci [6]. Bylo zjištěno, že rozměr tavné lázně se ve všech třech směrech zvětšuje s rostoucí LHE. Nejvýrazněji se mění rozměry délky a šířky lázně, hloubka tavné lázně je ovlivňována nejméně.

Tavná lázeň je stabilní vždy pro určitý rozsah skenovací rychlosti při konstantním výkonu laseru. Stabilita lázně je klíčová pro kvalitu vyrobených součástí. Její nestabilita vyvolává nepravidelné a přerušované stopy laseru, což vede k vysoké povrchové drsnosti a objemové porózitě součástí. Příklad optimalizace procesních parametrů je uveden v práci [7] pro ocel H13. Komora pracovního stroje byla rozdělena na oblasti s odlišnými parametry procesu, kde byly vytvářeny krychlové vzorky. Následnou analýzou struktury modelů bylo stanoveno nejvýhodnější nastavení. Parametry byly nalezeny zvlášť pro skenování kontur a středové části vzhledem k rozdílné strategii skenování.

2.1.4 SEBM

Druhou neméně významnou technologií v PBF procesech, kterou se tato práce zabývá, je selektivní elektronové tavení (SEBM – Selective Electron Beam Melting). Princip procesu je podobný jako u technologie SLM, avšak jsou zde některé odlišnosti. Schéma zařízení SEBM je zobrazeno na **obr. 6**. Hlavním rozdílem je především zdroj energie k natavení práškového materiálu, kterým je elektronový svazek. Elektrony jsou emisí emitovány z vlákna katody a předpětím urychlovány na základovou desku pokrytou práškovou vrstvou. Energií pro natavení prášku je tedy kinetická energie elektronů, která je jejich dopadem předávána částicím prášku. [4]

Vzhledem ke zdroji energie musí být jako pracovní atmosféry uvnitř komory stroje výhradně vakuum s malým množstvím inertního plynu (pro potlačení vzniku oxidů). Jelikož elektrony při své cestě mohou interagovat s částicemi v běžné atmosféře a tím by došlo k rozptylu paprsku. Atmosféra komory tak musí být dostatečně transparentní pro elektronový paprsek. [4]



Obr. 6 – Schéma SEBM zařízení [4]

Princip urychlení a fokusování svazku elektronů je odlišný od laserových zařízení. Jelikož elektron má záporný náboj, musí být fokusován a rozptylován magneticky. K tomu slouží fokusační a rozptylové magnetické cívky. Ty poskytují značnou výhodu, jelikož odezva elektronového svazku je při změně vstupních parametrů těchto cívek v podstatě okamžitá. Díky tomu elektronový svazek při přesunu z místa A do B nemusí přecházet oblast mezi těmito místy. To znamená rychlejší možnosti skenování plochy prášku. [4]

Nevýhodou oproti laserovému zařízení je naopak nutnost elektrické vodivosti práškového lože. To znamená možnost tavení pouze elektricky vodivých materiálů. A tato vodivost musí být dostatečná proto, aby částice prášku nezískaly příliš velký záporný náboj. Jelikož při dopadu elektronu prášek získává záporný náboj, z čehož plynou potenciální škodlivé účinky, např. vypuzení sousední částice při příliš vysokém odporu, zvyšující se negativní náboj prášku odrazí další dopadající elektrony. Skenovací strategie navíc musí zajistit, že nedojde ke vzniku záporně nabitých zón. [4]

Základová deska SEBM zařízení je udržována na vyšší teplotě oproti SLM zařízení. To je umožněno jednak tím, že rozptýlený elektronový svazek nahřívá základní desku ještě před rozprostřením prášku. Navíc elektronový paprsek má vyšší energii v porovnání s laserem a tím dochází k ohřátí větší okolní části skenované oblasti na vyšší teplotu. Rozptýlený elektronový svazek základní desku komory navíc ohřívá rychle a rovnoměrně. Díky tomu se v SEBM zařízení nepoužívají odporové ohřívače typické pro SLM zařízení. [4]

Měření mechanických vlastností s využitím miniaturních zkušebních 3 vzorků (tah, lomová mechanika)

Zkoumání mechanických vlastností materiálů je klíčová oblast materiálového inženýrství, s jejíž pomocí se stanovují základní materiálové charakteristiky, které definují použitelnost, odolnost, aktuální stav a životnost materiálu. Mechanickou zkouškou je myšlen proces, během něhož je specifickým způsobem zatěžováno definované zkušební těleso za předem daných podmínek. Výsledkem takových zkoušek je stanovení mechanických vlastností materiálu, které vyjadřují jeho odezvu na působící zatížení. Tyto odezvy jsou závislé na druhu materiálu, jeho způsobu zpracování, struktuře a velikosti zkušebního vzorku. Zařazení mechanických zkoušek do procesu aditivní výroby má své opodstatnění z hlediska kontroly kvality a správnosti řízení výrobních procesů, při hledání optimálních procesních parametrů a při zavádění nového materiálu do výroby. Vzhledem k závislosti mechanických vlastností na deponované tloušťce, orientaci či poloze ve výrobní komoře, je nezbytné aplikovat zkoušky využívající miniaturní zkušební vzorky. [14]

3.1 Miniaturní zkouška tahem

Statická zkouška tahem je nejzákladnější mechanická zkouška materiálů. Výsledky z ní získané jsou klíčové jednak pro dimenzování strojních součástí, počítačové simulace a ověření kvality materiálu. [9]

3.1.1 Podstata zkoušky

Miniaturní zkouška tahem (MTT) je ve své podstatě totožná s klasickou standardizovanou metodou. Nicméně samotná zkušební metoda není zatím ustanovena normou a její provedení závisí na předpisech zkušební laboratoře, kde je prováděna. S cílem co největší úspory materiálu jsou rozměry zkušebních těles mnohonásobně menší oproti standardizovaným tělesům. Z toho důvodu a s ohledem na přesnost se jako výrobní strategie užívá nejčastěji technologie elektrojiskrového obrábění.[9]

Podstata zkoušky spočívá v upnutí zkušebního tělesa za upínací konce do čelistí strojů a za quasi-statických podmínek je těleso zatěžováno jednoosým tahovým zatížením. V průběhu zkoušky je měřena závislost mezi velikostí působící síly, a jí odpovídající deformaci vzorku. Pokud se velikost působící síly vztáhne na jednotku plochy průřezu vzorku, mluví se o tzv. napětí [9]:

$$R = \frac{F}{S} [MPa] \tag{5}$$

Toto napětí působí po ose vzorku ve směru kolmém na jeho průřez, jedná se tedy o normálové napětí. Ze získaného grafu, jehož ukázka je znázorněna na **obr. 7** je možné stanovit základní pevnostní vlastnosti materiálu. Jsou to především hodnoty meze kluzu R_e , což je oblast přechodu mezi elastickým a plastickým chováním materiálu, hodnoty meze pevnosti R_m , největšího napětí, kterého je dosáhnuto aniž by došlo k porušení vzorku a hodnoty poměrného prodloužení ε , což je procentuální poměrná změna délky tělesa k původnímu rozměru. S ohledem na geometrii miniaturních těles nejsou hodnoty tažností vždy spolehlivé. Příklady geometrií miniaturizovaných zkušebních těles jsou zobrazeny na **obr. 8**. Ověření použitelnosti a věrohodnosti hodnot R_e a R_m , ze zkoušek miniaturních těles bylo provedeno v řadě výzkumných pracích, viz [9 - 13].



Obr. 8 – Geometrie miniaturních zkušebních těles pro zkoušu tahem

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní,Diplomová práce, akad. rok 18/19Katedra materiálu a strojírenské metalurgieBc. Daniel Melzer

Pro měření deformace vzorku není z hlediska malých rozměrů možno použít mechanické extenzometry. Ty byly používány v počátcích vývoje miniaturizované tahové zkoušky, jejich upnutím na upínací čelisti. V současnosti se používá výhradně optických metod digitální obrazové korelace, s níž je možné nejen vyhodnotit tažnost materiálu, ale zobrazit deformační mapy vzorku v průběhu celé zkoušky. Příklad použití technik digitální obrazové korelace pro miniaturní tahové testy je znázorněno na **obr. 9**. [14]



Obr. 9 - Použití technik digitální obrazové korelace pro M-TT [14]

3.1.2 Miniaturizované tahové testy aditivních výrobků

Jelikož principem aditivních technologií je výroba součásti postupným skládáním a spojováním vrstev k sobě, jsou tyto výrobky většinou charakteristické svou silnou anizotropií. Rozdílné vlastnosti v určitých směrech výrobku je třeba znát s ohledem na jeho použití. Z tohoto důvodu je dnes již běžnou praxí provádět tahové zkoušky aditivně vyráběných tahových vzorků v rozdílných orientacích vzhledem ke směru depozice, viz [15].

Bezpochyby jednou z největších výhod aditivní výroby je neomezená možnost vyrábění tvarově složitých geometrických prvků, které by jinými technologiemi nešly vyrobit. Avšak s tím se pojí rozdílná tloušťka průřezu v různých místech výrobku. Tyto změny tloušťky z pohledu procesu výroby mohou znamenat rozdílné tepelné ovlivnění různých míst výrobku a tím i nezanedbatelné lokální změny struktury. Dle výzkumné práce [16] tahové vzorky orientované vertikálně se směrem depozice vykazovaly lepší mechanické vlastnosti oproti vzorkům orientovaných horizontálně. U vertikálních vzorků bylo docíleno zároveň vyšších hodnot prodloužení. Vysvětlení těchto rozdílů může být v rozdílném počtu vrstev, kterých

bylo potřeba k vytvoření vzorků. Celkový nahromaděný tepelný tok skrze danou vrstvu je v rámci měřené počáteční délky vyšší u horizontálních vzorků z důvodu delšího procesního času. Následkem delšího času popouštěcí efekt mohl snížit křehkost materiálu. Z toho plyne důležitost počtu vrstev, které je třeba nanést během výrobního procesu. Nicméně je třeba zmínit, že tento jev není obecně platný a je silně závislý na typu materiálu a způsobu jeho zpracování.

V práci [14] byla zkoumána vhodnost použití miniaturních zkušebních tahových vzorků, které buďto mohou být extrahovány z různých míst vyrobené komponenty, nebo jako takové mohou být vyrobeny spolu se součástí. Použití standardních vzorků nepřipadá v úvahu z důvodu omezeného prostoru v komoře stroje. Standardní vzorky obtížně zachycují lokální změny způsobené změnami procesních parametrů. Použití miniaturních těles vyráběných v rozdílných místech komory, rozdílných orientacích a tloušťkách může poskytnout účinný nástroj pro rychlou dokumentaci a ověření výrobního procesu. Nicméně při zkouškách materiálů zpracovaných aditivními technologiemi je třeba dbát zřetel na fakt, že výsledné vlastnosti součástí jsou ovlivněny nejen samotným procesem výroby, ale i jejich následným zpracováním. Proto byl také zkoumán vliv rozdílné tloušťkou vzorku. S rostoucí tloušťkou mají naměřené hodnoty rostoucí tendenci až do určitého saturovaného stavu. Oproti tomu se ukázalo, že tloušťka vzorku nehraje velkou roli v případě, jsou-li vzorky rozdílné tloušťky obrobeny na stejný finální rozměr. V takovém případě bylo dosaženo velmi dobré shody mechanických vlastností, viz **obr. 10**.



Obr. 10 – Vliv tloušťky vzorku na hodnoty mechanických charakteristik [14]

3.2 Lomová mechanika

Tradiční kritéria pro stanovení porušení konstrukčních součástí nejsou použitelná pro vyhodnocení strukturálních porušení, ke kterým dochází za značně nižších napětí, než je mez pevnosti v tahu daného materiálu. U produktů aditivních technologií je tento fakt ještě výraznější, jelikož povaha procesu výroby často způsobuje větší množství strukturních vad v porovnání s konvenčními metodami zpracování materiálu. Cílem oboru Lomové mechaniky je popsat chování strukturních defektů, které během zatěžování tělesa mohou iniciovat růst trhliny. V případě Elasto-plastické lomové mechaniky, kdy podmínky napjatosti na čele trhliny v tělese neodpovídají podmínkám malé plastické oblasti (SSY – Small scale yield), se pro popis Lomové houževnatosti materiálu užívá parametrů J-integrálu a CTOD. [17]

3.2.1 J-integrál

J-integrálu jako lomového parametru Lomové houževnatosti se užívá pro vyjádření hnací síly trhliny pro nelineárně se chovající materiál. Hodnota J-integrálu je shodná s derivací elastické deformační energie podle délky trhliny, čemuž odpovídá i parametr G - hnací síla trhliny. Bilance energie tělesa s rostoucí trhlinou během jeho zatěžování může být znázorněna jako

$$\frac{\partial W}{\partial a} = \left(\frac{\partial U^e}{\partial a} + \frac{\partial U^p}{\partial a}\right) + \frac{\partial \Gamma}{\partial a}$$
(6)

kde $\partial U^e a \ \partial U^p$ reprezentují změnu elastické energie a plastické práce v závislosti na růstu trhliny, zatímco $\partial \Gamma$ vyjadřuje energii pro růst trhliny. Rovnici (6) lze upravit do tvaru

$$-\frac{\partial\Pi}{\partial a} = \frac{\partial U^p}{\partial a} + \frac{\partial\Gamma}{\partial a}$$
(7)

kde $\Pi = U^e - W$ vyjadřuje potenciální energii systému. Rovnice (7) ukazuje, že rychlost snižování potenciální energie během růstu trhliny odpovídá rychlosti disipace energie při plastické deformaci a růstu trhlině. [17]

Metodu stanovení J-integrálu navrhl J. Rice, který dokázal, že J-integrál představuje změnu potenciální energie tělesa z počáteční délky trhliny *a* na hodnotu $a + \Delta a$, viz **obr. 11**. Z toho plyne platnost vztahu (8). [17]

$$\frac{\partial \Pi}{\partial a} = J \tag{8}$$



Obr. 11 – Změna potenciální energie při zatížení tělesa [17]

Ačkoli je J-integrál založen na čistě elastické analýze, je možné ho použít pro plastické materiály. Samotný význam J-integrálu pro popis lomového chování materiálu je, že popisuje deformační pole na čele trhliny. Dle vztahu (9)

$$J = W dy - T_k \frac{\partial u_k}{\partial x} ds$$
⁽⁹⁾

kde W je hustota deformační energie, T_k je tenzor napjatosti a $\frac{\partial u_k}{\partial x}$ znázorňuje posunutí v daném směru, hodnota tohoto křivkového integrálu je nezávislá na integrační cestě kolem špičky trhliny. To umožňuje, zvolit integrační cestu v různé vzdálenosti od čela trhliny. Hodnota J-integrálu představuje průměrnou hodnotu deformačního pole v daném místě a může být použita jako lomové kritérium. [17]

3.2.2 J-R křivka

Lomová houževnatost materiálu, který při svém porušování vykazuje stabilní růst trhliny, se hodnotí pomocí tzv. R křivek. R křivky vyjadřují závislost mezi lomovým parametrem (J-integrál) a nárůstem tvárné trhliny Δa . Základem je opět energetická bilance během stabilního růstu trhliny, kdy upravením vzorce (6) na vzorec (10) dostaneme

$$\frac{\partial W}{\partial a} - \frac{\partial U^e}{\partial a} = \frac{\partial U^p}{\partial a} + \frac{\partial \Gamma}{\partial a}$$
(10)

kde levá strana rovnice je rovna hnací síle trhliny G a pravá strana rovnice zahrnuje členy vyjadřující disipaci energie spojenou s růstem trhliny, což lze vyjádřit jako odpor materiálu proti tvárnému nárůstu trhliny. Podmínky nestability trhliny lze vyjádřit rovnicí (11), graficky viz **obr. 12.** Zde bod P vyjadřuje hranici nestability růstu trhliny. [17]

$$\frac{\partial (G-R)}{\partial a} \begin{cases} > 0 - Nestabilní lom \\ < 0 - Stabilní lom \\ = 0 - Rovnováha \end{cases}$$
(11)



Obr. 12 – Křivka odporu proti růstu trhliny pro stanovení kritického zatížení [17]

Standard ASTM E 1820 poskytuje dvě základní metodiky pro stanovení J-R křivky. Metodiku zkoušení více těles (Multiple specimen method) a metodu měření na jednom vzorku (např. unloading compliance – UC). UC metoda spočívá v konstrukci J-R křivky zkoušením jediného tělesa, které je v postupných krocích systematicky zatěžováno a po určitém nárůstu trhliny opět odlehčeno. Na základě změny poddajnosti tělesa se stanovuje skutečný přírůstek trhliny Δa , jemuž odpovídá hodnota J-integrálu. Vynesením bodů závislosti J-integrál - Δa a konstrukcí čáry otupení je získána provizorní hodnota Lomové houževnatosti v podobě J_Q viz **obr. 13**, jejíž platnost je posuzována dle požadavků stanovených v příslušné normě. [17, 18]



Obr. 13 – J-R křivka lomové houževnatosti dle standardu ASTM E 1820 [18]

3.2.3 Vliv velikosti tělesa na J-R křivku lomové houževnatosti

Lomová houževnatost materiálu je závislá na rozměru zkušebního tělesa. Je známo, že se zmenšujícím se rozměrem rostou naměřené hodnoty a to z důvodu rozdílných podmínek napjatosti na čele trhliny. Pro rozměrná tělesa tyto podmínky odpovídají rovinné deformaci. Zvýšená triaxialita zmenšuje zónu plastické deformace na čele trhliny a naměřené hodnoty lomové houževnatosti jsou nízké. Oproti tomu u malých vzorků dochází vlivem menších rozměrů k tzv. ztrátě constraintu, což znamená podmínky rovinné napjatosti na čele trhliny. S tím se pojí větší oblast plastické deformace, což vyžaduje větší množství vnesené energie do systému pro růst trhliny a tím i větší hodnota lomové houževnatosti. [17]

Vlivy těchto změn na tvar a průběh J-R křivek byly zkoumány v množství výzkumných prací. [19 - 24]. Jak lze vidět na **obr. 14,** průběhy J-R křivek se liší v závislosti na velikosti tělesa a to tím způsobem, že se mění sklon závislostní křivky. Se zmenšujícím se rozměrem tělesa sklon klesá, což je způsobeno ztrátou triaxiality. Stanovené změny průběhů J-R křivek v různých pracích jsou často protichůdné. Kromě velikosti tělesa hraje silnou roli i schopnost plastické deformace materiálu.



Obr. 14 – Vliv velikosti tělesa na průběh J-R křivky lomové houževnatosti [23]

Pro zmenšení vlivu rozměrů tělesa, se u miniaturizovaných vzorků provádí tzv. boční vruby. Boční vruby slouží k potlačení rozvoje smykových okrajů na bocích vzorku v průběhu jeho deformace. Jejich použitím se zajišťuje rovnoměrný růst tvárné trhliny v průběhu zkoušky. Nicméně tím také dochází ke zvýšení triaxiality v povrchových oblastech na čele trhliny a tím i k méně strmému průběhu křivek. [19, 23]

Obecné poznatky tedy říkají, že průběh J-R křivek je závislý na velikosti tělesa. Přičemž výzkumné práce [19, 23] ukázaly, že do přibližné hodnoty $J = 200 \text{ kJ/m}^2$ jsou mezi křivkami rozdílných geometrií minimální rozdíly. Pod touto hodnotou jsou miniaturní CT tělesa tedy schopna poskytovat spolehlivé hodnoty.

Jak již bylo zmíněno v kapitole 3.1.2, použití miniaturizovaných těles pro zkoumání mechanických vlastností aditivně vyrobených součástí má své výhody. Jednak je jejich extrahováním z hotové součásti možné zachytit lokální změny vlastností jako důsledek proměnlivosti procesních parametrů, a také, zmenšené geometrie vzorků jsou snadněji umístitelné do komory stroje a lze je vyrobit pospolu s hlavní součástí. Tím je zachycen výrobní cyklus a vzorky jsou charakterizovány stejnou tepelnou historií. Nicméně nezanedbatelný vliv velikosti tělesa je třeba neustále brát v potaz. Porovnání aditivně vyrobených miniaturních CT těles s pod rozměrnými Charpy tělesy (KLST) bylo provedeno v práci [25]. Výsledky na **obr. 15** ukazují, také opakovatelnost naměřených výsledků u malých těles. Lze pozorovat značnou závislost lomového chování nejen z hlediska velikosti těles ale i jejich geometrie. Zkoušky lomové houževnatosti jsou u aditivně vyrobených součástí klíčové. Silná anizotropie, nezanedbatelná pórovitost a strukturní vlastnosti odlišné od konvenčně vyrobených součástí znamenají rozdílné vlastnosti od běžných komponent a je třeba jejich kontrole a posuzování věnovat velkou pozornost.



Obr. 15 – Porovnání vlivu rozdílné geometrie miniaturizovaných těles na průběh J-R křivky pro aditivně zpracovaný materiál [25]



4 Fracture locus

Během provozu komponent může docházet k víceosým zatěžovacím procesům, které zapříčiní rozsáhlé plastické deformace konstrukčních dílů a tím porušení za vzniku tvárného lomu. Pro zvýšení životnosti komponent je v současné době žádoucí pomocí numerických modelů simulovat procesy rozvoje plastického porušení při víceosém zatížení, na jejichž základě se stanovují optimální parametry chodu zařízení pro zvýšení životnosti a bezpečnosti provozu. Tyto modely mohou predikovat vznik a růst trhlin. [26]

V současnosti lze užít značné množství lomových kritérií. Jejich použitelnost závisí na parametrech, které obsahují. Triaxialita napětí η jako vnitřní proměnná je obsažena ve většině kritérií, jelikož její hodnota ovlivňuje mechanismus tvárného porušení materiálu. Má charakter bezrozměrného středního napětí, dle rovnice (12)[26]:

$$\eta = \frac{\sigma_m}{\overline{\sigma}},\tag{12}$$

kde σ_m je střední napětí a $\overline{\sigma}$ je redukované napětí von Mises. Hodnota triaxiality dle vzorce (13) a (14) nabývá hodnot [27]:

$$\eta > 1/3 \tag{13}$$

$$\eta < 1/3$$
 (14)

Další parametr, tzv. Lodeho úhel Θ , který lze vyjádřit pomocí 3. Invariantu normalizovaného deviátoru napětí ξ , nebo Lodeho parametru μ (15), (17)[26]:

$$\Theta = -\frac{1}{3}\sin^{-1}(\xi) \tag{15}$$

$$\Theta = \tan^{-1} \left(\frac{\mu}{\sqrt{3}} \right) \tag{16}$$

$$\mu = \frac{2\sigma_1 - \sigma_2 - \sigma_3}{\sigma_1 - \sigma_3} \tag{17}$$

Lodeho úhel nabývá hodnot $\Theta = 1$ pro jednoosý symetrický tah, $\Theta = -1$ pro jednoosý symetrický tlak a $\Theta = 0$ pro rovinnou deformaci.[26]

Jedním z často používaných lomových kritérií je modifikovaný Mohr-Coloumbův vztah (MMC). Dle něj je lomové přetvoření $\overline{\varepsilon_f}$ závislé na triaxialitě a normalizovaného Lodeho úhlu, viz vztah (18). [26]

$$\overline{\varepsilon_f}(\eta,\Theta) = \left\{ \frac{K_A}{c_2} \left[\sqrt{\frac{1+c_1^2}{3}} \cos\left(\frac{\overline{\Theta}\pi}{6}\right) + c_1 \left(\eta + \frac{1}{3}\sin\left(\frac{\overline{\Theta}\pi}{6}\right)\right) \right] \right\}^{-\frac{1}{n}}$$
(18)

Ve vztahu pro lomové přetvoření se nacházejí konstanty K_A , n, C_1 a C_2 , přičemž dvě poslední je třeba kalibrovat ze zkušebních testů, při kterých dojde k porušení. Využívá se kalibračních těles. Jedná se o zkušební tělesa specifické geometrie, při jejichž zatížení je docíleno širokého rozsahu stavů napjatosti.

Závislost lomového přetvoření lze zobrazit v souřadnicovém systému $\overline{\varepsilon_f} - \overline{\Theta} - \eta$ v podobě nesymetrické plochy, viz **obr. 16**. K porušení materiálu dochází při splnění deformační podmínky, tedy když lomové přetvoření $\overline{\varepsilon_f}$ dosáhne kritické hodnoty pro daný stav napjatosti. [27]



Obr. 16 – Lomová plocha tvárného porušení [26]

5 Metalografická analýza materiálů vytvářených pomocí aditivních technologií (mikro, makro)

Vyšetřování kvality povrchu a strukturních vlastností na makro nebo mikro úrovni je u aditivně vyrobených součástí klíčové. Vzhledem k tomu, že u těchto výrobních procesů stále nejsou známy veškeré principy dějů, ke kterým v průběhu výroby dochází, je důležité provádět metalografické analýzy, které nám mohou poskytnout informace o stavu finálního povrchu a vnitřní struktury. Výsledky těchto analýz nám umožňují zpětně porozumět probíhajícím procesům, které zapříčinily nepředpokládané stavy struktur, s nimiž se úzce pojí mechanické vlastnosti. Kvalita povrchu, pórovitost, fázové složení případně charakter lomové plochy jsou důležité charakteristiky, na jejichž základě lze optimalizovat výrobní proces, aby u vyrobené komponenty nedošlo k nepředvídatelnému selhání během provozu. [2, 28]

5.1 Mikrostrukturní analýza

Je obecně známo, že mikrostruktura aditivně vyrobených slitin je výrazně odlišná od konvečně zpracovaných součástí, u kterých jsou teplotní cykly jednoznačně definovány. V případě SLM technologie dochází k rychlému a přímému ohřevu a především zchlazení, které se v jednotlivých místech opakuje. Opakované ohřevy práškové vrstvy, ať už přímo nebo nepřímo a její chlazení má výrazný vliv na podobu konečné mikrostruktury. Mikrostruktura nejen aditivních materiálů je dána fázovým složením, množstvím mikrostrukturních útvarů, morfologií strukturních složek a útvarů. [2, 28]

Aditivní materiály se vyznačují typickou texturou. Z důvodu jednosměrného tepelného přenosu a chladnutí se utváří silná morfologická a krystalografická textura v podobě kolumnární struktury. To bylo pozorováno u řady materiálů, Ti6Al4V, niklové super slitiny, 1Cr18Ni9Ti, chromniklové oceli a některé hliníkové slitiny. Kolumnární struktura je tvořena podlouhlými zrny, které rostou napříč jednotlivými vrstvami ve směru depozice z důvodu epitaxiálního růstu na částečně znovu natavených zrnech. Typický příklad je zobrazen na **obr. 17**. Textura může být modifikována změnou skenovací strategie. [2]



Obr. 17 – Textura aditivně zpracovaného materiálu [2]

Dle [30] navzdory rozdílnosti chemického složení a charakteru různých slitiny, při jejich zpracování pomocí SLM vykazují jejich struktury obdobné společné rysy. Většina struktur totiž vykazuje hierarchickou strukturu složenou z různých zrn na makro-úrovni, buněčné substruktury a precipitátů uvnitř těchto buněčných struktur. Výskyt této buněčné substruktury se především pojí s mikro-segregací těžkých prvků, jako jsou molybden a niob. Pro identifikaci jednotlivých fází se stejně jako u běžně zpracovaných materiálů užívá XRD metody. Tím lze navrhnout hypotézy mikrostrukturálního vývoje v průběhu aditivních procesů.

Dalším typickým znakem aditivních struktur je rozvoj nerovnovážné struktury, která je výsledkem vysoké rychlosti ochlazování. Ta se pohybuje u SLM procesů v rozsahu $10^3 - 10^8 K/s$, což je dostatečná rychlost pro vznik amorfní struktury. [2]

5.2 Porózita a defekty aditivních výrobků

Aditivní struktury jsou charakteristické tím, že obsahují značné množství defektů, které jsou výsledkem výrobního procesu. Tyto defekty mají nepříznivý vliv na vlastnosti aditivně vyrobených součástí a jejich použitelnost v praxi. Defekty snižují celkovou hustotu součásti a při působícím zatížení se v okolí těchto defektů koncentruje napětí, což může vést k předběžnému selhání součásti oproti stejným materiálům zpracovaných konvenčními metodikami. [2, 31]

5.2.1 Příčiny vzniku defektů

Mezi hlavní typy defektů a příčiny jejich vzniků patří:

- Plynové póry, které vznikají z důvodu zachyceného plynu, jehož původ je buďto v procesu atomizace nebo jako následek vlhkosti prášku a rozpuštěného vodíku. Nelze je odstranit pouhou změnou procesních parametrů.
- Keyhole póry jsou příčinou zhroucení tavné lázně. Většinou se pojí s vyššími skenovacími rychlostmi laseru a jejich vznik lze tak ovlivňovat změnou procesních parametrů.
- Nedostatečné natavení a spojení prášku může nastat při nedostatečné vložené energii z důvodu nízkého výkonu laseru nebo vysoké skenovací rychlosti. Tyto defekty jsou nejčastěji v oblastech mezi jednotlivými vrstvami.
- Vnitřní porózita vrstvy může nastat při příliš velké vzdálenosti mezi jednotlivými drahami laseru. [2]

V závislosti na výkonu laseru a skenovací rychlosti byly při zpracování materiálu Ti6Al4V definovány 4 zóny tavení ve kterých vzniká odlišná míra porózity. Jak je ukázáno na **obr. 18**, zóny II (nadměrného natavení) a III (nedostatečného natavení) jsou při dané kombinaci parametrů charakteristické vzrůstající porózitou. Zatímco v oblasti II vznikající póry jsou sférického tvaru, tak v oblasti III je jejich geometrie nepravidelná. Oblast I představuje optimální kombinaci skenovací rychlosti a výkonu laseru. Z hlediska výrobního procesu je důležité nalezení limitní hranice, při níž je získána nejnižší porózita při co největší skenovací rychlosti a tedy krátkého výrobního času. [2]



Obr. 18 – Zóny tavení určující porózitu [2]

Vliv velikosti vnesené energie na porózitu byl zkoumán také v práci [29]. Bylo ukázáno, že s rostoucí dobou působení laserového paprsku na materiál nejen že klesá podíl pórů v součásti, ale od určité doby se tento podíl stává konstantním. Na druhou stranu s rostoucím časem působení laseru se zvyšuje podíl trhlin přítomných ve struktuře materiálu.

5.2.2 Metalografická analýza defektů

Analýza pórů se odvíjí od jejich velikosti a umístění v objemu materiálu. Póry dostatečně veliké lze pozorovat pouhým okem nebo při mírném zvětšení. Při porušení součásti je klíčové pozorování lomových ploch. Z důvodu vysoké koncentrace napětí v okolí pórů vznikají lomy právě v těch rovinách, kde hustota součásti je snížena. Při analýze výskytu pórů na lomových plochách je důležitá jejich poloha. V práci [32] byly pomocí SEM analyzovány lomové plochy zkušebních vzorků. Na **obr. 19** lze vidět, že koncentrace pórů byla výrazná především při okrajích vzorku, kdy byla definována tzv. podpovrchová porózita. Důvod pro vznik této porózity leží ve změně skenovací strategie. Kdy kontury výrobku jsou laserem skenovány separátně od vnitřní oblasti průřezu z důvodu rozměrové a povrchové přesnosti a kvality. Při tomto způsobu depozice, ale může dojít ke ztrátě místní stability procesů tavení a tuhnutí.



Obr. 19 – Analýza polohy pórů na lomové ploše tahového vzorku [32]

Vyhodnocení pórů obsažených na lomové ploše je významné, ale nikterak nevypovídá o celkové pórovitosti napříč součásti. K porušení součásti nedochází vždy v místě, kde je největší pórovitost. Součást může svou geometrií zapříčinit porušení paradoxně i v místě, které je co se pórů týče nejchudší. Pro získání více odpovídajících výsledků je třeba provést analýzu pórovitosti napříč celým nebo aspoň částí vzorku. K tomu je vhodná metoda 3D rekonstrukce. Ta spočívá v provedení série metalografických výbrusů a nasnímání 2D snímků, které pomocí počítačového programu utvoří 3D rekonstruovaný model struktury. Nutno podotknout, že tato metoda může být časově náročná, lze ale aplikovat semiautomatické stroje v kombinaci s mikroskopickým zařízením. V závislosti na použitém snímacím zařízení lze vytvořit 3D rekonstrukci nejen makroskopických částic, ale také krystalografické orientace, konkrétních fází a chemického složení. Pro snížení časové náročnosti lze provést 3D rekonstrukci pouze na části součásti, pro získání spolehlivých výsledků. U aditivních výrobků tento přístup, ale může být problematický, jelikož pórovitost součásti může být v závislosti na pořadí nanesené vrstvy rozdílná ve směru depozice. Spodní vrstvy součástí jsou při zvýšené teplotě drženy po delší dobu, což může znamenat jejich menší pórovitost oproti vrstvám, které jsou kladeny ke konci procesu. Je proto dbát zřetel na vybranou oblast, která bude pórovitost a mikrostrukturální stav součásti reprezentovat. Kapitolou samo o sobě je samozřejmě časová náročnost a cenová dostupnost této technologie.[32]

Výhodnou metodou pro získání jednoznačného mikrostrukturálního stavu součásti je počítačová tomografie. Jedná se o nedestruktivní techniku, kdy skrze vzorek materiálu je pouštěno rentgenové záření. V závislosti na vnitřních defektech a rozdílné hustotě je intenzita tohoto záření snížena. Snímáním tohoto výstupního záření a převedením na elektrický signál
lze získat 2D obraz příčného průřezu. Součástí je při interakci s rentgenovým zářením otáčeno a posouváno. Tím je docíleno získání řady 2D snímků jejichž počet se odvíjí právě od velikosti posunu a jejich složením lze získat ucelený 3D model součásti s odhalenou vnitřní strukturou. Pro schopnost rozlišení jednotlivých defektů je důležitá velikost jednoho pixelu. Obsahuje-li struktura defekty menší než je právě tato velikost, jsou pomocí daného nastavení nerozlišitelné.[26]

5.2.3 EBSD analýza

Difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) je technika řádkovací elektronové mikroskopie. Jako taková se požívá především pro studium orientace zrn struktury a identifikaci přítomných fází. Významné jsou metody OIM (Orientation Imaging Microscopy), případně ACOM (Automated Crystal Orientation Microscopy), pomocí kterých se vytvářejí celé strukturní mapy, poskytující informace o orientaci nebo dezorientaci jednotlivých zrn. [33]

Princip metody spočívá v rozptylu primárního elektronového svazku v materiálu vzorku. Tímto způsobem se nepružně rozptýlené elektrony šíří nadál vzorkem. Jestliže tyto elektrony dopadají na krystalografické roviny za současného splnění Braggovy podmínky:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \tag{19}$$

Kde *n* - řád difrakce, λ - vlnová délka, d_{hkl} - mezirovinná vzdálenost a θ - úhel dopadu elektronového svazku, potom nastává difrakce[33]. Difraktované paprsky dopadají na stínítko a vytvářejí tzv. difrakční obrazce. Následuje identifikace krystalografických rovin a určení typu fáze. Poté lze stanovit orientaci krystalové mřížky. Pro zobrazení a prezentaci orientace krystalové mřížky v materiálu se používá mapa inverzního pólového obrazce. V analyzované oblasti je každému pixelu přiřazena jedinečná barva vůči makroskopickému směru. Tím vzniká dvourozměrná mapa, charakteristická vždy pro jeden makroskopický směr. Pro spolehlivost výsledků je nezbytné sestrojení těchto map v minimálně dvou různých makroskopických směrech.[33, 34]

V analýze materiálů a struktur tvořených aditivními technologiemi má EBSD metoda již dnes vysoké uplatnění. Jelikož tyto struktury jsou velmi často jedinečné svými vlastnostmi. Jejich tvorba a veškeré probíhající procesy navíc nejsou dosud zmapované. EBSD analýza je

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, Diplomová práce, akad. rok 18/19 Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

dobrým nástrojem jak se o těchto procesech dozvědět více. V práci [35] byla metoda EBSD použita pro analýzu aditivně zpracované korozivzdorné ocele o třech různých třídách. Tyto třídy byly navíc zpracovány rozdílnými parametry. Analýza odhalila, že krystalová struktura se s proměnnými parametry procesu a chemického složení prášku mění. Zatímco pro rychlost depozice 6 m/s byla u prvních dvou tříd oceli s větším obsahem Niklu (13 %, 8,5 %) struktura tvořena kolumnárními zrny s přednostní orientací ve směru depozice. U třetí třídy s obsahem niklu pod 4 % byla struktura více jemnozrnná s nízko úhlovými hranicemi zrn. Nicméně určitá přednostní orientace, i když méně výrazná, byla taktéž pozorovaná. Nicméně pro depoziční rychlost 10 m/s, již tato struktura žádnou přednostní orientaci nevykazovala. Navíc s rostoucí rychlostí depozice se ukázal i vliv na průměrnou velikost zrna, která se u třetí třídy oceli značně zmenšovala více než dvojnásobně, oproti prvním dvěma třídám, kde tyto změny byly zanedbatelné. Rozdílnost struktur detekován pomocí EBSD map je zobrazena na obr. 20.



Obr. 20 – EBSD mapy porovnávající orientaci krystalů aditivně vyrobené korozivzdorné oceli [35]

6 Návrh experimentálního programu

Mechanické vlastnosti materiálů zpracovaných SLM/SEBM procesem mohou vykazovat stejné nebo vyšší hodnoty v porovnání s konvenčně zpracovanými materiály. Nicméně problém tkví v proměnlivosti dosažených vlastností, jejich silné závislosti na aplikovaných procesních parametrech a silné anizotropii. Spolehlivost dosažených finálních vlastností také ovlivňuje druh materiálu. Spolehlivost mechanických vlastností aditivně vyrobených komponent je tak nutné ověřovat. Pro analýzu chování materiálu se jako vhodná metoda nabízí hodnocení kriteriálních parametrů tvárného poškození materiálu. Nicméně je otázkou s jakou spolehlivostí budou tyto parametry stanoveny vzhledem ke snaze provést tyto analýzy pomocí miniaturních těles. Jak bylo popsáno v teoretické části této práce, takto zpracované materiály se liší svými vlastnostmi od konvenčně zpracovaných kovových materiálů. To může ovlivnit dosažení věrohodných výsledků.[30, 32]

Experimentální část diplomové práce se zabývá následujícími materiály:

- 1. Nástrojovou ocelí H13 deponovanou pomocí SLM procesu. SLM procesem byly přímo vytvořeny miniaturní tahové vzorky pro zkoušku tahem, zkoušku tlakem a vzorky pro Small Punch Test (SPT). Pro stanovení anizotropie materiálu jsou vzorky vyrobeny ve třech rozdílných orientacích vůči směru depozice. Cílem bude stanovení vlivu orientace vzorku vůči směru depozice na výsledné mechanické vlastnosti. Snahou zároveň bude stanovit Fracture locus zpracovaného materiálu pomocí miniaturních zkušebních těles. Jednotlivé geometrie jsou navržené tak, aby pokrývaly širší spektrum stavů triaxiality. Samotné mechanické zkoušky budou doplněny fraktografickým hodnocením lomových ploch.
- 2. Inconel 718 deponovaný pomocí SEBM procesu. Cílem je zkoumání 3 vzorků, které byly deponovány s různými procesními parametry. Cílem bude ověření mechanických vlastností takto zpracovaného materiálu a to pomocí zkoušek tahem a lomové houževnatosti na miniaturizovaných zkušebních tělesech. Mechanické zkoušky budou provedeny na vzorcích, které budou extrahované v různých orientacích vůči směru depozice. Tyto zkoušky budou doplněné metalografickým hodnocením lomových ploch a EBSD analýzou.

7 Experimentální materiál

Zkoumanými materiály jsou nástrojová ocel H13 a niklová slitina Inconel 718. Materiály jsou stručně specifikovány a následně jsou charakterizována použitá výrobní zařízení a depoziční parametry pro jejich zpracování.

7.1 Ocel H13

Prvním zkoumaným materiálem je nástrojová ocel AISI H13. Jedná se o vysoce-pevnou 5% Cr nástrojovou ocel pro práci za tepla. Chemické složení je zobrazeno v **tab. 2**. Významný je obsah vanadu, který zajišťuje větší disperzi karbidů a tím i větší odolnost proti opotřebení. Zpracování nástrojových ocelí pomocí aditivních technologií je výzvou z pohledu zachování vysoké kvality materiálu. Během jejich zpracování totiž dochází k formování buněčných struktur, porózity a značných zbytkových napětí. Porózita a trhliny mohou být významně korigovány změnou parametrů, zatímco zbytková napětí a struktura pouze částečně. Proto je používáno tepelné zpracování, které ovšem zvyšuje náklady na výrobu. V současnosti většina zpracovaných materiálů pomocí AM vyžaduje následné tepelné zpracování pro docílení vlastností jako konvenčně zpracované materiály. [16, 30, 36]

Tab. 2 – Chemické složení prášku oceli H13

Prvek	Fe	С	Mn	Si	S	Р	Ni	Cr	Mo	Cu	V	Nb	Ti	Al
hm%	zbytek	0,42	0,44	0,85	0,01	0,01	0,01	5,2	1,5	0,1	1,04	<0,01	0,01	0,01

Z oceli H13 byly vyrobeny miniaturní zkušební tělesa aditivní technologií pomocí stroje SLM 280HL (SLM Solutions AG, Německo). Zařízení je vybaveno YLR vláknovým laserem (IPG Photonics), který má nominální výkon 400 W. Tloušťka jedné depoziční práškové vrstvy byla nastavena na 30 µm. Velikost částic prášku se pohybovala v rozmezí 10 - 45 µm (prášek byl dodán společností SLM Solutions AG). Jednotlivé vrstvy byly exponovány laserovým svazkem v oblastech odpovídajících plošné sekci vzorku. Rychlost skenu laseru byla 610 mm/s a výkon 175 W. Parametry byly po celou dobu procesu konstantní. Při skenování jednotlivých vrstev byly dané oblasti průřezu rozděleny na sekce, které byly exponovány laserem v několika drahách, přičemž směr drah laseru v sousedících sektorech byl vždy otočen o 60 ° po směru hodinových ručiček. Tato skenovací strategie by měla zajistit lepší spojení jednotlivých natavených oblastí a minimalizovat zbytková pnutí. Pro povrchové vrstvy žádný dodatečný skenovací režim nastaven nebyl. Výrobní proces probíhal v komoře

s přívodem dusíku, zatímco obsah kyslíku byl držen pod hodnotou 0,02 hm%. Základová deska stroje byla předehřáta na maximální možnou teplotu 200 °C, kterou zařízení umožňuje.

7.2 Inconel 718

Jedná se o vysokopevnostní vytvrditelnou slitinu na bázi niklu. Superslitina Inconel 718 je určena do extrémních provozních podmínek za vysokých a nízkých teplot, vysoce korozního prostředí a dalších speciálních aplikací. Přednosti této niklové superslitiny jsou vysoká žáruvzdornost, žáropevnost, únavová pevnost a rozměrová stálost. Inconel 718 byl vyvinut pro aeronautiku, dnes je využíván hojně všude tam, kde je potřeba vysoká pevnost při extrémních teplotách, navíc v chemicky agresivním prostředí. [37]

Inconel 718 vykazuje vynikající mechanické vlastnosti v širokém rozsahu provozních teplot od -250 °C, jako materiál pro zásobníky tekutých plynů, do 700 °C pro turbínové aplikace. Tato slitina má také skvělé technologické vlastnosti a excelentní korozní odolnost. Skvělé vlastnosti této oceli jsou dány jedinečnou mikrostrukturou, která se stává z matrice γ , precipitátů γ'' , γ' , δ a karbidů. Matrice γ je tuhý roztok slitinových prvků jako Cr, Fe, Mo v Ni a má kubickou plošně středěnou krystalovou mřížku. γ" je metastabilní fází (Ni3Nb), s tetragonální prostorově centrovanou mřížkou. Je to hlavní zpevňující fáze v inconelové slitině 718 a množství této frakce ve struktuře je typicky 15 – 20 %. V okamžiku vystavení vysoké teplotě po dostatečně dlouhou dobu, γ " primárně transformuje na stabilní fázi δ . δ fáze je stabilní forma Ni3Nb s ortorombickou krystalickou strukturou. Je známo, že přítomnost fáze δ ve větším množství je nežádoucí, ale její precipitace na hranicích zrn brání dalšímu hrubnutí zrna, čili v této formě má také pozitivní vliv na mechanické vlastnosti. V mikrostruktuře je také přítomna fáze γ' , ale vzhledem k jejímu nízkému zastoupení, má pouze vedlejší vliv na vlastnosti. Při teplotách nad 700 °C a dlouhé expozici, γ " transformuje na δ fázi, takže tato transformace stanovuje horní teplotní limit pro provozní podmínky Inconelu 718. [37]

Depozice byla provedena pomocí EBM zařízení Arcam A2 (Arcam AB, Mölndal, Švédsko). Depozice byla provedena za teploty základové desky 950 °C, tlak komory byl nastaven na 2×10^{-3} mbar a atmosféra byla tvořena héliem. Inconel 718 vstupoval do procesu v podobě zatomizovaného prášku s rozdělením velikosti částic mezi 45 – 105 μm . Materiál byl dodaný společností TLS Tehnik BmgH and Co. Spezialpulver, Bitterfeld, Německo. Části prášku vykazovaly sférickou morfologii s několika satelity a sníženou zbytkovou porózitou. Prášek byl recyklovaný v procesu SEBM zhruba 25 krát. Chemické složení uváděné dodavatelem je uvedeno v **tab. 3.** Obsahy O a N byly měřeny zvlášť před výrobou pomocí metody plynové chromatografie. Rozměry deponovaných vzorků byly 15 x 15 x 90 mm (XYZ) a se základovou deskou komory byly spojeny standardními válcovými podporami o průměru 1 mm. Během jednoho procesu bylo vyrobeno celkem 16 vzorků s rozdílnými procesními parametry. Parametry SEBM procesu pro 3 vzorky zkoumané v této práci jsou shrnuty v **tab. 4**. Procesní parametry byly pro jednotlivé vzorky konstantní, kromě vzorku 11, kdy při dosažení výšky 75 mm došlo k jejich změně.

Tab. 3 – Prvkové složení slitiny Inconel 718

Prvek	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	Co	С	0	Ν
Hm%	53,07	19,33	zbytek	5,20	2,99	0,96	0,5	0,29	0,028	0,0069	0,0021

Vzorek číslo	Krystalová struktura	Skenovací rychlost [mm/s]	Vzdálenost drah [mm]	Výkon svazku [W]
3	Monokrystal	7000	0,03	546
4	Kolumnární	3333	0.03	300
11	Mono/Kolumnární	7000/3333	0.03/0.03	546/300

Tab. 4 – Procesní parametry zpracování Inconelu 718

8 Provedení mechanických zkoušek

V následujících podkapitolách je popsána metodika prováděných zkoušek miniaturních těles, včetně přípravy zkušebních vzorků.

8.1 Příprava zkušebních vzorků - H13

U žádných vzorků nebylo prováděno dodatečné tepelné zpracování. Byly vyrobené vzorky pro tahové, tlakové a SPT zkoušky. Aktivní části vzorků byly ve všech případech obrobeny. Vzhledem k malým rozměrům byl pro měření deformací využíván systém digitální obrazové korelace. Na povrch vzorku bylo nutné nastříkat kontrastní patern, který byl snímán pomocí kamer. Vzhledem k zhoršenému povrchu vzorků a jeho odlupování během zkoušek bylo toto měření obtížněji proveditelné. Jednotlivé geometrie jsou zobrazeny na **obr. 21**. V **tab. 5** je uvedené označení těchto vzorků vzhledem k typu geometrie a orientaci, základní rozměry a vyrobený počet pro každou geometrii.



Obr. 21 – Geometrie zkušebních miniaturních těles z oceli H13

Orientace vzorků jsou navržené vzhledem k souřadnému systému *XYZ*, kde *Z* – směr depozice, *X* – směr roztírání prášku a *Y* – šířka depoziční komory. Geometrie jsou označené zkratkami, T – tahové vzorky ploché, TN – tahové vzorky s vrubem, C – tlakové vzorky, P – small punchové vzorky. Tahové vzorky vyrobené ve směru depozice jsou označené (*ZXY*), horizontálně orientované (*XZY*) a vzorky ve sklonu 45° od směru depozice (*45XY*). Vzorky kruhového průřezu C a P jsou označené vždy tou osou souřadného systému, se kterou je jejich

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní,Diplomová práce, akad. rok 18/19Katedra materiálu a strojírenské metalurgieBc. Daniel Melzer

osa rotace rovnoběžná. Pro případ tlakového vzorku tedy ve směru vertikálním - Z, horizontální orientace - X a vzorek deponovaný se sklonem 45° od směru depozice - 45. Použité značení je v souladu s návrhem ASTM WK49229 [38].

Geometrie	Označení	Orientace	průměr vnější	průměr vnitřní	а	b	h	Počet
			mm	mm	mm	mm	mm	
		XZY	-	-	1	1	-	3
Tah	Т	ZXY	-	-	1	1	-	3
		45XY	_	_	1	1	-	3
T 1	Tah svrubem	XZY	-	-	1	1	-	3
Tah s		ZXY	-	_	1	1	_	3
viubeili		45XY	-	-	1	1	-	3
		Х	3,6	-	-	-	5,5	3
Tlak	С	Z	3,6	_	-	-	5,5	3
		45	3,6	_	-	-	5,5	3
Small		Х	12,5	-	-	-	0,4	3
Punch Test	Р	Z	12,5	-	-	-	0,4	3
		45	12,5	-	-	-	0,4	3

Tab. 5 – Soupis vzorků z oceli H13

8.2 Příprava zkušebních vzorků - Inconel 718

V případě Inconelu 718 byl materiál zpracován do bloků o rozměrech 16x15x85 mm. Tyto bloky byly podélně rozděleny na dvě části A/B a každá z částí následně rozdělena na část horní a dolní, viz **obr. 22a**. Předmětem experimentu byly bloky vzorků 3, 4 a 11 ze spodní části. Z těchto bloků byly extrahované zkušební mikro-tahové vzorky ve dvou směrech po pěti kusech a vždy dvě miniaturní 0,16T-CT tělesa pro zkoušku lomové houževnatosti, každé v jiné orientaci vůči směru depozice. Rozřezový plán je zobrazen na **obr. 22b** a **tab. 6** uvádí soupis těchto zkušebních těles, jejich označení, orientaci a počet.



Obr. 22 – a) Rozdělení bloku materiálu inconel 718, b) rozřezový plán

Zkouška	Označení	Vzorek	Orientace	Počet
		2 A D	XZY	5
		JA-D	ZYX	5
Tal	MTT	4 A D	XZY	5
Tan	MIII	4 А-В	ZYX	5
		11 A D	XZY	5
		IIA-D	ZYX	5
		2 A D	XZM	1
		ЭА-D	XZE	1
Lomová	ID	4 A D	XZM	1
houževnatost	J-K	4 А- D	XZE	1
		11 A D	XZM	1
		IIA-B	XZE	1

Tab. 6 – Soupis vzorků z materiálu Inconel 718

8.3 Mechanické zkoušky H13

8.3.1 Zkoušky tahem

Zkušební sestava pro miniaturizovaná tahová tělesa je zobrazena na **Obr. 23 vlevo**. Postup zkoušení pro vzorky geometrie T (**obr. 8a**) probíhal v souladu s vnitřním zkušebním předpisem společnosti COMTES FHT [39], který byl navržen vzhledem k normám ČSN EN ISO 6892-1 a ASTM E8 [40, 41]. Použité zkušební zařízení byl stroj LabControl s lineárním pohonem, s maximální silovou kapacitou 5kN. Zkoušky proběhly za pokojové teploty a kvazistatických podmínek zatěžování. Vzhledem k malým rozměrům těles, byla pro měření deformace vzorků v průběhu zkoušky zvolena metoda digitální obrazové korelace (DIC) pomocí virtuálního extenzometru systému ARAMIS. Vzhledem k malým rozměrům bylo použito snímání pouze pomocí jedné kamery. Na plochu vzorků byl nastříkán kontrastní rastr. Deformační rychlost byla nastavena na hodnotu $\dot{\varepsilon} = 0,0005 \text{ s}^{-1}$.

8.3.2 Zkoušky tlakem

Testy zkušebních těles byly pro zajištění tuhosti stroje provedeny na servohydraulickém zařízení s kapacitou zatížení 500 kN. Zkušební vzorky geometrie C a CN byly obrobeny na rozměry d = 3,6 mm a h = 5,5 mm. Výška vzorků h, H a CS byla ponechána větší, aby se snížila pracnost výroby. Zkoušky proběhly za pokojové teploty s rychlostí příčníku 0,25 mm/min. Deformace vzorku byla v tomto případě snímána dvěma kamerami a 3D deformační pole bylo vyhodnoceno systémem ARAMIS. Současně bylo použito jedné kamery a systému Mercury RT (real-time tracking), pro snímání vzájemného pohybu čelistí. Z toho důvodu byly kromě ploch vzorků kontrastním vzorem nastříkány i čelisti zkušebního stroje. Zkušební sestava je znázorněna na obr. 23 vpravo. Tření mezi vzorky a čelistmi bylo eliminováno nanesením měděné pasty.

8.3.3 Zkoušky SPT (biaxiální test)

Biaxiální zkoušky byly provedeny za pokojové teploty na servo-hydraulickém stroji s využitím zkušebního přípravku pro SPT test, viz Obr. 24a. Do zkušebního tělesa v podobě disku byla vtlačována ocelová kalená kuličky o průměru 2 mm. Deformace a posunutí razníku přípravku byla měřena pomocí mechanického extenzometru, viz Obr. 24b. Rychlost vtlačování kuličky byla nastavena na 0,25 mm/min.



Obr. 23 – Zkušební sestavení zkoušek tahem (vlevo), tlakem (vpravo)



Obr. 24 – a) Model zkušebního přípravku, b) Zkušební sestavení zkoušky SPT

8.4 Mechanické zkoušky Inconel 718

8.4.1 Zkoušky tahem

Zkušební sestava, použité stroje, měřící systémy a postup provedení mikro-tahových testů zkušebních těles z inconelové slitiny byly naprosto totožné s provedením testů materiálu H13. Nicméně byla použita rozdílná zkušební geometrie, viz **Obr. 8b**) v teoretické části. Zkoušky probíhaly za pokojové teploty za podmínek kvazistatického zatěžování. Deformační rychlost byla nastavena na hodnotu $\dot{\varepsilon} = 0,0005 \text{ s}^{-1}$.

8.4.2 Zkoušky lomové houževnatosti

Cílem zkoušek lomové houževnatosti inconelových vzorků bylo stanovení J-R křivek lomové houževnatosti na vzorcích typu 0,16T-CT. Zkoušky byly provedeny v souladu se standardem ASTM E 1820 – 11 – (Standard Test Method for Measurement of Fracture toughness) [18]. Zkoušky spočívaly v přípravě zkušebních těles nakmitáním únavové trhliny na požadovanou délku na magnetorezonančím zkušebním stroji Rumul Testronic. Finální nakmitaná délka trhliny je dána podílem a/W = 0,5 a hodnotou faktoru intenzity napětí $K_{final} = 16 MPa\sqrt{m}$. Následně byly vzorky opatřeny bočními vruby. Po této přípravě následovala samotná procedura zkoušení. Pro získání J-R křivek lomové houževnatosti byla z hlediska malého množství materiálu použita metoda jednoho tělesa (Unloading Compliance – UC. Na **obr. 26** je znázorněn příklad záznamů pro stanovení J-R křivky metodou UC pro zkušební vzorek 3A-B_XZE. Jednotlivá elastická odlehčení mají odlišný sklon v závislosti na aktuální délce trhliny. Zkouška byla provedena na servohydraulickém stroji MTS s testovací procedurou J-R křivky. Pro snímání rozevření vrubu vzorku byl použit tenzometrický COD extenzometr se speciálně navrženými konci ramen. Rozevření vzorku se měřilo z jeho vnější části. Zkušební sestava zkoušky je zobrazena na **obr. 25**.



Obr. 25 – Zkušební sestava zkoušky lomové houževnatosti



Obr. 26 – Graf závislosti síla – posunutí zatěžující síly – vzorek 3A-B_XZE

9 Vyhodnocení výsledků mechanických zkoušek

V následujících podkapitolách jsou prezentovány dosažené výsledky provedených mechanických zkoušek materiálů H13 a Inconel 718. Jsou zde shrnuty naměřené křivky a tabulky s výslednými hodnotami.

9.1 Výsledky H13

Výsledky mikro-tahových zkoušek oceli H13 jsou uvedeny v **grafu 1** a číselné porovnání v **tab. 7**. Pro vzorky geometrie T výsledky ukazují rozdílné hodnoty meze pevnost a kluzu v závislosti na orientaci vzorků. Vzorky XZY (horizontální) vykazují lepší mechanické vlastnosti oproti vzorkům ZXY (vertikálním). Tyto výsledky se shodují s teoretickými poznatky, které tento jev přisuzují rozdílnému počtu deponovaných vrstev, které je třeba nanést vzhledem k rozdílné orientaci. Vzorky o orientaci 45XY (šikmé) svými hodnotami leží mezi těmito extrémy.

Tahové vzorky s vrubem geometrie TN vykazují více konzistentní výsledky. Závislost výsledků na orientaci je oproti T vzorkům zanedbatelná. Nicméně při porovnání hodnot deformace se ukazuje, že TN vzorky vykazují neobvyklé chování, při kterém je hodnota plastického přetvoření vyšší oproti T vzorkům. Vysvětlení tohoto fenoménu je uvedeno v kapitole Fraktografie.



Graf 1 – Výsledky mikrotahových zkoušek vzorků T a TN z oceli H13

M and	Teplota	a ₀	b ₀	au	bυ	R _{p0,2}	R _m	Ag	Z
Vzorek	°C	mm	mm	mm	mm	MPa	MPa	%	%
T9_XZY	25	1	1	0,92	0,97	1545	1868	1	11,6
T10_XZY	25	1	1	0,94	1,01	1583	1910	1,5	6,9
Průměr	-	-	-	-	-	1564	1889	1,45	9,25
Standardní odchylka	-	-	-	-	-	26,9	29,7	0,1	3,3
T8_ZXY	25	1	1	0,95	0,98	1469	1596	0,4	7,8
T9_ZXY	25	1	1,1	0,97	1,01	1386	1526	0,4	7
T10_ZXY	25	1	1	0,95	0,98	1408	1518	0,35	11,4
Průměr	-	-	-	-	-	1421	1546,7	0,4	8,7
Standardní odchylka	-	-	-	-	-	43	42,9	0,1	2,3
T8_45XY	25	1	1	0,97	0,96	1399	1750	0,98	12,1
T9_45XY	25	1,1	1,1	0,97	0,96	1582	1710	0,6	15,5
Průměr	-	-	-	-	-	1490,5	1730	0,8	13,8
Standardní odchylka	-	-	-	-	-	129,4	28,3	0,3	2,4
T11N_XZY	25	1	0,9	0,93	0,9	2172	2213	0,3	5,7
T13N_XZY	25	1	1	0,93	1	1991	2058	0,23	9,8
Průměr	-	-	-	-	-	2081,5	2135,5	0,265	7,75
Standardní odchylka	-	-	-	-	-	127,99	109,60	0,05	2,90
T11N_ZXY	25	1	1	0,93	0,9	2006	2086	0,4	9,9
T13N_ZXY	25	1	1	0,94	1	2074	2098	0,25	5 <i>,</i> 6
Průměr	-	-	-	-	-	2040	2092	0,325	7,75
Standardní odchylka	-	-	-	-	-	48,1	8,5	0,1	3,0
T11N_45XY	25	1	1	0,92	0,9	1955	2068	0,4	10
T13N_45XY	25	1	1	0,94	1	2034	2079	0,3	8,4
Průměr	-	-	-	-	-	1994,5	2073,5	0,35	9,2
Standardní odchylka	-	-	-	-	-	55,86	7,78	0,07	1,13

Tab. 7 – Výsledky mikro tahových zkoušek oceli H13

Na následujících **grafech 2** a **3** jsou zobrazeny výsledné křivky zkoušek tlakem vzorků C a biaxiálních zkoušek, přičemž větší rozdíly plynoucí z vlivu orientace vyrobených vzorků lze pozorovat pouze u SPT zkoušek, viz **Graf 3**. Pro přehlednost nejsou v grafech uvedeny křivky všech měření, ale pouze výběr z každé skupiny.



9.2 Vyhodnocení Fracture Locus

Elastické chování a plastické zpevnění bylo stanoveno ze zkoušek MTT a vyhodnocených true strain – true stress křivek. Byl definován Youngův modul pružnosti v tahu a Johnson-Cookeův (JC) model plasticity. Tento empirický konstitutivní vztah je většinou používán k zachycení citlivosti rychlosti deformace a vlivu teploty na materiál. V tomto případě tyto vlivy nejsou brány v potaz. J-C model byl shledán vhodným a užitečným díky své jednoduchosti. Zjednodušený vzorec J-C modelu bez vlivu rychlosti deformace a teploty je dán vztahem (20) [42]:

$$\sigma_Y = Re + B\dot{\varepsilon}^{p^n} \tag{20}$$

Kde parametr Re je mez kluzu materiálu, zatímco parametry B a n jsou materiálové konstanty pro stanovení exponenciální vývoje (průběhu), který reprezentuje true strain – true stress křivku.

Veškeré testy byly simulované pomocí softwaru Abaqus/Standard pro stanovení stavu napjatosti za daných podmínek triaxiality. Tahové testy byly simulovány jako polovina symetrického modelu, tlakové testy jako 1/8 modelu s koeficientem tření 0,2 a SPT test jako 2D asymetrická úloha. Pro každý vzorek byl vybrán jeden element, kde byla vyhodnocena triaxialita a položena proti von Misesově plastické deformaci. **Graf 4** zobrazuje souhrn výsledků, kde křivky končí na hodnotě lomu vyhodnoceném z posunu extenzometru. Vybrané elementy jsou místně označeny křížkem. Některé výsledky simulací s vybranými elementy pro určení triaxiality jsou uvedeny na obr. 27. Výsledky reprezentují von Misesovu plastickou deformaci v okamžiku lomu (s výjimkou tlakových vzorků, u kterých k lomu během zkoušky nedošlo). Pro další výpočty, lomová deformace tlakových vzorků byla stanovena odhadem 1,5.

Na základě výše dosažených výsledků stavů napjatosti a lomové deformace vybraných elementů, byl stanoven rozšířený Mohr-Coulomb lomový model (MMC). Tahové vzorky typu T nebyly brány v potaz vzhledem k vysokému vlivu porózity na výsledné hodnoty deformace. Výsledné konstanty MMC modelu jsou C1 = 0,331, C2 = 255,701 a C3 = 1,845. Při dosažení co nejoptimálnější polohy je, navržena podoba kriteriální plochy tvárného porušení. Kriteriální plocha tvárného porušení je dána vztahem (21) a je zobrazena v souřadnicích Lomové přetvoření – Lodeho úhel – triaxialita napětí na **grafu 5**.



Graf 4 – Diagram deformačních cest položených proti von Misesově deformaci



Obr. 27 – Simulace testů pro určení triaxiality, a) T; b) TN; c) C; d) SPT

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Diplomová práce, akad. rok 18/19 Bc. Daniel Melzer

$$\overline{\varepsilon_f} = \left\{ \frac{A}{c_2} \cdot \left[c_3 + \frac{\sqrt{3}}{2 - \sqrt{3}} (1 - c_3) \cdot \left(\sec\left(\frac{\overline{\Theta}\pi}{6}\right) - 1 \right) \right] \cdot \left[\sqrt{\frac{1 + c_1^2}{3}} \cos\left(\frac{\overline{\Theta}\pi}{6}\right) + c_1 \left(\lambda + \frac{1}{3} \sin\left(\frac{\overline{\Theta}\pi}{6}\right) \right) \right] \right\}$$
(21)



Graf 5 – Fracture Locus oceli H13 dle MMC

9.3 Výsledky Inconel 718

Graf 6 zobrazuje výsledné křivky zkoušek tahem miniaturních vzorků z inconelové slitiny. Pro přehlednost graf neobsahuje křivky všech naměřených vzorků, ale pouze reprezentativní ukázky pro každou skupinu. Na první pohled jsou patrné rozdíly mezi orientacemi XZY a ZYX. Zatímco vertikálně orientované vzorky vykazují vyšší hodnoty meze pevnosti a meze kluzu, horizontální vzorky jsou charakteristické vyšší tažností. Při porovnání hodnot meze pevnosti a kluzu uvedených v **Tab. 8** je zřejmé, že průměrné hodnoty těchto materiálových charakteristik jsou si pro jednotlivé skupiny vzorků 3, 4 a 11 velice blízké. A to navzdory faktu, že byly aditivně vyráběny s jinými hodnotami procesních parametrů, což mělo zajistit rozdílné mikrostruktury, viz kapitola 5.



Graf 6 - Reprezentativní záznamy zkoušek MTT Inconelu 718

	Teplota	a ₀	b ₀	au	bu	R _{p0,2}	R _m	Ag	A ₅	Z
Specimen	°C	mm	mm	mm	mm	MPa	MPa	%	%	%
3A_B_1_ZYX	23	0,53	1,00	0,29	0,94	1066,2	1234,9	4,7	4,9	48,6
3A_B_2_ZYX	23	0,53	1,00	0,32	0,96	1057,3	1213,2	5,2	5,8	42,1
3A_B_3_ZYX	23	0,53	1,00	0,34	0,91	1069,1	1253,7	5,2	5,4	41,5
3A_B_4_ZYX	23	0,54	1,00	0,38	0,94	1055,0	1215,4	5,0	5,4	34,7
3A_B_5_ZYX	23	0,54	1,00	0,36	0,91	1067,3	1176,8	2,9	3,0	38,5
Průměr	-					1063,0	1218,8			
Standardní odchylka						6,4	28,7			
3A_B_1_XZY	23	0,52	1,00	0,25	0,95	849,7	860,3	6,2	7,6	54,9
3A_B_2_XZY	23	0,53	1,00	0,28	0,95	885,5	912,6	6,8	19,8	50,7
3A_B_3_XZY	23	0,53	1,00	0,26	0,96	887,3	895,4	14,0	15,0	52,8
3A_B_4_XZY	23	0,51	1,00	0,39	0,99	827,9	871,9	11,8	17,2	25,4
3A_B_5_XZY	23	0,55	1,01	0,26	0,95	836,7	846,3	3,9	42,4	56,2
Průměr	-					857,4	877,3			
Standardní odchylka						27,6	26,7			
4A_B_1_ZYX	23	0,54	1,00	0,29	0,94	994,5	1186,9	6,0	6,2	49,9
4A_B_2_ZYX	23	0,55	1,00	0,36	0,95	1027,3	1208,6	4,9	5,3	38,3
4A_B_3_ZYX	23	0,54	1,00	0,33	0,93	987,1	1185,4	6,4	6,7	42,6
4A_B_4_ZYX	23	0,54	1,00	0,27	0,87	953,6	1168,7	8,9	9,4	55,9
4A_B_5_ZYX	23	0,54	1,00	0,30	0,88	1031,8	1223,9	4,9	5,1	51,3
Průměr	-					998,9	1194,7			
Standardní odchylka						32,0	21,6			
4A_B_1_XZY	23	0,52	1,00	0,25	0,92	747,2	855,5	23,7	26,2	55,7
4A_B_2_XZY	23	0,52	1,00	0,27	0,92	765,4	860,0	27,5	30,4	52,6
4A_B_3_XZY	23	0,52	1,01	0,29	0,93	739,8	844,0	20,4	22,0	49,4
4A_B_4_XZY	23	0,51	1,00	0,26	0,94	783,0	894,3	36,1	39,1	52,6
4A_B_5_XZY	23	0,53	1,01	0,28	0,93	747,3	859,2	36,0	39,2	51,3
Průměr	-					756,6	862,6			
Standardní odchylka						17,5	18,8			
11A_B_1_ZYX	23	0,52	1,05	0,31	0,94	1010,7	1188,8	5,4	5,6	47,5
11A_B_2_ZYX	23	0,53	1,04	0,34	0,96	1014,4	1195,5	5,5	6,0	41,2
11A_B_3_ZYX	23	0,54	1,03	0,31	0,95	1031,8	1204,2	5,3	5,6	47,9
11A_B_4_ZYX	23	0,53	1,02	0,32	0,91	1052,2	1199,4	4,2	4,5	45,8
11A_B_5_ZYX	23	0,54	1,03	0,31	0,94	1018,5	1164,7	4,1	4,4	47,5
Průměr	-					1025,5	1190,5			
Standardní odchylka						16,9	15,5			
11A_B_1_XZY	23	0,50	1,01	0,27	0,90	821,3	858,9	26,3	29,3	51,7
11A_B_2_XZY	23	0,52	1,00	0,24	0,96	903,4	903,9	19,8	21,3	56,6
11A_B_3_XZY	23	0,52	1,03	0,28	0,93	772,7	823,2	28,6	30,6	52,2
11A_B_4_XZY	23	0,53	1,00	0,31	0,94	827,2	842,3	20,9	23,1	44,4
11A_B_5_XZY	23	0,52	1,00	0,25	0,91	813,6	851,3	21,8	23,9	56,8
Průměr	-					827,7	855,9			
Standardní odchylka						47,4	30,0			

Tab. 8 – Výsledky mikro tahových zkoušek Inconelu 718

Vyhodnocené J-R křivky lomové houževnatosti dle standardu ASTM E 1820-11 jsou uvedeny v **grafu 7**. Pro všechny křivky byly zkonstruovány čáry otupení dle vzorce

$$J = M\sigma_{\rm Y}\Delta a \tag{21}$$

Kde, M = 2 a $\sigma_Y = \frac{R_{P0,2} + R_m}{2}$. Jelikož je materiálové chování závislé na orientaci vzorků vůči směru depozice a způsobu zpracování, byla pro každou J-R křivku zkonstruována vlastní čára otupení s rozdílným sklonem, dle odpovídajících hodnot meze kluzu a pevnosti ze zkoušek tahem. Nicméně vzhledem k nepatrným rozdílům těchto sklonů, byly čáry otupení pro jednotlivé směry zprůměrovány a nahrazeny jednou výslednou čárou otupení. Posunutím takto vytvořené čáry otupení o 0,2 mm je získána rovnoběžka, označena jako čára otupení 0,2 mm, jejíž průsečík s příslušnou J-R křivkou udává provizorní hodnotu J-integrálu J_Q, která se stává platnou hodnotou J_{IC} při splnění řady podmínek dle standardu. V rámci vyhodnocení kritérií platnosti všech těles se ukázalo, že veškerá kritéria platnosti dle uvedené normy splněna nebyla. Stanovené provizorní hodnoty J-integrálu J_Q tak nemohou být vzaty jako platné hodnoty lomové houževnatosti J_{IC}, resp. K_{JC}. **tab. 9** uvádí souhrn stanovených hodnot J_Q a K_{JQ}.



Graf 7 – J-R křivky lomové houževnatosti Inconelu 718

Vzenek	W	В	B _N	\mathbf{a}_0	a _f	$\mathbf{J}_{\mathbf{Q}}$	K _{JQ}
v zorek	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	$[kJ/m^2]$	[MPa.m ^{1/2}]
3A-B_XZE	8,00	3,99	3,20	4,91	6,02	88	110
3A-B_XZM	8,01	4,00	3,20	4,94	6,11	170	154
4A-B_XZE	7,99	4,00	3,20	5,10	6,26	151	145
4A-B_XZM	8,00	4,01	3,20	5,26	6,43	198	166
11A-B_XZE	8,01	4,00	3,20	5,25	6,11	74	102
11A-B_XZM	8,00	3,99	3,20	4,96	6,13	210	171

Tab. 9 – Výsledné hodnoty lomové houževnatosti Inconel 718

10 Mikrostrukturní analýzy vzorků

Mechanické zkoušky vzorků byly doplněné metalografickým hodnocením materiálu. V případě materiálu H13 se jednalo především o fraktografii lomových ploch zkušebních vzorků. Inconel 718 byl hodnocen pomocí EBSD analýzy pro hodnocení mikrostruktury a následným hodnocením charakteru lomových ploch zkušebních vzorků.

10.1 Fraktografie H13

Fraktografické hodnocení proběhlo pro vybrané reprezentativní vzorky všech geometrií pomocí skenovacího elektronového mikroskopu. Hlavní důraz byl kladen na zkoumání tahových vzorků a rozdílů mezi hodnotami geometrií T a TN, viz **obr. 28**. Makrostruktura lomu byla totožná pro všechny zkoušené vzorky. V oblasti blízko povrchu vzorku byla část lomové plochy šikmého charakteru (1). Vnitřní oblast lomu byla rovinná a kolmá na podélnou osu vzorku. Jsou patrné smykové hřebeny, které znázorňují místa spojení rozdílných rovin na lomové ploše. Šikmý lom v blízkosti hran vznikl tvárným mechanismem, má jamkovou morfologii (4). Vnitřní část lomové plochy je částečně tvořena křehkým (5) a tvárným (6) lomem, přičemž křehká část převažuje.



Obr. 28 – Lomové plochy, a)T9 ZXY; b) T11N ZXY; c) a d) T9

Velké množství pórů v podobě kulových dutinek je zřetelných na lomové ploše (3). Zhruba 10 – 20 % lomové plochy je pokryto póry. Při porovnání lomových ploch tahových vzorků typu T a TN je zřejmé, že lomová plocha těles TN obsahuje značně menší množství pórů. Vysvětlení pro tento jev lze nalézt v rozdílnosti geometrií. Vzorky typu T mají tělo vzorku značně větší a tedy i větší oblast, kde k lomu tělesa může dojít. Póry místně oslabují materiál a k lomu dojde v místě jejich největší koncentrace. Oproti tomu vzorky TN mají tělo vzorku značně menší a opatřené vrubem. Geometrie sama o sobě tedy stanovuje místo, kde dojde k porušení vzorku a vliv pórů není vzhledem ke geometrii rozhodující.

10.2 Metalografie Inconel 718

Pro Inconel 718 byl pomocí EBSD analýzy zkoumán vztah mezi procesními parametry a mikrostrukturou. Je známo, že struktura součástí, které jsou vytvářeny metodou SEBM, může být silně ovlivněna nastavenými procesními parametry. Obrázky **29**, **30** a **31** zobrazují vytvořené mapy EBSD analýzy provedené na vzorcích 3, 4 a 11, pro ověření orientace zrn materiálu. Pro každý vzorek jsou uvedeny skeny 3 základních směrů TD (podélný ve směru depozice) RD a ND (příčný a normálový směr). Vzorky 3 a 4 byly vyráběny s konstantními procesními parametry napříč celou výškou vzorku. U vzorku 3 se

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

povedlo dosáhnout technicky monokrystalové struktury pomocí procesních parametrů uvedených již dříve v tab. 3. Aby se struktura dala považovat za monokrystal, je třeba dodržení úhlové odchylky hranic zrn do 10 ° v rámci celé součásti. Vyrobený materiál splňuje tuto definici, což bylo ověřeno pomocí EBSD analýzy. Na obr. 29 lze vidět, že prvních 10 mm výšky vzorku vypadá jako oblast výběru orientace zrn pro monokrystal. Prakticky na výstupu materiálu ze základové desky je přítomný nekonečný počet různých orientací zrn. Pouze jeden z nich je ideální pro podmínky tuhnutí implikovaných vybranými procesními parametry. Monokrystalová struktura se tak může vyvíjet. Je evidentní, že monokrystalické jádro vzorku je obklopeno slupkou tvořenou polykrystalickou strukturou. V blízkosti povrchu vzorku dominuje zrnitá struktura v podobě dovnitř rostoucích jemných sloupcových zrn. Jejich růst je iniciován nukleací z okolních oblastí základové desky. Tato oblast je široká asi 1,5 mm a jedná se o velmi známý fenomén v technologii SLM a SEBM. Podél této oblasti ve směru výšky lze pozorovat několik defektů v podobě shluků "zbloudilých" zrn a nedostatečného natavení prášku. To jsou vlastnosti plynoucí spíše z důvodu stáří prášku nežli nastavených procesních parametrů. O fenoménu částečně se snižující kvality inconelového prášku s rostoucím počtem recyklace pojednává práce [43], kde bylo ukázáno, že tyto vady jsou zapříčiněny akumulací oxidů na částicích prášku. Vzorek 4 vykazuje typickou zrnitou mikrostrukturu se silnou orientaci <001> vláken paralelních ke směru depozice. To je typická struktura pro SEBM technologii. Ta vychází z epitaxiálního růstu a ostrých teplotních gradientů převážně paralelně orientovaných ke směru depozice. EBSD mapa tohoto vzorku je na obr. 30.



Obr. 29 – EBSD mapa vzorku 3

Z důvodu výroby vrstvu po vrstvě není pouze možnost vytvářet díly s rozdílnými mikrostrukturami. Lze také provést změnu procesních parametrů v průběhu výroby jedné součásti a tím dosáhnout rozdílné mikrostruktury v rámci jedné součásti. To je ukázáno na vzorku 11. Zde výroba začala s procesními parametry odpovídající vzorku 3 a následně při dosažení výšky 75 mm, byly procesní parametry nastaveny jako u vzorku 4. Přechod mezi dvěma rozdílnými strukturami je zřetelně viděn na **obr. 31**.



Obr. 31 – EBSD mapa vzorku 11

Vysoká teplota během výroby SEBM vede v podstatě k in-situ tepelnému zpracování již deponovaných vrstev. V případě IN718 může být tento efekt vysledován s ohledem na precipitaci δ – fáze. To bylo ukázáno již v práci [44, 45]. Zde je ukázáno, že, obsah δ – fáze je silně závislý na výšce deponovaného tělesa nebo času výroby, respektive: čím dále se

nacházíme od vrcholu vzorku, tím větší obsah $\delta - f$ áze materiál obsahuje, to značí konec precipitace. Tato fáze negativně ovlivňuje mechanické vlastnosti ze dvou důvodů. Jednak snižuje obsah zpevněné fáze γ ", a také drasticky snižuje houževnatost utvářenými deskami křehké $\delta - f aze$.

U odzkoušených vzorků pro měření lomové houževnatosti byla provedena faktografická analýza lomových ploch. Cílem bylo zjistit, zda se charakter lomu jednotlivých vzorků liší v závislosti na mikrostruktuře a tím i aplikovaných procesních parametrech. Snímky lomových ploch jsou na obr. 32. Bylo zjištěno, že lomy jsou svým vzhledem a mechanismem porušení zcela identické, bez ohledu na mikrostrukturu. Vzhled lomu odpovídá zcela tvárnému porušení s jamkovou morfologií. Tvárný lom navazuje přímo na nakmitanou únavovou trhlinu. Lomová plocha obsahuje značné množství pórů (1). Zajímavé je tvárné oddělení materiálu, jehož linie se táhne ve směru depozice (2). To ukazuje na místní oslabení hranic rostoucích sloupcových zrn. Na lomových plochách je také patrný místní rozdíl mechanismu porušení (3).



Obr. 32 – Lomová plocha 0,16T-CT vzorků

11 Diskuze výsledků

11.1 Ocel H13

V případě oceli H13 deponované pomocí SLM procesu byl sledován vliv orientace vzorků při depozici na mechanické vlastnosti a dále byly identifikovány parametry komplexního materiálového modelu popisujícího chování materiálu při víceosém zatěžování. Zkoušky proběhly za quasi-statických podmínek a za pokojové teploty

Vyhodnocení závislosti mechanických vlastností na směru depozice bylo provedeno na základě zkoušek tahem miniaturních vzorků deponovaných ve směru depozice, kolmo ke směru depozice a pod úhlem 45° vůči základové desce. Vzorky XZY – horizontálně orientované vykazují lepší mechanické vlastnosti oproti vzorkům ZXY orientovaným ve směru depozice. Tyto výsledky se shodují s teoretickými poznatky [16], které tento jev přisuzují rozdílnému počtu deponovaných vrstev, jež je třeba nanést vzhledem k rozdílné orientaci depozice. Vzorky 45XY deponované pod úhlem 45° vůči základové desce vykazují mechanické charakteristiky mezi hodnotami naměřenými pro výše uvedené dva směry. Výsledky potvrzují, že v případě těchto vzorků dochází ke kombinaci vlivů depozice projevujících se pro dva hlavní směry.

Tvorba komplexního materiálového modelu byla provedena na základě měření miniaturních těles pro zkoušku tahem v modifikacích s vrubem a bez vrubu, těles pro zkoušku tlakem a vzorků Small Punch popisující biaxiální stav napjatosti. Kombinací těchto těles bylo dosaženo široké škály stavů napjatosti zkoumaného materiálu. Při vyhodnocování výsledků bylo pozorováno nekonzistentní chování mezi tahovými vzorky s vrubem a bez vrubu. Analýza snímků z DIC měření odhalila, že tahové vzorky bez vrubu vykazovaly nižší lomové přetvoření, oproti vzorkům vrubovaným. Zde výsledky pomohla objasnit fraktografická analýza lomových ploch vzorků. Pozorování lomových ploch odhalilo značné rozdíly v obsahu pórů mezi těmito dvěma geometriemi vzorků, kdy lomové plochy tahových vzorků bez vrubů obsahovaly značně vyšší množství pórů, nezávisle na orientaci vzorků. To může vysvětlit nižší lomové přetvoření tahových vzorků bez vrubů, kde objem zatíženého materiálu byl výrazně vyšší a z toho důvodu k lomu došlo v místě nejslabšího článku. Zatímco u vrubovaných tahových vzorků, vrub koncentruje napětí v předem definovaném místě, tím vytváří malou procesní oblast a místo porušení je dáno ne nejslabším článkem vycházejícím z porózity, ale přítomností vrubu.

Na základě provedených měření a výsledných křivek, byly provedeny počítačové simulace, jejichž výsledkem byly hodnoty elasticity materiálu, koeficient zpevnění, stav napjatosti a lomové přetvoření. Tyto výstupy společně s výstupy přímého měření byly použity pro stanovení Fracture locus dle Modifikovaného Mohr-Coulombova kritéria. Na základě výsledků fraktografie, výsledky mikro-tahových vzorků bez vrubů nebyly vzaty v potaz při stanovení fracture locus.

Dosažené výsledky a stanovený Fracture locus aditivně vyrobené oceli H13 demonstruje schopnost miniaturních vzorků ve využití pro analýzy lokálního lomového chování, pro který by použití standardních velkoobjemových kalibračních těles bylo nemožné. Důraz je třeba dát na kvalitu vyrobených součástí, jelikož nastavené procesní parametry vedoucí např. k vysoké porozitě některých kalibračních těles, mohou zapříčinit jejich nepoužitelnost, jako se tomu ukázalo u tahových těles.

11.2 Inconel 718

V případě vzorků slitiny Inconel 718 vytvořených pomocí metody SEBM bylo předmětem zkoumání stanovení vlivu rozdílných procesních parametrů na výslednou mikrostrukturu slitiny a výsledné mechanické chování. Sledováno bylo chování vzorků vytvořených se dvěma rozdílnými depozičními parametry. Posouzení mechanických vlastností bylo provedeno pomocí zkoušek tahem a lomové houževnatosti s použitím miniaturizovaných zkušebních těles. Zkoušky proběhly za guasi-statických podmínek a za pokojové teploty.

Výsledky ze zkoušek tahem ukazují na jednoznačnou anizotropii mechanických vlastností zpracované slitiny. Jak bylo pomocí EBSD analýzy ukázáno, výsledná mikrostruktura materiálu je charakteristická přednostně orientovanými krystaly rostoucími ve směru depozice. Z toho důvodu jsou vzorky s vertikální orientací ZYX charakteristické vyššími hodnotami meze pevnosti a kluzu, oproti vzorkům horizontálně orientovaným XZY, které se vyznačovaly vyšší tažností. Tyto výsledky jsou do určité míry v souladu s výsledky prezentovanými v práci [16], kde rovněž tahové vzorky orientované paralelně se směrem depozice vykazovaly vyšší hodnoty mechanických charakteristik. Nicméně při porovnání zkušebních vzorků se stejnou orientací, které byli vytvořeny s rozdílnými parametry depozice, se ukazuje, že dosažené výsledky jsou v dobré shodě bez výraznějších odchylek.

Výsledky zkoušek tahem jsou v dobré shodě s výsledky prezentovanými v pracích [44, 45], kde byly provedeny zkoušky na vzorcích standardních rozměrů. Mechanické chování především vychází ze silné vláknové struktury <001> paralelně orientované ke směru depozice a to vede k výrazné anizotropii. Nicméně, obě hodnoty, jak mez pevnosti, tak mez kluzu jsou nižší než dosud hodnoty presentované pro sledovaný materiál v jiných publikacích. Možný důvod lze nalézt ve stáří prášku (počtu recyklací) a zvýšeného množství oxidů. Dalším faktorem ovlivňujícím mechanické vlastnosti je precipitace křehké fáze δ během in-situ tepelného zpracování v průběhu procesu SEBM. Nejenom, že tato fáze narušuje mechanické vlastnosti, ale také snižuje množství hlavní zpevněné fáze γ ", jelikož se obě skládají z prvku Nb, kterého je v materiálu pouze v omezené množství. Tento problém může být nicméně odstraněn následným vhodným tepelným zpracováním vyrobené součásti.

Vyhodnocení lomové houževnatosti pomocí J-R křivek bylo provedeno na miniaturních zkušebních vzorcích typu 0,16T-CT. Tělesa byla extrahována z vyrobeného materiálu tak, aby růst trhliny v nich během zkoušky byl ve dvou rozdílných směrech (směr paralelní se směrem depozice a směr příčný). Výsledky stanovených křivek a hodnot lomových houževnatostí K_{JO} ukazují výrazný vliv orientace zkušebního tělesa na lomovou houževnatost. A to zejména pro vzorky 3 a 11, které byly zpracované stejnými procesními parametry. Pro docílenou strukturu monokrystalu tak vidíme zřetelnou anizotropii vlastností, kdy pro vzorek 3 bylo dosáhnuto hodnot lomové houževnatosti $K_{OXZE} = 110 MPa \cdot \sqrt{m}$ a $K_{QZXM} = 154 MPa \cdot \sqrt{m}$, pro vzorek 11 potom obdobně, $K_{QXZE} = 102 MPa \cdot \sqrt{m}$ a $K_{OZXM} = 171 M Pa \cdot \sqrt{m}$. Tyto vzorky tedy ve směru depozice vykazují nižší hodnoty lomové houževnatosti. Oproti tomu vzorky bloku 4 deponovaného jinými parametry než vzorky 3 a 11 tak výraznou anizotropii vlastností nevykazují. Výsledné hodnoty lomové houževnatosti $K_{QXZE} = 145 MPa \cdot \sqrt{m}$ a $K_{QZXM} = 166 MPa \cdot \sqrt{m}$ ukazují výrazně menší rozdíly lomového chování v závislosti na orientaci vzorků. Tato nízká anizotropie je zřejmě dána mikrostrukturou Inconelu, která je v tomto případě polykrystalická. Zkoušky lomové houževnatosti ukázaly výraznější závislost změny chování materiálu na depozičních parametrech než zkoušky tahem.

12 Závěr

Práce se zabývala vyhodnocením lokálních vlastností materiálů vytvořených pomocí aditivních technologií. Byly sledovány dva materiály: nástrojová ocel H13 a Inconel 718. Každý z materiálů byt deponován jiným procesem, ocel H13 pomocí procesu SLM a Inconel 718 procesem SEBM. Pro oba sledované materiály byly realizovány mechanické zkoušky s využitím miniaturních zkušebních těles. Tyto testy byly doplněny fraktografií a EBSD analýzou (v případě Inconelu 718). V práci byl sledován vliv anizotropie vlastností v důsledků různé orientace vzorků při depozici a dále vliv rozdílných depozičních parametrů na anizotropii výsledných vlastností. Pro oba materiály byly realizovány zkoušky tahem na miniaturizovaných zkušebních tělesech za quasi-statických podmínek zatěžování při pokojové teplotě. V případě oceli H13 byly vzorky přímo deponované na rozdíl od Inconelu 718, kdy byly vzorky obráběné z většího deponovaného objemu. Pro ocel H13 byly s využitím miniaturních vzorků identifikovány parametry fenomenologického komplexního materiálového modelu (Modified Mohr-Coulomb) popisujícího chování materiálu při víceosém zatěžování. Pro Inconel 718 byly realizovány zkoušky lomové houževnatosti s využitím miniaturních 0,16T-CT vzorků.

Výsledky práce lze shrnout v následujících bodech:

- Miniaturní zkušební vzorky umožňují vyhodnocování lokálních vlastností komponent vyráběných pomocí aditivních technologií.
- Kromě základních zkoušek tahem lze využít miniaturizované vzorky i pro pokročilejší charakterizace deponovaných materiálů, jako je lomová houževnatost nebo stanovení Fracture locus pro širokou škálu triaxialit zatěžování.
- Výsledky zkoušek miniaturizovaných těles ukazují anizotropii mechanického chování, která je dána rozdílnou orientací deponovaných těles.
- Změnami depozičních parametrů lze docílit funkčně strukturovaných komponent s odlišnými lokálními a anizotropními vlastnostmi při použití jednoho základního materiálu.
- Výsledky mikrotahových testů Inconelu 718 zpracovaného SEBM technologií, vykazují jen slabou závislost dosažených hodnot na dosažené struktuře nastavenými procesními parametry.
- Hodnoty Lomové houževnatosti jsou oproti tomu silně závislé na typu dosažené struktury při rozdílných depozičních parametrech.

Vzhledem k výsledkům práce lze navrhnout další analýzy aditivně zpracovaných materiálů s použitím miniaturizovaných těles. Pro stanovení Fracture locus lze např. využít většího počtu různých geometrií, pro obsažení širších stavů napjatosti. V případě hodnocení lomového chování lze navrhnout provedení dalších testů, například zkoušky rychlosti šíření trhliny, která by se v heterogenním materiálu šířila z jednoho typu mikrostruktury do druhého.

13 Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka/symbol ACOM	Jednotka	Popis Automated Crystal Orientation Microscopy
AM		Aditive Manufacturig (Aditivní výroba)
EBSD		Electron back scattered diffraction
		MICRO LENSILE LEST
		Drientation imaging Microscopy
		Selective electron beam melting
		Selective Lasor Molting
		Selective Laser Melling
SPT		Small nunch test
SSY		Small scale vield (Oblast malé plastické deformace)
UC		Unloading compliance (Metoda jednoho tělesa)
XRD		Rentgenová difrakce
A	%	Tažnost
a	m	Délka trhliny
C ₁	(-)	Konstanta lomového přetvoření
C ₂	(-)	Konstanta lomového přetvoření
CTOD	mm	Crack tip opening displacement (Rozevření špičky trhliny)
d	d	m
D	(-)	Parametr poškození
Es	J/mm ²	Povrchová hustota energie
Ev	J/mm ²	Vložená energie
F	N	Síla
G	J/m²	Hnací síla trhliny
h	m	vzdálenost drah
H	J	Potenciální energie systému s rostoucí trhlinou
J-integral	kJ/m ²	Veličina lomové houževnatosti
JQ	J/m ²	Provizorni hodnota J-integralu
	(-)	Konstanty lomoveno pretvoreni
	J/m	
μ	(-)	Lodeno parametr Konstanty Jomováho přetvoření
	(-)	
	J.S MDa	Vykoli laselu Moz kluzu
Rm	MPa	Mez nevnosti
S	mm^2	Plocha průřezu vzorku
σ	MPa	Nanětí
π	.1	Energie pro růst trhliny
U ^e	.1	Elastická energie
Ū ^p	J	Plastická energie
V	m/s	skenovací rychlost
w	m	Pás laserového paprsku
η	(-)	Triaxialita napětí
Θ	(-)	Lodeho úhel

 $\bar{\varepsilon}_f$ (-) Lomové přetvoření

14 Seznam použité literatury

- [1] DŽUGAN J. a NOVÝ Z. Powder Application in Additive Manufacturing of Metallic Parts. DOBRZANSKI, Leszek A., ed. *Powder Metallurgy - Fundamentals and Case Studies* [online]. InTech, 2017, 2017-03-29 [cit. 2019-05-22]. DOI: 10.5772/66874. ISBN 978-953-51-3053-6. Dostupné z: <u>http://www.intechopen.com/books/powder-metallurgy-fundamentals-and-case-studies/powder-application-in-additive-manufacturing-of-metallic-parts</u>
- [2] BRANDT M. Laser additive manufacturing: materials, design, technologies, and applications. Boston: Elsevier/Woodhead Publishing, Woodhead Publishing is an imprint of Elsevier, [2017]. Woodhead Publishing series in electronic and optical materials, no. 88. ISBN 978-0-08-100433-3.
- [3] WOHLERS T. a GORNET T. History of additive manufacturing. *Wohlers report 2014: 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry*. FORT COLLINS, COLORADO, USA, 2014, 19th, 1-34. ISBN 978-0-9913332-0-2.
- [4] GIBSON I., ROSEN D. a STUCKER B. *Additive manufacturing technologies: 3D printing, rapid prototyping and direct digital manufacturing*. Second edition. London: Springer, [2015]. ISBN 978-1-4939-2112-6.
- [5] QIAN M. a FROES F. H. *Titanium powder metallurgy: science, technology, and applications*. Boston: Elsevier, [2015]. ISBN 978-0-12-800054-0.
- [6] DAI D. a GU D. Thermal behavior and densification mechanism during selective laser melting of copper matrix composites: Simulation and experiments. *Materials & Design* [online]. 2014, 55, 482-491 [cit. 2019-05-22]. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.10.006. ISSN 02613069. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306913009333
- [7] ŠAFKA J., ACKERMANN M. a VOLESKÝ L. Structural properties of H13 tool steel parts produced with use of selective laser melting technology. *Journal of Physics: Conference Series* [online]. 2016, **709**[cit. 2019-05-22]. DOI: 10.1088/1742-6596/709/1/012004. ISSN 1742-6588. Dostupné z: <u>http://stacks.iop.org/1742-6596/709/i=1/a=012004?key=crossref.82176b76031fe762aa0d265bbb211350</u>
- [8] SRIVATSAN T. S. a SUDARSHAN T. S. *Additive Manufacturing* [online]. Boca Raton: CRC Press, 2015 [cit. 2019-05-19]. DOI: 10.1201/b19360. ISBN 978-1-4987-1477-8
- [9] SKÁLOVÁ J., KOVAŘÍK R. a BENEDIKT V. *Základní zkoušky kovových materiálů*. 4. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2005. ISBN 80-7043-417-1.

Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, <u>Diplomová práce, akad. rok 18/19</u> Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

- [10] DŽUGAN J., PROCHÁZKA R. a KONOPÍK P. Micro-Tensile Test Technique Development and Application to Mechanical Property Determination. SOKOLOV, Mikhail A. a Enrico LUCON, ed. Small Specimen Test Techniques: 6th Volume [online]. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 2015, 2015-04-28, s. 12-30 [cit. 2019-05-22]. DOI: 10.1520/STP157620140022. ISBN 978-0-8031-7597-6. Dostupné z: <u>http://www.astm.org/doiLink.cgi?STP157620140022</u>
- [11] DŽUGAN J., KONOPIK P., RUND M. a PROCHAZKA R. Determination of Local Tensile and Fatigue Properties With the Use of Sub-Sized Specimens. Volume 1A: Codes and Standards. ASME, 2015, 2015-7-19, 709, V01AT01A066-. DOI: 10.1115/PVP2015-45958. ISBN 978-0-7918-5692-5. ISSN 1742-6588. Dostupné také z: http://proceedings.asmedigitalcollection.asme.org/proceeding.aspx?doi=10.1115/PV P2015-45958
- [12] PROCHÁZKA R., DŽUGAN J. a KÖVER M. Miniature specimen tensile testing of AZ31 alloy processed by ECAP. Archives of Materials Science and Engineering. 2015, 2015-7-19, 76(2), 134-139. ISBN 978-0-7918-5692-5. Dostupné také z: http://www.amse.acmsse.h2.pl/vol76 2/7625.pdf
- SUZUKI S., SATO S., SUZUKI M., KINOSHITA H., SATO S., JITSUKAWA S. a TANIGAWA H. [13] Influence of Surface Roughness on Tensile Strength of Reduced-Activation Ferritic/Martensitic Steels Using Small Specimens. SOKOLOV, Mikhail A. a Enrico LUCON, ed. Small Specimen Test Techniques: 6th Volume [online]. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 2015, 2015-04-28, s. 1-9 [cit. 2018-11-25]. DOI: 10.1520/STP157620140019. ISBN 978-0-8031-7597-6. Dostupné z: http://www.astm.org/doiLink.cgi?STP157620140019
- DZUGAN J., SEIFI M., PROCHAZKA R., RUND M., PODANY P., KONOPIK P. a [14] LEWANDOWSKI J. J. Effects of thickness and orientation on the small scale fracture behaviour of additively manufactured Ti-6Al-4V. Materials Characterization. 2018, 143, 94-109. DOI: 10.1016/j.matchar.2018.04.003. ISSN 10445803. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580317328802
- [15] WIMPENNY D. I., PANDEY P. M. a KUMAR L. J., ed. Advances in 3D Printing & Additive Manufacturing Technologies[online]. Singapore: Springer Singapore, 2017 [cit. 2018-11-24]. ISBN 978-981-10-0811-5.
- HOLZWEISSIG M. J., TAUBE A., BRENNE F., SCHAPER M. a NIENDORF T. [16] Microstructural Characterization and Mechanical Performance of Hot Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting. Metallurgical and Materials Transactions B [online]. 2015, 46(2), 545-549 [cit. 2019-05-22]. DOI: 10.1007/s11663-014-0267-9. ISSN 1073-5615. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/s11663-014-0267-9
- [17] GDOUTOS E. E. Fracture mechanics: an introduction. Boston: Kluwer Academic Publishers, c1993. ISBN 0-7923-1932-x

- [18] ASTM Standard E 1820 11, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2011
- [19] LUCON E., SCIBETTA M., VANDERMEULEN W. Additional Investigations on the Applicability of Miniature Compact Tension Specimens for Fracture Toughness Measurements in the Upper Shelf Regime; 2005
- [20] LUCON E. (2001), Material Damage Evaluation of Primary Power Plant Components Using Sub-Size Specimens. Adv. Eng. Mater., 3: 291-301. doi:10.1002/1527-648(200105)3:5<291::AID-ADEM291>3.0.CO;2-W
- [21] SEOK CH. a KIM S. Effect of specimen configurations on the fracture resistance curve. *Nuclear Engineering and Design*[online]. 2002, 214(1-2), 47-56 [cit. 2018-11-24]. DOI: 10.1016/S0029-5493(02)00014-6. ISSN 00295493. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002954930200014
- [22] LI X., LIU Y. a TAO X. Experimental study of the effect of specimen size on the JR resistance curve of ductile materials. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [online]. 1987, 30(4), 293-298 [cit. 2018-11-24]. DOI: 10.1016/0308-0161(87)90096-2. ISSN 03080161. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0308016187900962
- [23] ONO H., KASADA R. a KIMURA A. Specimen size effects on fracture toughness of JLF-1 reduced activation ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2004, 329-333, 1117-1121 [cit. 2018-11-25]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2004.04.034. ISSN 00223115. Dostupné z: <u>http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002231150</u>4001874
- [24] LUCON E., SCIBETTA M. Miniature compact tension specimens for upper shelf fracture toughness measurements on RPV steels. American Society for Testing and Materials. 2009;5:18- 31. ASTM STP 1502
- [25] DZUGAN J., KONOPIK P. a RUND M. Fracture Toughness Determination with the Use of Miniaturized Specimens. DARJI, Pranav H. a Veera P. DARJI, ed. Contact and Fracture Mechanics [online]. InTech, 2018, 2018-05-30 [cit. 2018-11-25]. DOI: 10.5772/intechopen.73093. ISBN 978-1-78923-158-8. Dostupné z: http://www.intechopen.com/books/contact-and-fracture-mechanics/fracturetoughness-determination-with-the-use-of-miniaturized-specimens
- [26] KUBÍK P. Implementace, kalibrace a využití podmínek tvárného lomu v programech *MKP*. Brno, 2015. Disertační práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ. Vedoucí práce Prof. Ing. JINDŘICH PETRUŠKA, CSc.

- [27] DZUGAN J., PRANTL A., RUND M., URBANEK M., PROCHAZKA R. a KUBEC V. NEW MATERIALS CHARACTERIZATION APPROACHES IN COMPUTER AIDED DESIGN. MM Science Journal [online]. 2017, 2017(03), 1833-1837 [cit. 2019-04-28]. DOI: 10.17973/MMSJ.2017_06_201706. ISSN 18031269. Dostupné z: http://www.mmscience.eu/journal/issues/june-2017/articles/new-materialscharacterization-approaches-in-computer-aided-design
- [28] ASM handbook. Materials Park, Ohio: ASM International, 2004. ISBN 0-87170-706-3.
- [29] ABOULKHAIR N. T., MASKERY I., TUCK CH., ASHCROFT I. a EVERITT N. M. Improving the fatigue behaviour of a selectively laser melted aluminium alloy: Influence of heat treatment and surface quality. *Materials & Design* [online]. 2016, 104, 174-182 [cit. 2018-11-25]. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.05.041. ISSN 02641275. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0264127516306426
- [30] KRELL J., RÖTTGER A., GEENEN K. a THEISEN W. General investigations on processing tool steel X40CrMoV5-1 with selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*[online]. 2018, 255, 679-688 [cit. 2018-11-25]. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2018.01.012. ISSN 09240136. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092401361830013X
- [31] SLOTWINSKI J. A., GARBOCZI E. J. a HEBENSTREIT K. M. Porosity Measurements and Analysis for Metal Additive Manufacturing Process Control. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology* [online]. 2014, 119 [cit. 2018-11-25].
 DOI: 10.6028/jres.119.019. ISSN 2165-7254. Dostupné z: https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/jres/119/jres.119.019.pdf
- [32] ÅSBERG M., FREDRIKSSON G., HATAMI S., FREDRIKSSON W. a KRAKHMALEV P. Influence of post treatment on microstructure, porosity and mechanical properties of additive manufactured H13 tool steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2019, 742, 584-589 [cit. 2018-11-25]. DOI: 10.1016/j.msea.2018.08.046. ISSN 09215093. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509318311171
- [33] BRANDON D. G. a KAPLAN W. D. *Microstructural characterization of materials*. 2nd ed. Chichester, England: John Wiley, c2008. ISBN 9780470027844.
- [34] VODÁREK V. Metody studia struktury: [učební text] [CD-ROM]. Ostrava: Vysoká škola báňská Technická univerzita Ostrava, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5.
- [35] WANG Q., ZHANG S., ZHANG CH., WU CH., WANG J., CHEN J. a SUN Z. Microstructure evolution and EBSD analysis of a graded steel fabricated by laser additive manufacturing. *Vacuum* [online]. 2017, 141, 68-81 [cit. 2019-04-29]. DOI: 10.1016/j.vacuum.2017.03.021. ISSN 0042207X. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0042207X17300507
- [36] ASM handbook. 10th editon. Materials Park, Ohio: ASM International, 2016. ISBN 0-87170-380-7.
- [37] KAÑETAS P. J. P., OSORIO L. A. R., MATA M. P. G., GARZA M., LÓPEZ V. P. Influence of the Delta Phase in the Microstructure of the Inconel 718 subjected to "Delta-processing" Heat Treatment and Hot Deformed. *Procedia Materials Science*[online]. 2015, 8, 1160-1165 [cit. 2019-04-29]. DOI: 10.1016/j.mspro.2015.04.180. ISSN 22118128. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2211812815001819
- [38] ASTM WK49229, Standard guide for Orientation and Location Dependence Mechanical Properties for Metal Additive Manufacturing; 2017. work in Progress. http://www.astm.org/DATABASE.CART/WORKITEMS/WK49229.htm
- [39] COMTES FHT Interní předpis ŘD 2/30 Postup zkoušení mikro-tahových vzorků
- [40] ČSN EN ISO 6892-1: Kovové materiály zkoušením tahem Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty, leden 2017
- [41] ASTM E8 / E8M-13, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013
- [42] JOHNSON G. R. a COOK W. H., "A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures," *7th International Symposium on Ballistics*. 1983.
- [43] GRUBER H. Electron beam melting of Alloy 718: Powder recycling and its effect on defect formation [Dissertation]. Göteborg: Chalmers University of Technology; 2019.
- [44] HELMER H. E. Additive Fertigung durch Selektives Elektronenstrahlschmelzen der Nickelbasis Superlegierung IN718: Prozessfenster, Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften [Dissertation]. Erlangen: Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg; 2017.
- [45] HELMER H., BAUEREIß A., SINGER R.F. a KÖRNER C. Erratum to: 'Grain structure evolution in Inconel 718 during selective electron beam melting' [Mater. Sci. Eng. A 668 (2016) 180–187]. Materials Science and Engineering: A [online]. 2016, 676 [cit. 2019-05-20]. DOI: 10.1016/j.msea.2016.09.016. ISSN 09215093. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509316310802