

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B0715A270013 – Strojní inženýrství
Studijní specializace: Strojírenské materiály a technologie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Posuzování vlastností funkčně graduovaných materiálů na bázi
Ti deponovaných pomocí 3D tisku metodou přímé depozice**

Autor: Jan KOUT
Vedoucí práce: prof. Ing. Jan DŽUGAN, Ph.D.

Akademický rok 2021/2022

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2021/2022

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Jan KOUT**
Osobní číslo: **S19B0345P**
Studijní program: **B0715A270013 Strojní inženýrství**
Specializace: **Strojírenské materiály a technologie**
Téma práce: **Posuzování vlastností funkčně graduovaných materiálů na bázi Ti deponovaných pomocí 3D tisku metodou přímé depozice**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Úvod
2. Aditivní technologie pro depozici kovových materiálů
 - a. Powder Bed Fusion
 - b. Direct Energy Deposition
 - c. Binder Jetting
3. Ti a jeho slitiny
4. Mikrostrukturní analýzy kovových materiálů
5. Základní zkoušky mechanických vlastností kovových materiálů
6. Experimentální část
 - a. Experimentální materiál
 - b. Mikrostrukturní analýzy
 - c. Charakterizace mechanických vlastností
7. Shrnutí výsledků a diskuse
8. Závěr

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

Seznam doporučené 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.

STP1502 Small Specimen Test Techniques: 5th Volume, 2009.

ASTM STP1576 Small Specimen Test Techniques: 6th Volume, ASTM, 2014.

Dongdong Gu. Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials, 2015.

Patri K. Venuvinod, Weiyin Ma. Rapid Prototyping, 2004.

Uwe Zerbst et. al.: Damage tolerant design of additively manufactured metallic components subjected to cyclic loading: State of the art and challenges Damage tolerant design of additively manufactured metallic components subjected to cyclic loading: State of the art and challenges, March 2021, Progress in Materials Science.

Vedoucí bakalářské práce: **Prof. Ing. Jan Džugan, Ph.D.**
COMTES FHT a.s.

Konzultant bakalářské práce: **Ing. Pavel Podaný, Ph.D.**
COMTES FHT a.s.

Datum zadání bakalářské práce: **15. října 2021**

Termín odevzdání bakalářské práce: **27. května 2022**

L.S.

Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan

Ing. Josef Odehnal, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

V první řadě chci poděkovat společnosti COMTES FHT a.s. za umožnění nabytí cenné zkušenosti na špičkovém výzkumném pracovišti. Dále chci moc poděkovat všem zúčastněným zaměstnancům během přípravy experimentálního materiálu a programu. Jmenovitě pak vedoucímu své bakalářské práce prof. Ing. Jánu Džuganovi, Ph.D. za jeho čas, odborné rady a připomínky. Obrovský dík patří Ing. Pavlu Podanému, Ph.D., jenž mi vštípil základy správných postupů v metalografii. Jeho rady a připomínky jsou k nezaplacení.

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Kout	Jméno Jan	
STUDIJNÍ PROGRAM	B0715A270013 Strojní inženýrství		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) prof. Ing. Džugan, Ph.D.	Jméno Jan	
PRACOVIŠTĚ	ZČU – FST – KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Posuzování vlastností funkčně graduovaných materiálů na bázi Ti deponovaných pomocí 3D tisku metodou přímé depozice		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2022
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	-	TEXTOVÁ ČÁST	-	GRAFICKÁ ČÁST	-
---------------	---	---------------------	---	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Práce se zabývá posuzováním vlastností funkčně graduovaných materiálů z hlediska účinku depozičních parametrů. Díky řízení chemického složení jednotlivých deponovaných vrstev je možné vyrábět komponenty unikátních vlastností. Teoretická část se věnuje přehledu aditivních technologií využitelných k depozici kovových materiálů a metalurgii titanových slitin. V experimentální části jsou uvedeny výsledky mikrostrukturních analýz a zkoušek mechanických vlastností materiálů na bázi Ti deponovaných metodou přímé depozice.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Aditivní technologie, aditivní výroba, 3D tisk, titanové slitiny, metalografie, mechanické zkoušení, EBSD, prášková metalurgie, metoda přímé depozice, měření tvrdosti, SEM

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Kout	Name Jan
STUDY PROGRAMME	B0715A270013 Mechanical Engineering	
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) prof. Ing. Džugan, Ph.D.	Name Jan
INSTITUTION	ZČU – FST - KMM	
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR
TITLE OF THE WORK	Delete when not applicable	
	Characterization of functionally graded Ti-based materials deposited by 3D printing directed energy deposition method	

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2022
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	-	TEXT PART	-	GRAPHICAL PART	-
----------------	---	------------------	---	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The thesis discusses the properties characterization of functionally graded materials concerning deposition parameters. Due to the control of the chemical composition of each deposited layer, it is possible to manufacture components with unique properties. The theoretical part deals with a summary of additive manufacturing technologies utilized for the manufacturing of metal-based materials and metallurgy of titanium and its alloys. The experimental part presents the results of microstructural analyzes and tests of mechanical properties of Ti-based materials deposited by directed energy deposition.
KEYWORDS	Additive Technologies, Additive Manufacturing, 3D Printing, Titanium Alloys, Metallography, Mechanical Testing, EBSD, Powder Metallurgy, Directed Energy Deposition, Hardness Test, SEM

Obsah

Poděkování	5
Přehled použitých zkratk a symbolů.....	10
Seznam obrázků.....	13
Seznam tabulek.....	14
1 Úvod	15
2 Aditivní technologie pro depozici kovových materiálů	16
2.1 Úvod do problematiky aditivních technologií	16
2.2 Historický vývoj aditivních technologií	18
2.3 Klasifikace aditivních technologií	21
2.4 Directed Energy Deposition.....	24
2.5 Powder Bed Fusion	27
2.6 Binder Jetting	30
3 Titan a jeho slitiny	33
3.1 Titan z chemického hlediska.....	33
3.2 Slitiny titanu.....	34
3.2.1 Slitiny α	36
3.2.2 Slitiny $\alpha + \beta$	36
3.2.3 Slitiny β	37
3.2.4 Významné intermetalické fáze	38
3.2.5 Porovnání vlastností Ti slitin.....	39
4 Mikrostrukturní analýzy kovových materiálů	40
4.1 Světelná mikroskopie.....	40
4.2 Elektronová mikroskopie	41
4.2.1 Electron Backscatter Diffraction (EBSD)	42
5 Základní zkoušky mechanických vlastností kovových materiálů	45
5.1 Zkouška tvrdosti dle Vickerse	45
5.2 Zkouška tahem [37]	46
6 Experimentální část	49
6.1 Experimentální materiál a jeho příprava.....	49
6.2 Mikrostrukturní analýzy	52
6.2.1 Vzorky s homogenní strukturou	53
6.2.2 Gradientní vzorky	54
6.2.3 Gradientní vzorky deponované ve speciálních modech	56

6.3	Měření tvrdosti.....	57
6.3.1	Vzorky s homogenní strukturou	57
6.3.2	Gradientní vzorky	58
6.3.3	Gradientní vzorky deponované ve speciálních módech	59
7	Shrnutí výsledků a diskuse	60
8	Závěr	62
9	Seznam použitých zdrojů.....	63

Přehled použitých zkratk a symbolů

h_d – Hatch Distance [m]

N_A – numerická apertura [–]

R_e – mez kluzu [Pa]

R_E – mez pružnosti [Pa]

R_m – mez pevnosti v tahu [Pa]

R_U – mez úměrnosti (oblast plastnosti Hookeova zákona) [Pa]

S_0 – původní průřez zkušebního tělesa [m²]

d_m – rozlišovací schopnost objektivu [m]

l_0 – původní délka zkušebního tělesa [m]

Δl – absolutní prodloužení [m]

3DP – 3D Printing (3D tisk)

A – tažnost [%]

AM – Additive Manufacturing

ASTM – American Society for Testing and Materials

BCC – Body-centered Cubic

BJ – Binder Jetting

CAD – Computer Aided Design

CAM – Computer Aided Manufacturing

CAM – Computer-Aided Manufacturing

CC – Contour Crafting

CMB – Controlled Metal Buildup

CNC – Computer Numerical Control

ČSN – Česká technická norma

DED – Directed Energy Deposition

DMT – Direct Metal Tooling

E – Youngův modul (modul pružnosti v tahu) [Pa]

EBSD – Electron Backscatter Diffraction

EDS – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

EDX – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

EN – Evropská norma

F – síla [N]

FDM – Fused Deposition Modeling
FFF – Fused Filament Deposition
FGM – funkčně graduované materiály (angl. *Functionally Graded Materials*)
FST – Fakulta strojní
HCP – Hexagonal Close-packed
HIP – Hot Isostatic Pressing
hm. % – hmotnostního procenta/hmotnostních procent
HV – tvrdost dle Vickerse
HV – tvrdost podle Vickerse
HW – Hardware
IR – infračervené spektrum elektromagnetického záření
ISO – International Organization for Standardization
JIS – Japanese Industrial Standards
KMM – Katedra materiálu a strojírenské metalurgie
LAM – Laser Additive Manufacturing
LENS – Laser Engineering Net Shaping
LM – Laser Melting
LOM – Laminated Object Manufacture
MFF UK – Matematicko-fyzikální fakulta Univerzity Karlovy
MIT – Massachusetts Institute of Technology
MJ – Material Jetting
 P – výkon [W]
PBF – Powder Bed Fusion
 R – smluvní jmenovité napětí [Pa]
 S – průřez zkušebního tělesa po přetržení [m²]
SDM – Shape Deposition Manufacturing
SEM – Skenovací (rastrovací) elektronový mikroskop
SGC – Solid Ground Curing
SL – Sheet Lamination
SLA – Stereolithography
SLM – Selective Laser Melting
SLS – Selective Laser Sintering
STL – Standard Triangle Language či Standard Tessellation Language
TEM – Transmisní elektronový mikroskop

TOO – tepelně ovlivněná oblast

USA – Spojené státy americké

UV – ultrafialové spektrum elektromagnetického záření

Z – kontrakce [%]

ZČU – Západočeská univerzita v Plzni

d – délka uhlopříčky zkušebního vtisku [m]

l – délka zkušebního tělesa po přetržení [m]

ε – poměrné prodloužení [–]

λ – vlnová délka [m]

σ – napětí [Pa]

Seznam obrázků

Obrázek 1: Ilustrace obecných procesů během AM [1]	18
Obrázek 2: První technologie AM firmy 3D Systems, založené Charlesem Hullem [8]21	
Obrázek 3: Mikrostruktura (zvětšeno 100x) gradientního vzorku Ti+Ti15Mo s patrnými „melt pooly.“	25
Obrázek 4: Schémata mechanismů DED, (a) metoda s využitím přídavného drátu (wire-fed), (b) metoda s přímou depozicí prášku z depoziční hlavičky (powder-fed) [11]	25
Obrázek 5: Schéma depoziční hlavy u kategorie technologií DED využívající laseru jako zdroje energie a materiálu ve formě prášku [12]	26
Obrázek 6: Konstrukční řešení trysek s přímou depozicí prášku z depoziční hlavičky (powder-fed): (a) různoběžné (b) kontinuální koaxiální (c) nespojitě koaxiální [11]....	26
Obrázek 7: Ilustrace růstu kolumnárních zrn v materiálu vyráběného pomocí PBF. Znárodněna je rovněž výsledná struktura tvořena jednotlivými deponovanými vrstvami [14]	28
Obrázek 8: Schéma zařízení používající metodu SLS [15].....	29
Obrázek 9: Schéma EBM zařízení [16].....	30
Obrázek 10: Jednotlivé kroky výrobních procesů metod BJ, 1) depozice vrstvy prášku 2) depozice pojiva 3) dokončení vrstvy 4) redepozice prášku 5) opakování procesu 6) hotová součást [19].....	31
Obrázek 11: Schéma zařízení typického pro metody BJ [20]	32
Obrázek 12: Fyzikální model krystalové struktury titanu. Základní buňky krystalové struktury a) β -fáze (bcc) b) α -fáze (hcp) [28].....	34
Obrázek 13: Vliv příměsových prvků na strukturu titanových slitin [24].....	35
Obrázek 14: Schéma binárního diagramu Ti a β -izomorfního stabilizačního prvku [30]	38
Obrázek 15: Schéma invertovaného světelného metalografického mikroskopu [35]	41
Obrázek 16: Schéma zařízení pro mikrostrukturní analýzy materiálů [40].....	43
Obrázek 17: Difrakční obrazec vzniklý při EBSD [43]	43
Obrázek 18: Mapa struktury materiálu vytvořená pomocí EBSD metodou Inverse Pole Figure.....	44
Obrázek 19: Schéma principu zkoušky tvrdosti podle Vickerse [37]	46
Obrázek 20: Pracovní diagram zkoušky tahem houževnaté oceli s popisem materiálových charakteristik [37].....	47
Obrázek 21: Typický pracovní diagram zkoušky tahem houževnatého materiálu s vyznačením deformace zkušebních vzorků [46].....	48
Obrázek 22: Použité depoziční zařízení Insstek MX-600 [48].....	49
Obrázek 23: Princip depoziční strategie ZigZag	52

Obrázek 24: Pozice detailních snímků mikrostruktury	53
Obrázek 25: Panoramatické snímky mikrostruktury pořízené optickým mikroskopem vzorků a) H600, b) H600+500 °C a c) H600-2	54
Obrázek 26: Panoramatické snímky mikrostruktury pořízené optickým mikroskopem gradientních vzorků deponovaných při výkonu laseru a) 400 W, b) 600 W a c) 800 W	54
Obrázek 27: IPF mapy vzorků s gradientní strukturou deponovaných s výkonem laseru (a,b) 400 W, (c,d) 600 W, (e,f) 800 W pořízených ve ve spodní a horní části vzorku (viz obr. Obrázek 24).....	55
Obrázek 28: Panoramatické snímky mikrostruktury pořízené optickým mikroskopem vzorků a) GDMT+, b) G400R.....	56
Obrázek 29: IPF mapy vzorků s gradientní strukturou deponovaných pomocí speciálních módů (a,b) GDMT+, (c,d) G400R ve spodní a horní části vzorku (viz Obrázek 24)	57
Obrázek 30: Porovnání průběhů tvrdosti vzorků z homogenní směsi.....	58
Obrázek 31: Porovnání průběhů tvrdosti vzorků s gradientní strukturou	58
Obrázek 32: Porovnání průběhů tvrdosti vzorků s gradientní strukturou deponovaných	59

Seznam tabulek

Tabulka 1: Přehled technologií aditivní výroby dle ISO/ASTM 52900:2015, část první [9]	22
Tabulka 2: Přehled technologií aditivní výroby dle ISO/ASTM 52900:2015, část druhá [9]	23
Tabulka 3: Porovnání vlastností jednotlivých skupin titanových slitin [24]	39
Tabulka 4: Označení vzorků deponovaných s homogenní strukturou	50
Tabulka 5: Označení vzorků deponovaných s gradientní strukturou	51
Tabulka 6: Parametry modulu depoziční optiky laseru SDM 800 [48].....	51
Tabulka 7: Parametry průtoku ochranného plynu	52

1 Úvod

Technologie aditivní výroby zažívají v současnosti obrovský pokrok, některá média dokonce uvádí, že dochází k další průmyslové revoluci. K tak markantnímu pokroku samozřejmě dochází i díky rozvoji technologií jiných, nejen strojírenských. Zejména pak rozmachu informatiky a kvantové teorie, jejíž výsledky daly vzniknout takovým zařízením jako je laser, jež je v aditivních technologiích značně využíván. 3D tisk, potažmo AM má značný potenciál využití v průmyslu. Není tedy divu, že na mnoha vědeckých a výzkumných pracovištích probíhají intenzivní badatelské činnosti vedoucí k dokonalému pochopení, které následně vede ke snížení nákladů a zefektivnění těchto procesů, aby bylo možné metody AM použít ke konvenční výrobě v průmyslových podnicích. Aditivní technologie jsou relativně mladými technologiemi, a tudíž mnoho objevů na výzkumníky stále čeká. Tato práce si dává za cíl alespoň malým dílem pomoci lidstvu na této vzrušující cestě k novým poznatkům.

Předkládaná práce se nejprve v teoretické části zabývá shrnutím základních poznatků o moderních technologiích aditivní výroby. V úvodu je rozebráno prvotní seznámení s problematikou a názvosloví, či rozdělení metod aditivní výroby. Dále je stručně nastíněn historický vývoj, který jde v ruku v ruce s vývojem dalších vědních odvětví. V následujících pasážích jsou jednotlivé technologie popsány detailněji, přičemž hlavní důraz je kladen na ty, jež se dají využít a jsou již využívány na depozici kovů, tj. DED, PBF a BJ. Dále jsou v práci shrnuty důležité poznatky o metalurgii titanových slitin. Na závěr rešeršní části této bakalářské práce jsou uvedeny základní metody využívané ke charakterizaci vlastností materiálů.

V experimentální části pak přichází na řadu analýza konkrétních vzorků materiálů připravených pomocí 3D tisku metodou přímé depozice. Jedná se o vzorky heterogenního charakteru připravených depozicí směsí dvou kovových prášků. Jedním z nich je titan technické či dále Ti15Mo připravený na Katedře fyziky materiálů Matematicko-fyzikální fakulty Univerzity Karlovy. Analýza sestává z několika částí. Zpočátku byla provedena pečlivá analýza snímků mikrostruktur pořízených na světelných mikroskopech. Následovalo měření tvrdosti podle Vickerse. Posléze bylo provedeno EBSD na SEM.

2 Aditivní technologie pro depozici kovových materiálů

2.1 Úvod do problematiky aditivních technologií

Aditivní výroba (angl. *Additive Manufacturing*), dále AM, je soubor strojírenských technologií, během nichž, místo odebrání materiálu, je materiál ve vrstvách deponován. V populárních publikacích se vžilo označení 3D tisk.

V minulosti, a zejména v průmyslových podnicích, se AM spíše označovalo pod pojmem *Rapid Prototyping* (RP), tím je vyjádřena schopnost rychlé výroby funkčního prototypu, na jehož základě je možné vylepšit výsledný produkt a technologii jeho výroby. Potřeba výroby prototypů ve strojírenství vlastně dala vzniknout těmto technologiím. Bylo tomu především z důvodu přímého použití dat z CAD softwaru bez nutnosti použití více operací třískového obrábění či časově náročného programování CNC obráběcího centra. Dnes jsou ovšem metody aditivní výroby používány v nejrůznějších odvětvích nejen k výrobě modelů. Dá se tedy říct, že pojem RP je již neadekvátním označením a není fakticky správným popisem aplikací AM. Dokonce i organizace ASTM International přijala toto označení a normy vycházející pod její hlavičkou ho již používají [1]. ASTM v roce 2009 vytvořila výbor s označením F42, který se technologiemi aditivní výroby zabývá [2]. Základní standard v oblasti terminologie AM je obsažen v ISO/ASTM 52900:2015, v ní je definováno sedm základních kategorií AM. Ačkoli některé literární prameny používají jinou klasifikaci, specifikace terminologie v této normě je základem pro členění jednotlivých technologií v této práci.

Trvalo poměrně dlouhou dobu, než se AM dočkal komerčního úspěchu. Je tomu především proto, že další přidružené technologie nedospěly k takovému rozvoji, který by podmiňoval úspěšné využití AM. Hlavně se jedná 3D CAD/CAM modely, bez kterých je koncept počítačově řízené depozice materiálu ve vrstvách takřka nemožný. Nutná je rovněž dostupnost kvalitních laserových systémů, světelně vytvrditelných materiálů a samozřejmě silných HW počítačů [3].

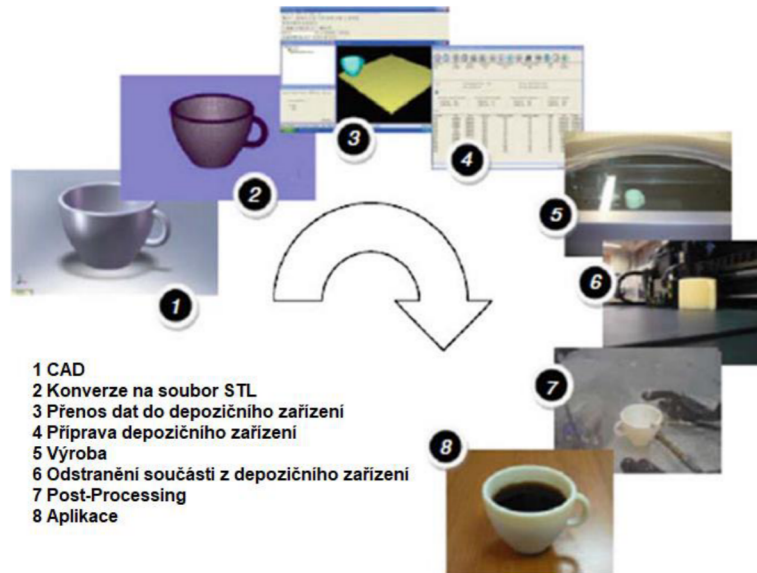
Dá se říct, že se technologie AM v současnosti dostaly do takového stádia, kdy je možné vyrobit takřka jakkoli rozmanitý návrh, a to nejen z hlediska geometrického, ale rovněž lze dosahovat komplexních struktur v materiálu. V poslední době jsou častým předmětem výzkumu tzv. funkčně graduované kompozity, kde dochází k nanášení heterogenních vrstev několika materiálů s technicky zajímavými vlastnostmi. V [4] například autoři zkoumají materiál na bázi korozivzdorné oceli 316L a žáruvzdorné slitiny Inconel 718.

Hned v úvodu je nutné podotknout, že výrobky vyrobené pomocí aditivních technologií mají jiné vlastnosti než ty, vyrobené konvenčními metodami a je třeba s tím počítat. Mnohdy to může být výhodné, ale často jsou vlastnosti pro danou aplikaci nevhodné. Některé procesy AM vedou k vysoké pórovitosti či dokonce ke vzniku dutin, které mohou zapříčinit lom. Ve většině případů vykazují výrobky anizotropii. V dalších případech může dojít k ovlivnění mikrostruktury, z důvodu rychlejších ochlazovacích rychlostí než během použití konvenčních procesů výroby [1].

Obecný proces výroby pomocí aditivních technologií vypadá zpravidla takto [1, 3, 5]:

- **CAD** – Základem pro dnešní strojírenské výroby je 3D virtuální model vytvořeném v některém z programů počítačové podpory konstruování. Z něho je následně generován výrobní výkres. Častokrát již ani není třeba výrobního výkresu a všechny tolerance jsou přidruženy k modelu, následně je za pomoci CAM systému vygenerován program pro CNC. 3D tisk se vlastně dá považovat za CAM systém, jen posléze není třeba stroj programovat.
- **Konverze na soubor STL** – Téměř všechny technologie AM používají formát souboru STL [1]. Soubor ve formátu STL (odvozeno od technologie SLA firmy 3D Systems, zmíněné níže) reprezentuje třídimenzionální geometrii plochy součásti ve formě trojúhelníků [3]. Každému trojúhelníku je přiřazen normálový vektor, který specifikuje, zda se jedná o vnitřek či vnějšek součásti.
- **Přenos dat do depozičního zařízení** – Když to zařízení umožňuje, lze v některých případech udělat drobné úpravy souboru.
- **Příprava depozičního zařízení** – Musí být pečlivě zváženy všechny parametry ovlivňující výsledný vzhled a vlastnosti součásti. Je nutné součást nebo podstavu kvalitně upnout, nastavit výkon a průměr laserového paprsku nebo jiné technologie, nastavit rychlost podávání drátu či hmotnostní průtok prášku atd. Před spuštěním výrobního procesu musí být zajištěna bezpečnost obsluhy.
- **Výroba** – Samotná výroba součásti probíhá automatizovaně a obejde se bez lidského dohledu. Ovšem je potřeba proces průběžně kontrolovat, zda nedošlo k nějaké chybě. Před spuštěním výrobního procesu musí být zajištěn
- **Odstranění součásti z depozičního zařízení** – Navíc může dojít k očištění součásti a případně odstranění výrobních podpor
- **Post-Processing** – Zde může dojít k velkému množství dalších procesů, vše se odvíjí od stavu součástky. Spadá sem třískové obrábění, tepelné a chemicko-tepelné zpracování, dokončovací metody, nanášení tenkých vrstev apod.
- **Aplikace**

Tyto procesy jsou ilustrovány procesem výroby hrnku na (Obrázek 1).



Obrázek 1: Ilustrace obecných procesů během AM [1]

Jak již bylo uvedeno výše, v této práci bude použito členění dle ISO/ASTM 52900:2015, ta definuje kategorie AM následovně [6]:

- Binder Jetting (BJ) – proces, ve kterém je kapalné pojivo nanášeno na práškové materiály
- Directed Energy Deposition (DED) – proces, během něhož tepelná energie fokusována na spojení materiálů tavením během depozice. Jako zdroj tepelné energie může být využíváno např. laseru, svazku elektronů či plazmového oblouku
- Material Extrusion (FDM) – proces, při kterém je materiál dávkován tryskou či definovaným otvorem
- Material Jetting (MJ) – proces, během něhož je materiál deponován ve formě kapek
- Powder Bed Fusion (PBF) – proces, během něhož dochází ke spojování definovaných oblastí práškového lože (angl. *powder bed*)
- Sheet Lamination (SL) – proces, ve kterém je materiál ve formě plátů (angl. *sheets*) spojován k vytvoření součásti
- Vat Photopolymerization – proces, během něhož je kapalný fotopolymer v kádi (angl. *vat*) selektivně vytvrzován pomocí světelně aktivované polymerace

Technologie, které jsou běžně využívány na depozici kovů, tj. DED, PBF a BJ, budou dále detailněji popsány v následujících kapitolách.

2.2 Historický vývoj aditivních technologií

Moderní metody AM vychází z procesu výroby ve vrstvách (angl. *layered manufacturing*). Zaznamenané využívání této metody je datováno ke konci 19. století, kdy byla použita na výrobu topografických map reliéfu. Docházelo k postupnému skládání voskových desek na sebe, ty byly následně řezány a dále skládány podél vrstevnic. K roku 1860 je zaznamenáno použití technologie, jež následně vedlo k vývoji aditivních technologií založených na fotopolymeraci [3].

Počátky moderního vývoje aditivních technologií lze přesně datovat velmi obtížně. Nicméně se dá říct, že prvotní aktivity na technologiích blízkých současným probíhaly již v 50. letech minulého století. V této době bohužel nebylo možné masivnější použití, neboť rozvoj přidružených technologií (počítače, lasery, sensorika atd.) ještě nezaznamenal dostatečný pokrok [1].

V 70. letech minulého století došlo k udělení patentů na různé výrobní technologie na bázi nanášení materiálu vrstvou po vrstvě (např. 1971 Ciraud, jím patentovaná technologie je považována za předchůdce metody Laser Cladding). Nicméně se tyto nápady ještě nedařilo použít ke komerčním účelům kvůli vysoké ceně laserových systémů a nedostatečně výkonným počítačům [3].

Ke komerčnímu rozvoji dochází na počátku let osmdesátých. Toto období je také spojeno s častým použitím CAD systémů. O první patenty bylo žádáno nezávisle na sobě v roce 1984 v Japonsku, ve Francii a v USA. Všechny tyto žádosti měly společný koncept výroby prostorového objektu pomocí nanášení materiálu ve formě vrstev. Byť jsou pionýrské práce v Japonsku velmi dobře zdokumentovány a velmi úspěšně dokazovaly výhody této technologie, za nejvýznamnější se považuje patent Američana Charlese Hulla, který později založil firmu 3D Systems prodávající první zařízení pro průmyslové použití (Obrázek 2). Zařízení využívalo metody stereolitografie, zkr. SLA (angl. *Sterolithography*) [1]. Všeobecně se uznává, že uvedení tohoto zařízení s označením SLA-1 představuje počátky moderních technologií RP či AM [3, 5]. SLA technologie používá systém, kde jsou světelně vytvrditelné polymery nanášeny ve vrstvách, jež jsou následně vytvrzovány pomocí UV záření. Tato technologie je dodnes velmi populární [7].

Další patenty byly vydány okolo roku 1986, přičemž došlo ke vzniku dalších společností: Helisys (LOM – Laminated Object Manufacture), Cubital (SGC – Solid Ground Curing) a DTM, která používala technologii SLS (Selective Laser Sintering). Zajímavostí je, že dvě z těchto firem již zanikly a v roce 2001 došlo k akvizici firem DTM a 3D Systems [1].

V roce 1989 si Scott Crump nechal patentovat proces FDM (Fused Deposition Modeling), obdoba technologie FFF (Fused Filament Fabrication), krátce předtím se svou ženou založil společnost Stratasys. [7] Ve stejném roce skupina vědců z americké MIT prodala licenci na svou technologii 3D tisku řadě společností, které spojením svých vlastních poznatků dále posunuly možnosti. Velký úspěch zaznamenala společnost ZCorp [1].

Dalším milníkem je inovace technologie Ink-jet, jde o technologii využívanou v běžných tiskárnách inkoustu na papír. Ve inovované technologii pro 3D tisk, zde namísto nanášení inkoustu z podavače dochází k depozici kapiček nataveného materiálu na podklad, kde znovu dochází k tuhnutí [1].

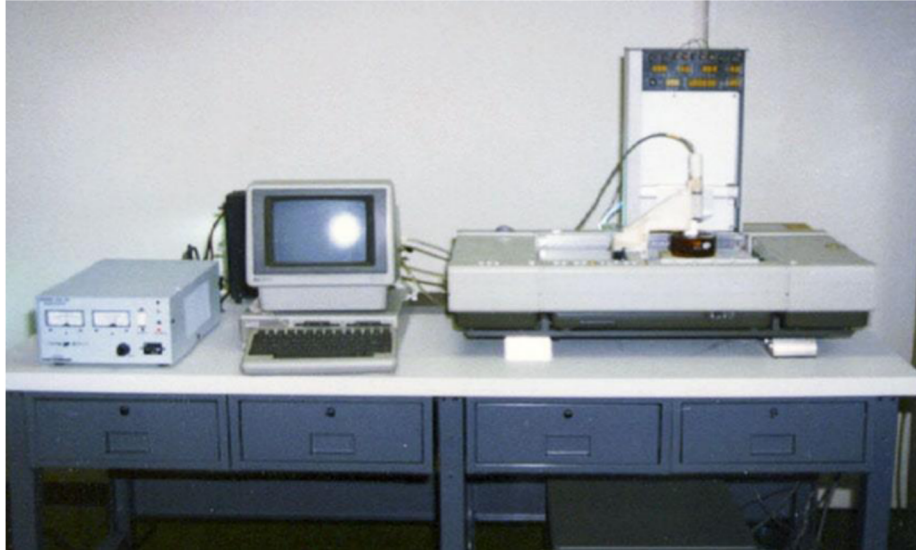
3D tisk kovů a kovových slitin nebyl do 90. let takřka vůbec využíván. V této době se odstartoval raketový rozvoj díky vývoji laserového tavení (angl. *Laser Melting* (LM)) a slinování či spékání (angl. *sintering*) [7]. Významné jsou úspěchy německé firmy Fockele & Schwarze (F&S) Stereolithographietechnik, která se na počátku 21. století spojila se společností MCP HEK GmbH a společně dále rozvinuly technologii LM a SLM. Další významný rozvoj byl proveden společností Westinghouse Electric Corporation a institucí Sandia National Laboratories. V roce 1997 byla založena společnost AeroMet jako dceřiná společnost MTS Systems Corp. Tato firma vyvinula proces Laser Additive Manufacturing (LAM), přestože firma již ukončila svoji činnost,

byla významným výrobcem 3D tištěných součástek pro letecký průmysl. Ve stejném roce společnost Optomec zavedla svůj první komerční systém založený na technologii Laser Engineering Net Shaping (LENS) vyvinutou v Sandia National Laboratories [5].

Nutno podotknout, že vývoj aditivních technologií provází rovněž mnoho neúspěchů. To je ale společný jmenovatel všech významných pokroků lidstva. Na druhou stranu spousta firem, které vstoupily se svými produkty na trh, nezkrachovala ani tak z důvodu špatné technologie, nýbrž kvůli špatnému byznys plánu či nešťastnému načasování. Například společnost Helisys, průkopník metod LOM zkrachovala, ale jiné firmy, které později vyvinuly vlastní zařízení využívající tuto technologii zaznamenaly úspěch. Dalším příkladem může být dnes již zaniklá technologie Ballistic Particle Manufacturing, která jako první používala pětiosý mechanismus depozice voskových kapiček. Byť dnes již není tato technologie používaná žádnou firmou na 3D tisk polymerů, pětiosé mechanismy jsou běžně využívány pro 3D tisk kovů [1].

Samozřejmě výzkum AM technologií neprobíhal jen v rovině průmyslových podniků, ale rozhodně se o vývoj zasloužily i akademické instituce. Již byla uvedena výzkumná skupina z MIT (technologie 3DP) nebo Sandia National Laboratories, na jejichž práci stavěly další společnosti. Tomu tak bylo v mnoha případech. Řada technologií využitých ke komerčním účelům, stavěla na práci některých akademiků. Například Selective Laser Sintering (SLS) byla původně vyvinuta Carlem Deckardem na Texaské univerzitě v Austinu k výrobě plastových součástek, načež obdobná technologie byla využita ke slinování výrobků práškové metalurgie, viz výše. Stejně tak byla výše uvedena technologie LM, ta zakládá na technologii s původním označením Controlled Metal Buildup (CMB) vyvinutou v Cáchách, v Německu ve Fraunhoferově institutu výrobních technologií (něm. *Fraunhofer-Institut für Produktionstechnologie IPT*). Jako další příklady lze uvést Shape Deposition Manufacturing (SDM), vyvinutou na Carnegie-Mellonově univerzitě nebo technologii Contour Crafting (CC) z Univerzity Jižní Kalifornie [3].

Je důležité zmínit, že velká část z prvních patentů na technologie AM již nejsou platné nebo v nejbližší době nebudou [1]. Ostatně i díky tomuto faktu klesá nákladovost těchto technologií a vlastnictví 3D tiskárny pro domácí použití je čím dál tím častější.


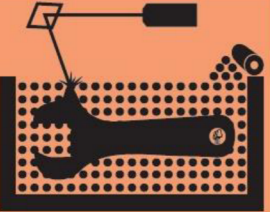

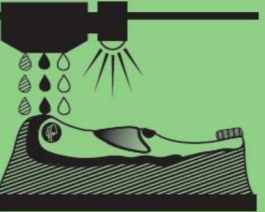


Obrázek 2: První technologie AM firmy 3D Systems, založené Charlesem Hullem [8]

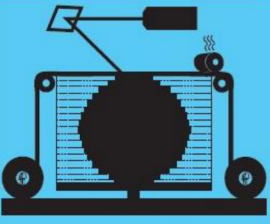
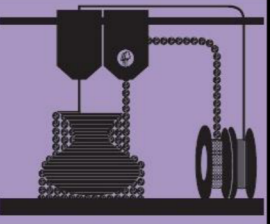


2.3 Klasifikace aditivních technologií

Ačkoli norma ISO/ASTM 52900:2015 uvádí celkem 7 skupin aditivních technologií, v této práci je kladen největší důraz na technologie, jež se ve výzkumu a praxi používají k depozici kovů. Kategorie technologií AM dle ISO/ASTM 52900:2015 jsou shrnuty v tabulce (Tabulka 1, Tabulka 2). Tato tabulka je inspirována obrázkem od firmy Hybrid Manufacturing Technologies, který velmi názorně ilustruje problematiku. Kategorie technologií DED, PBF a BJ jsou pak níže popsány podrobněji.

Tabulka 1: Přehled technologií aditivní výroby dle ISO/ASTM 52900:2015, část první [9]

			
VAT PHOTOPOLYMERIZATION	POWDER BED FUSION (PBF)	BINDER JETTING	MATERIAL JETTING
<p>Jiná označení:</p> <p>SLA – Stereolitografie</p> <p>DLP-Digital Light Processing</p> <p>3SP – Scan, Spin, and Selectively Photocure</p> <p>CLIP – Continuous Liquid Interface Production</p>	<p>Jiná označení:</p> <p>SLS – Selective Laser Sintering</p> <p>DMLS – Direct Metal Laser Sintering</p> <p>SLM – Selective Laser Melting</p> <p>EBM – Electron Beam Melting</p> <p>SHS – Selective Heat Sintering</p> <p>MJF – Multi-Jet Fusion</p>	<p>Jiná označení:</p> <p>3DP – 3D Printing</p> <p>ExOne</p> <p>VoxelJet</p>	<p>Jiná označení:</p> <p>Polyjet</p> <p>SCP – Smooth Curvatures Printing</p> <p>MJM – Multi-Jet Modeling</p> <p>Projet</p>
<p>Popis technologie:</p> <p>Kapalný fotopolymer je uložen v nádobě, přičemž jsou předem definované části vytvrzovány vlivem působení UV záření (laser či UV – projektor). Toto působení nastartuje polymeraci a dochází k tuhnutí exponovaných částí.</p>	<p>Popis technologie:</p> <p>Materiály ve formě prášku jsou definovaných oblastech spojovány tavením a následný tuhnutím použitím zdroje energie jako je např. laser či svazek elektronů.</p>	<p>Popis technologie:</p> <p>Tyto technologie jsou příbuzné PFB, ovšem namísto tavení působením energie jsou materiály spojovány pomocí kapiček organického či anorganického pojiva. Dále samozřejmě následuje tepelné zpracování.</p>	<p>Popis technologie:</p> <p>Obdoba BJ, zde jsou ale přímo nanášeny kapky materiálu ve vrstvách, jež pak tvoří výslednou součást. Běžně se používá světlejší vytvrditelná pryskyřice či roztavené polymery, které následně tuhnou na vzduchu za normálních teplot.</p>
<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Vysoká přesnost a možnost tvorby komplexních geometrií • Kvalita povrchu • Možnost depozice velkých rozměrů 	<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Komplexní geometrie • Prášek obklopující zhotovovanou součástí působí jako podpora • Široké spektrum materiálů 	<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Depozice v různých barvách • Vysoká produktivita • Široké spektrum materiálů 	<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Vysoká přesnost • Depozice v různých barvách • Heterogenní materiály
<p>Materiály:</p> <p>UV-vytvrditelné fotopolymery, pryskyřice</p>	<p>Materiály:</p> <p>Polymery, kovové a keramické prášky, písek</p>	<p>Materiály:</p> <p>Plastové prášky, kovy, keramika, sklo, písek</p>	<p>Materiály:</p> <p>Fotopolymery, polymery, vosk, pryskyřice</p>

Tabulka 2: Přehled technologií aditivní výroby dle ISO/ASTM 52900:2015, část druhá [9]

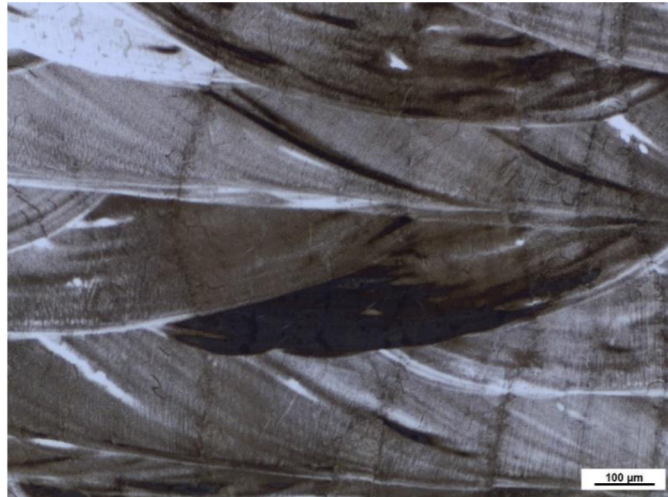
 SHEET LAMINATION	 MATERIAL EXTRUSION	 DIRECTED ENERGY DEPOSITION (DED)	 HYBRID
<p>Jiná označení:</p> <p>LOM – Laminated Object Manufacturing</p> <p>SDL – Selective Deposition Lamination</p> <p>UAM – Ultrasonic Additive Manufacturing</p>	<p>Jiná označení:</p> <p>FFF – Fused Filament Deposition</p> <p>FDM – Fused Filament Deposition</p>	<p>Jiná označení:</p> <p>LMD – Laser Metal Deposition</p> <p>LENS – Laser Engineered Net Shaping</p> <p>DMD – Direct Metal Deposition</p>	<p>Jiná označení:</p> <p>AMBIT – Technologie vytvořená společností Hybrid Manufacturing Technologies</p>
<p>Popis technologie:</p> <p>Plátky materiálu jsou na sebe skládány a laminovány. Laminace může probíhat pomocí adheziv či jiných chemických pojiv (použití na papír/plasty). Kovové fólie se spojují pomocí ultrazvukového svařování či pájením.</p>	<p>Popis technologie:</p> <p>Materiál je vytlačován skrze trysku ve formě nitky nebo kapiček, které se spojují s předcházející vrstvou. Zpravidla se používají ohřáté termoplasty (obdobu tavné pistole).</p>	<p>Popis technologie:</p> <p>Natavený prášek či drát je tryskou deponován do tzv. melt poolu, kde následným tuhnutím dochází ke spojení s předešlou vrstvou. K tavení materiálu je užíváno laseru, svazku elektronů či plazmového oblouku. De facto se jedná o svařování vrstev.</p>	<p>Popis technologie:</p> <p>De facto se jedná o kombinaci CNC obrábění a DED. Technologie si klade za cíl plně využít výhod obou procesů, zároveň tím zefektivnit výrobu.</p>
<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Vysoká produktivita • Relativně levně • Kombinace kovových fólií se zabudovanými součástkami 	<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Relativně levně • Možnost vícebarevné depozice • Vhodné do kanceláří • Dobré strukturní vlastnosti výrobků 	<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Bez omezení směru a sklonu depozice • Heterogenní materiály • Efektivní v opravárenství 	<p>Výhody:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Vysoká produktivita • Kvalita povrchu • Kombinace různých přístupů • Automatizace
<p>Materiály:</p> <p>Papír, plastové fólie, kovové fólie/pásy</p>	<p>Materiály:</p> <p>Termoplasty, kovový prášek v termoplastové matici</p>	<p>Materiály:</p> <p>Kovové prášky, kovové dráty, keramika</p>	<p>Materiály:</p> <p>Kovové prášky, kovové dráty, keramika</p>

2.4 Directed Energy Deposition

Pojem Directed Energy Deposition (DED) se běžně v praxi překládá jako metoda přímé depozice. Jedná se o technologii, během níž je materiál přímo nanášen na povrch do místa depozice a zároveň je působením tepla spojován s předchozí vrstvou. Před tímto procesem je materiál, který je dodáván z podavačů, buďto ve formě prášku nebo jako drát, nataven. Tavení může být docíleno více způsoby, je ovšem nutné zajistit relativně vysokou hustotu depoziční energie. Nejčastější je použití laseru, využívá se ale i svazku elektronů či plazmatu. Tedy metody, jejichž společným jmenovatelem je velice úzce fokusovaná vysoká energie.

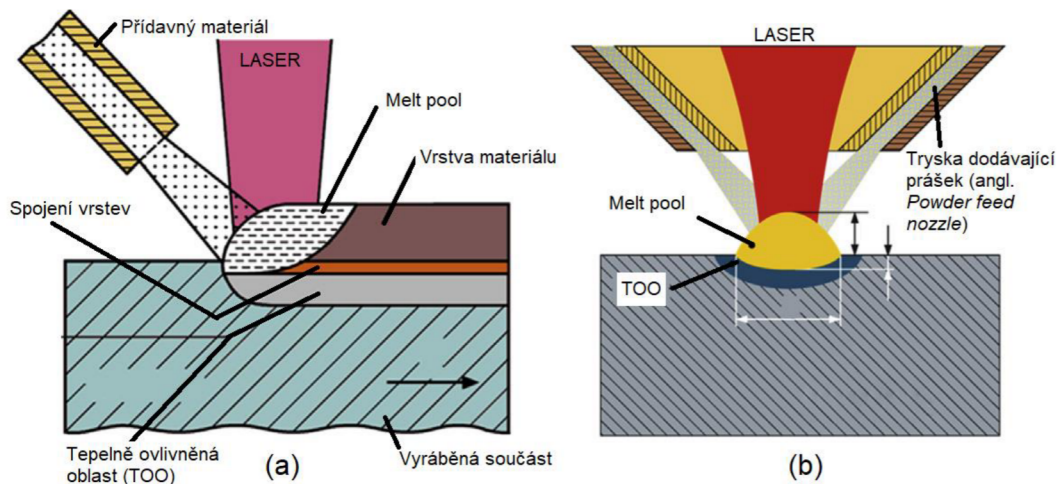
Kategorie technologií DED je z hlediska AM technologií založených na laserové depozici jedním z nejdůležitějších odvětví. Díky zdrojům vysoké energie lze efektivně deponovat materiály s vysokou teplotou tání a pevností. DED umožňuje deponovat vrstvy různého chemického složení a tvořit tak heterogenní materiály s pozoruhodnými vlastnostmi [10]. To je obrovskou doménou technologií spadající do této kategorie a ostatně i jedním z důvodů vzniku této práce. Právě díky schopnosti deponovat více materiálů do různých míst vyráběného dílu s poměrně vysokou přesností, lze potencionálně vyrábět materiály s vlastnostmi přímo určenými pro vybrané aplikace, dokonce lze dosahovat funkcí a vlastností jinak v přírodě nevídaných. Takovéto materiály s „pozoruhodnými vlastnostmi“, kde se složení a mikrostruktura průběžně mění, se v odborné literatuře označují jako funkčně graduované (angl. *Functionally Graded Materials* (FGM)) [5]. Díky vysokým ochlazovacím rychlostem (řádově 10^3 °C/s) je umožněn vznik přímo unikátních struktur a metastabilních stavů, které jsou konvenčními metodami výroby nedosažitelné [1].

Konkrétně probíhá přímá depozice dopravením materiálu do tzv. melt poolu, jakési taveniny, jíž dává vzniknout zdroj vysoké energie – nejčastěji laser. Níže je uvedeno vyobrazení melt poolů v příčném metalografickém výbrusu (Obrázek 3: Mikrostruktura (zvětšeno 100x) gradientního vzorku Ti+Ti15Mo s patrnými „melt pooly.“Obrázek 3). Typicky je použito práškového materiálu s průměrem jednotlivých částic mezi 50–100 μm nebo přídavného drátu s průměrem okolo 1–2 mm. Dále působením laseru nebo jiného zdroje energie dochází k tavení daného prášku či drátu. Následně se nově deponovaná vrstva materiálu metalurgicky pojí s vrstvou předcházející. Relativním pohybem depoziční hlavičky vůči pracovnímu stolu se tvoří linie „svařeného“ materiálu. Jejich průměr je dán velikostí laserového paprsku. Jednotlivé linie nebo dráhy by se měly vždy překrývat. Uvádí se, že ideální překryv je o 25 %. Tyto dráhy pak dohromady tvoří výslednou vrstvu. Typicky se deponují vrstvy o tloušťkách asi 0,25–0,5 mm [1, 11].



Obrázek 3: Mikrostruktura (zvětšeno 100x) gradientního vzorku Ti+Ti15Mo s patrnými „melt pooly.“

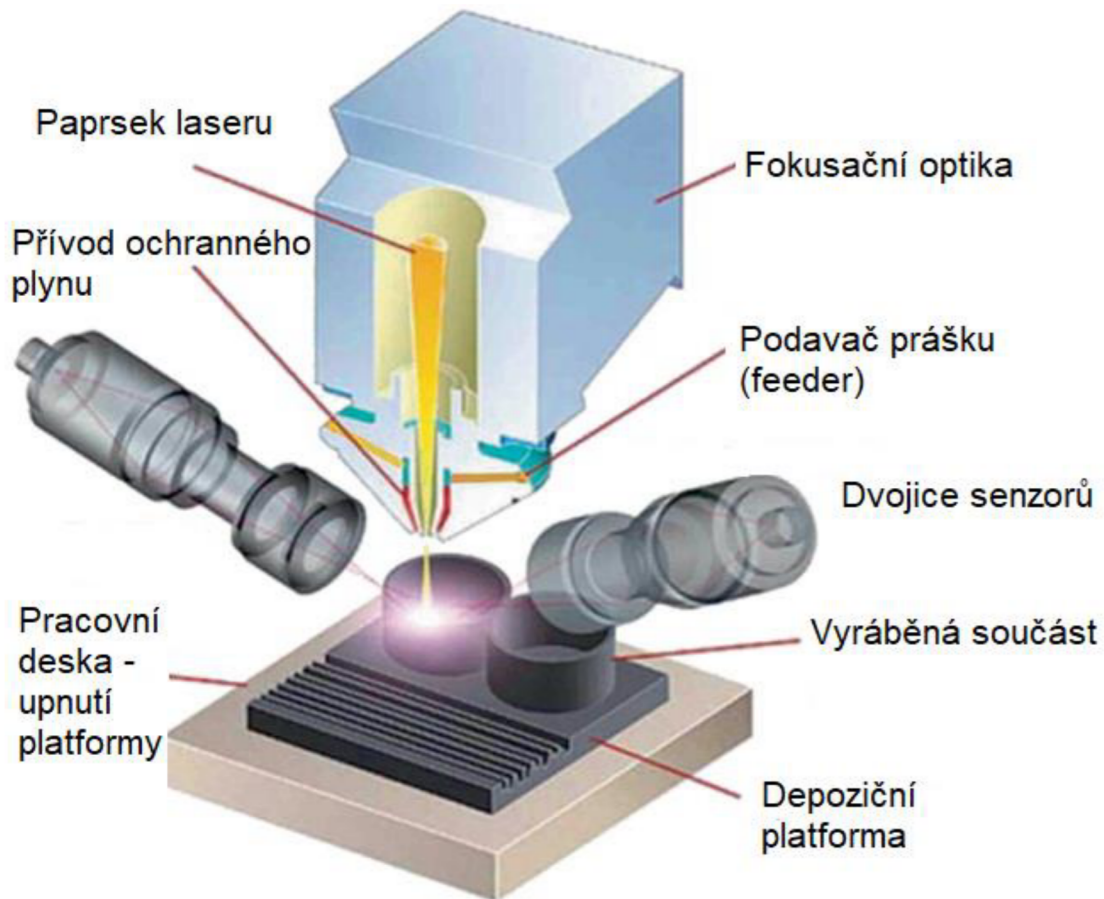
Zpravidla depozice probíhá v ochranné atmosféře tvořené inertním plynem. Při použití svazku elektronů je nutno celý proces provádět ve vakuové komoře, neboť urychlené elektrony, tj. β -záření má ionizační schopnosti. V tomto případě se pak používá přídavného drátu. Technologie s využitím energetického zdroje v podobě elektronů byly také vyvíjeny v NASA s perspektivou oprav kosmických zařízení [1]. Schémata mechanismů depozice pomocí přídavného drátu (wire-fed) i prášků (powder-fed) jsou níže (**Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**).



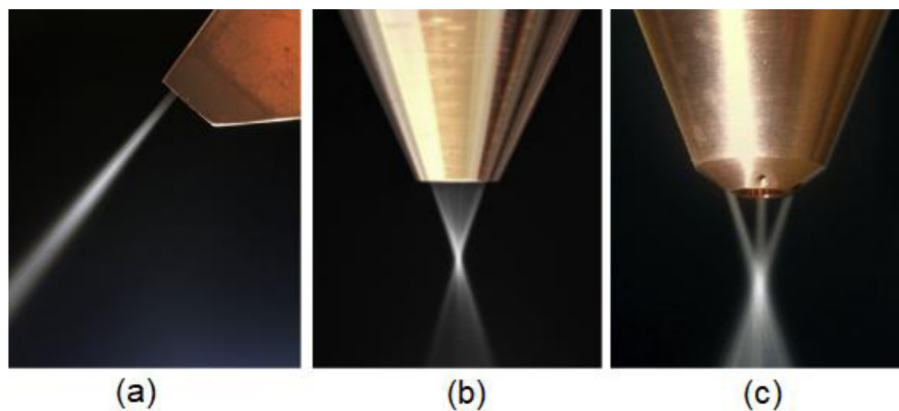
Obrázek 4: Schémata mechanismů DED, (a) metoda s využitím přídavného drátu (wire-fed), (b) metoda s přímou depozicí prášku z depoziciční hlavičky (powder-fed) [11]

Sestava depoziciční hlavičky se obvykle skládá z fokusačních čoček, trysek dodávajících materiál (powder feeding nozzle), přívodu ochranného plynu a někdy také senzorů předávajících zpětnou vazbu do řídicího systému [1, 5] Takové zařízení je níže znázorněno (Obrázek 5). Trysky dodávající prášek mohou být různě konstrukčně řešeny. Materiál může být dodáván různoběžně, spojitě koaxiálně či koaxiálně

nespojité. Každé řešení má své výhody a nevýhody. Způsoby konstrukčního řešení podávání materiálu tryškou do melt poolu jsou vyobrazeny níže (Obrázek 6).



Obrázek 5: Schéma depoziční hlavy u kategorie technologií DED využívající laseru jako zdroje energie a materiálu ve formě prášku [12]



Obrázek 6: Konstrukční řešení trysek s přímou depozicí prášku z depoziční hlavičky (powder-fed): (a) různoběžné (b) kontinuální koaxiální (c) nespojitě koaxiální [11]

DED a další aditivní technologie využívající laserových technologií fokusují tepelnou energii do poměrně úzké oblasti (průměry paprsku laseru jsou dosahují řádově milimetrů s energií běžně 3–5 kW). Lze tedy dosahovat i vysoké přesnosti a kvalitních kovových vazeb mezi vrstvami. V řadě případů ale nejsou podmínky zcela ideální. Častokrát lze pozorovat plastické deformace vlivem zbytkového napětí, v horších případech může docházet až ke vzniku prasklin či trhlin. Jedním z důvodů vzniku těchto nedostatků je smrštění materiálu během ochlazení. Rovněž vznik metastabilních struktur, např. martenzitickou transformací může vést ke zmíněným vadám. V takových případech se osvědčilo použití dalších zdrojů energie, předehřev platformy nebo následné tepelné zpracování. Pak lze deponovat celkem širokou paletu kovových materiálů [11].

Charakteristiku použití metod kategorie DED lze shrnout následovně [1, 5, 9, 10, 12]:

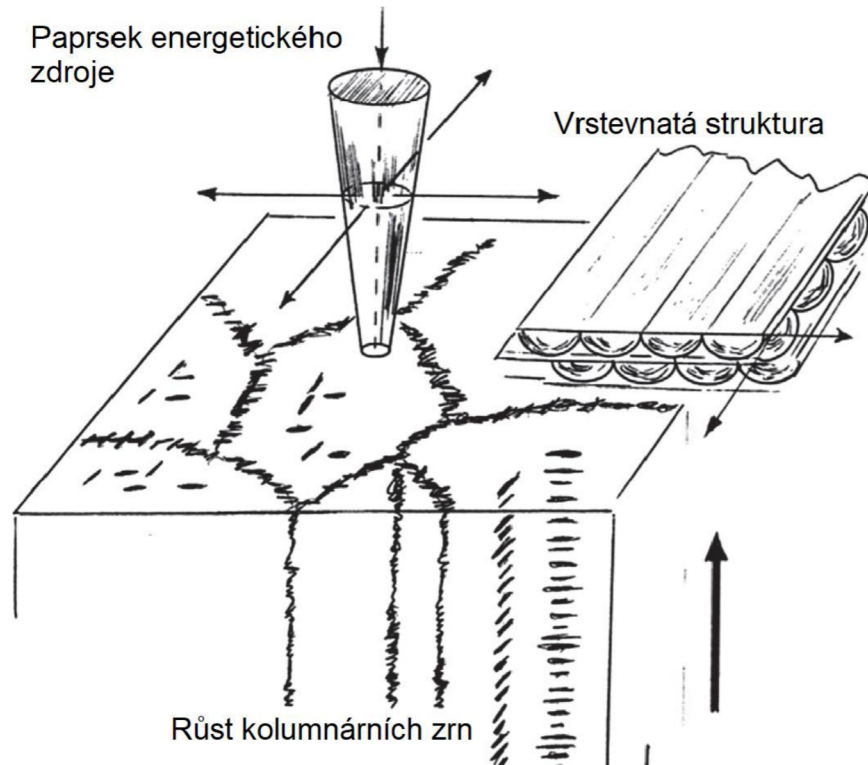
- depozice materiálů s vysokou teplotou tání,
- možnost relativně snadno ovlivnit chemické složení jednotlivých vrstev a cíleně upravovat mikrostrukturu, tj. deponovat heterogenní funkčně graduované materiály,
- efektivní použití pro opravy či repase, zejména pokud se jedná o vysoce namáhané součásti jako např. lopatky turbín, díly proudových strojů apod.
- depozice tenkých vrstev,
- možnost víceosé depozice,
- nelze tvořit tak komplexní geometrie výrobků v porovnání s jinými metodami,
- nižší kvalita povrchu a rozměrová přesnost,
- v některých případech nutnost podepření deponované konstrukce.

Dnes se na trhu prodávají především stroje využívající mechanismů DED k depozici kovových materiálů. V současnosti ale probíhá spousta výzkumných záměrů pro použití i v jiných oblastech. Lze si představit i aplikace v potravinářství, např. depozici cukru pomocí horkého vzduchu k výrobě cukrovinek. Otázkou tedy není, zda dojde k většímu rozmachu, ale kdy tento rozvoj nastane [1].

2.5 Powder Bed Fusion

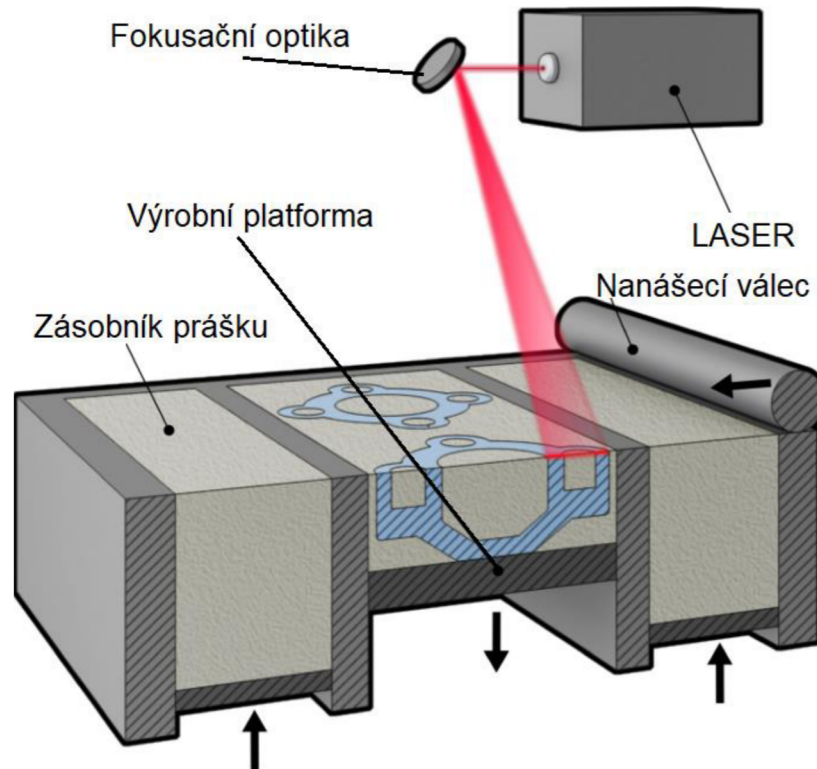
Technologie metody PBF byly mezi prvními, jež našly komerční využití. První z této kategorie byla metoda SLS, vyvinutá na Texaské univerzitě v Austinu [1]. Zanedlouho slavily úspěchy i další metody, jako příklad lze uvést SLM vyvinutou v 90. letech Fraunhoferovým institutem laserových technologií (něm. *Fraunhofer-Institut für Lasertechnik* (ILT)) [11].

Technologie spadající do této kategorie jsou považovány za metody s velkým příslibem do budoucnosti. Pomocí těchto technologií lze cíleně upravovat mechanické vlastnosti vyráběných součástí díky různým nastavením depozičních parametrů, což vyústí v rozlišnou mikrostrukturu a zejména v odlišnou velikost zrn. Typická zrna po produkci pomocí PBF mají kolumnární (sloupcový) tvar (viz Obrázek 7), to vede na vysokou anizotropii mechanických vlastností. Důvodem k této struktuře jsou prudké rozdíly teplot mezi vrstvami. Nicméně i podmínky tuhnutí, a tedy výslednou strukturu je možné alespoň částečně ovlivnit použitím různých depozičních strategií a parametrů zdrojů energie [13].



Obrázek 7: Ilustrace růstu kolumnárních zrn v materiálu vyráběného pomocí PBF. Znázorněna je rovněž výsledná struktura tvořena jednotlivými deponovanými vrstvami [14]

Jak již název napovídá, v těchto technologiích je používán materiál ve formě prášku. V praxi a české odborné literatuře se vžil pojmenování metoda práškového lože. Zdroj energie působí na předem definované, tedy selektivní oblasti tenké vrstvy materiálu naneseného na platformě, načež jednotlivé částice úplně taví (SLM, EBM), nebo dochází k tavení částečnému, resp. tavení určité složky, ohřevu jiné a následnému spojení pomocí difuze (SLS, DMLS, SHS). Posléze po dokončení geometrie vrstvy součásti je platforma snížena o definovanou tloušťku vrstvy a je nanesena nová vrstva materiálu. Tento proces je následně opakován, dokud není výrobek hotov. Zpravidla bývá prostor, kde k těmto procesům dochází, chráněn inertní atmosférou (běžně argon či dusík) před oxidací. Depozice pomocí elektronového svazku probíhá ve vakuové komoře. Dále je nutné zajistit homogenní vrstvu prášku na platformě, k tomu se využívá různých zařízení, např. válce nebo stěrky. Důležitá je rovněž morfologie a velikost částic prášku, neboť mají vliv na absorpci energie a na teplotní vodivost [14]. Schematické znázornění metod SLS a EBM je níže (Obrázek 8, Obrázek 9).

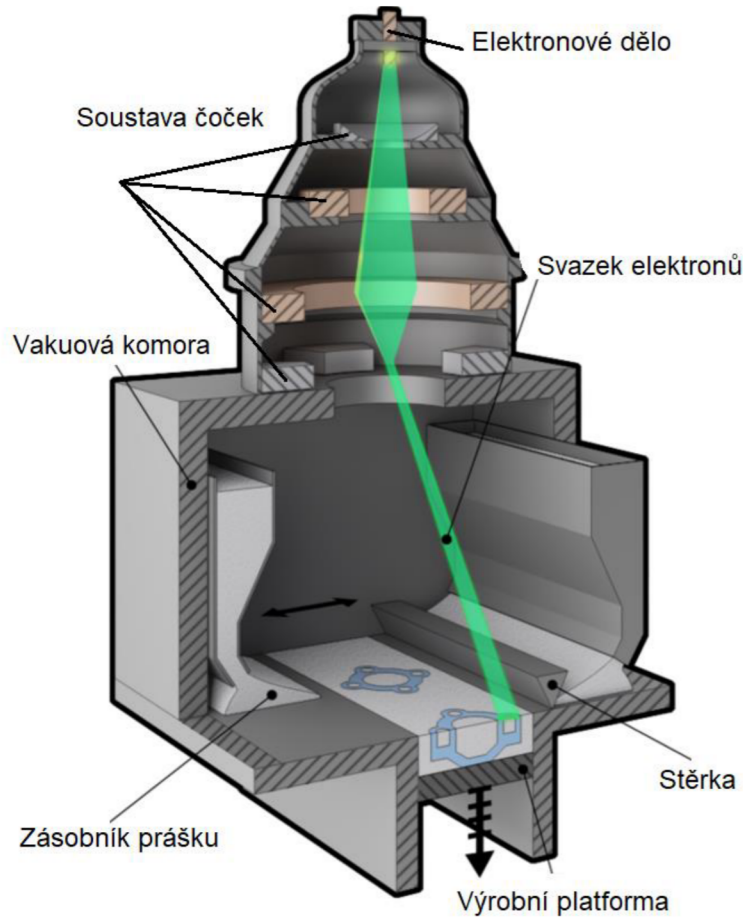


Obrázek 8: Schéma zařízení používající metodu SLS [15]

Zvláště u mechanismů založených na částečném tavení, respektive slinování, je častokrát vyžadováno určité další zpracování materiálu (post-processing). Zde můžou být aplikovány metody jako Hot Isostatic Pressing (HIP) apod. [5].

Z hlediska mechanických vlastností součástí deponovaných pomocí těchto metod je důležitou charakteristikou poměrná hustota, respektive pórovitost. Obdobně jako u odlitků závisí mez pevnosti, tažnost a únavové vlastnosti nepřímo úměrně na pórovitosti. Pórovitost a nedostatečně natavené částice mohou velmi negativně ovlivnit lomově mechanické vlastnosti [14].

Samozřejmě veškeré vlastnosti materiálu se odvíjejí od jeho mikrostruktury, ta velmi úzce souvisí s nastavenými parametry depozice. Obecně vykazují součásti vyrobené pomocí PBF horší mechanické vlastnosti při namáhání ve směru normály k deponovaným vrstvám. U technik, kde dochází k plnému tavení materiálu jsou obvykle dosaženy vyšší pevnostní hodnoty, právě z důvodu menší porozity a příznivější mikrostruktury. U slitin titanu, hliníku a některých korozivzdorných ocelí vyrobených pomocí aditivních technologií je mez kluzu a pevnosti srovnatelná, někdy dokonce vyšší než u materiálů vyrobených tradiční cestou. Dochází zde ale ke snížení tažnosti. Některé materiály dosahují naopak výrazně lepších mechanických vlastností při výrobě konvenčními metodami, příkladem může být Inconel 718 [14].



Obrázek 9: Schéma EBM zařízení [16]

2.6 Binder Jetting

Historicky se jedná o technologie, které přinesly populární označení 3D tisk. Jedná se o proces, během něhož je na vrstvu prášku nanášeno pojivo. Proces byl vyvinutý výzkumníky z MIT a původně nesl název Three Dimensional Printing (3DP). Tento proces byl dále v 90. letech rozvíjen a komercializován několika firmami na základě licence od MIT [1].

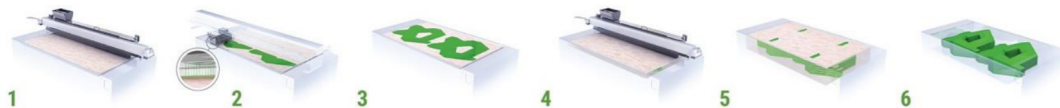
Dá se říct, že metody aditivní výroby spadající do této kategorie, pracují na stejném základu jako PBF. V PBF je ale materiál spojován dodáním energie ve formě tepla. Zde dochází k nanášení kapiček pojivového substrátu. V prvotních výzkumných pokusech se pro depozici pojiva používalo zařízení z běžných inkoustových tiskáren [17].

Společnost ExOne, která je jedním z největších výrobců zařízení využívající technologii BJ, uvádí definici jako: BJ jsou metody 3D tisku, během nichž tisková hlavička selektivně deponuje pojivý substrát na tenkou vrstvu kovového, pískového, keramického či kompozitního práškového materiálu. Načež dochází k iteraci tohoto

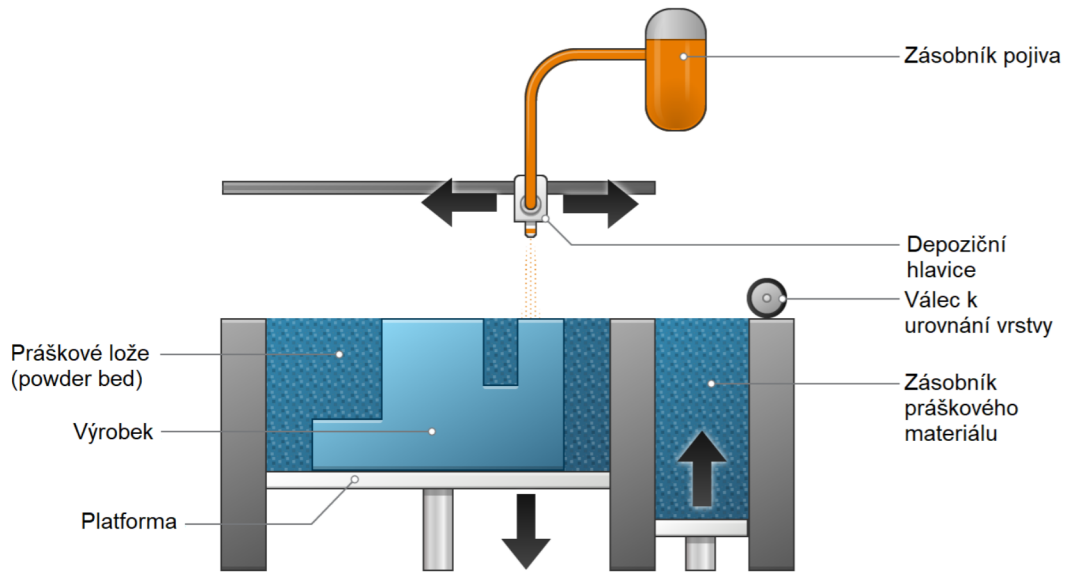
procesu s využitím předem definovaných souřadnic z digitálního datového souboru, dokud není produkt dokončen [18]. Tato společnost je jednou z firem, které obdržely zmíněnou licenci od MIT. Ilustrace jednotlivých kroků během BJ je uvedena níže (**Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**).

Na rozdíl od PBF a DED během depozice jednotlivých vrstev nedochází k výraznému tepelnému ovlivnění. Během BJ je deponováno za konstantních, a hlavně výrazně nižších teplot, tím pádem není výrazně ovlivněna výsledná mikrostruktura. Oproti PBF díky použití pojiva, odpadá nákladnost zdrojů vysoké energie. U BJ lze velmi efektivně deponovat více součástí zároveň a náklady na depoziční hlavice nejsou tak vysoké jako u DED a PBF. Společnost ExOne pokládá BJ za nejefektivnější metodu AM. To lze považovat za pravdivé tvrzení, ale je nutné v určitých případech vzít v úvahu následné zpracování. To, zejména u kovů, může být velmi pracné a nákladné [1, 18].

Především u kovových, ale i jiných druhů materiálů je třeba určitého následného zpracování výrobků. U kovů zpravidla probíhá „post-processing“ v několika krocích. Během prvního kroku je výrobek vložen do pece k odstranění pojiva. U kovů se běžně jako pojivou používají polymery. Ve druhém kroku dochází ke slinování kovových částic k dosažení celistvosti součásti. Následně se může použít infiltrace nízkotavitelnými materiály, většinou bronz, a dochází k vyplnění pórů. Během postprocessingu bohužel častokrát dochází k velkému smrštění, tudíž přesnost rozměrů součástí je např. ve srovnání s PBF nižší. Konkrétní komerčně vyráběné kovové materiály pomocí BJ jsou některé korozivzdorné oceli a Inconel 625. Další významné společnosti vyrábějící zařízení pro BJ jsou 3D Systèmes a VoxelJet [1].



Obrázek 10: Jednotlivé kroky výrobních procesů metod BJ, 1) depozice vrstvy prášku 2) depozice pojiva 3) dokončení vrstvy 4) redepozice prášku 5) opakování procesu 6) hotová součást [19]



Obrázek 11: Schéma zařízení typického pro metody BJ [20]

3 Titan a jeho slitiny

Hustoty dnešních technicky využívaných slitin Ti se pohybují v rozmezí 4 318 až 4 872 kg/m³. V porovnání s ocelmi je to cca 56 % hustoty [21]. Technicky čistý titan má hustotu 4 505 kg/m³, přičemž dosahuje pevnosti v tahu až 250 MPa, při tažnosti A_5 až 60 %. To jsou vlastnosti vysoce žádané zejména v konstrukci letadel, raketové technice a dopravě. Vývoj titanových slitin byl tedy převážně vyvolán a usměrňován potřebami při konstrukci těchto strojů. Praktické použití titanu se datuje od roku 1948 do USA, kde byly vyrobeny první dvě tuny [22].

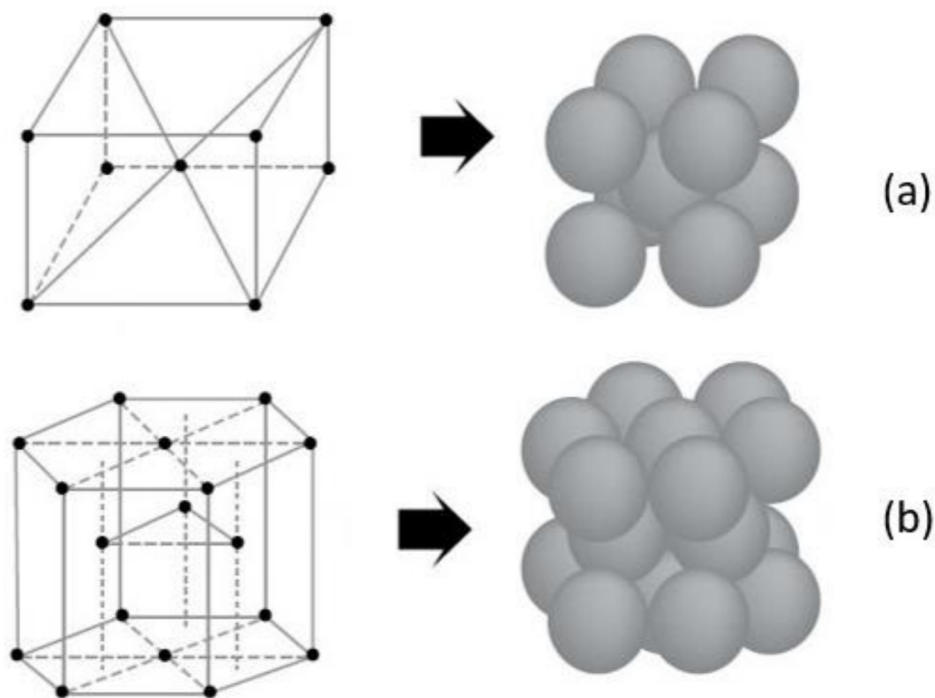
Po druhé světové válce se slitiny titanu staly klíčovým materiálem pro výrobu proudových motorů. Firmy vyrábějící leteckou techniku jsou stále markantním odběratelem titanu a titanových slitin, ovšem jejich použití se rozšířilo i do dalších sektorů jako chemický průmysl, medicína (endoprotézy a implantáty v zubním lékařství [23]), výroba elektrické energie, výroba lodí, transport, ale i výroba sportovního náčiní. V současnosti je známo více než 100 titanových slitin, nicméně pouze 20 až 30 z nich je technicky využíváno. Největší zastoupení má slitina Ti-6Al-4V, ta zaujímá více než 50 % celkové produkce. Dalších zhruba 20 % zastupuje technicky čistý titan [24].

Titan se nejčastěji vyrábí tzv. Krollovým procesem, vynalezeným Wilhelmem Justinem Krollem, lucemburským metalurgem, který během druhé světové války emigroval do USA, kde v U.S. Bureau of Mines demonstroval svou metodu redukce TiCl₄. Surovinou pro výrobu je oxid titaničitý (TiO₂) z minerálů rutilu nebo ilmenitu. Ten je následně převáděn chlorováním na chlorid titaničitý (TiCl₄), jež je posléze redukován hořčíkem na kovový titan. Pro redukci je také hojně využíván sodík. Tento proces vynalezl Matthew Albert Hunter z Rensselaerského polytechnického institutu v Troyi v New Yorku v roce 1910 [22, 24, 25].

Ačkoli je titan na Zemi hojně zastoupený prvek, je stále velmi drahou záležitostí. To je dáno jeho nákladnou výrobou [23]. Výše je zmíněna redukce čistého titanu z minerálů, tím ale výroba technicky čistého titanu nekončí. Z důvodu vysoké reaktivity za vysokých teplot (viz 3.1), je nutné ho připravovat ve vakuu či inertní atmosféře. Titanové slitiny jsou často tvářeny za tepla, což rovněž prodražuje produkci [26].

3.1 Titan z chemického hlediska

Titan nereaguje se zásadami a za běžných teplot se nerozpouští v minerálních kyselinách. Ve sloučeninách vystupuje v oxidačních stavech IV (nejstabilnější), III, II a velmi vzácně 0. Reaguje s horkým roztokem HCl na Ti^{III} za vzniku H₂. Při reakci s horkou kyselinou dusičnou dochází k jeho oxidaci na hydratovaný TiO₂. Titan je rozpustný ve vodném roztoku HF za intenzivního uvolňování H₂, během této reakce vzniká zelenožlutý roztok obsahující Ti^{IV} a Ti^{II}. Za vysokých teplot titan reaguje s většinou nekovů. S uhlíkem tvoří TiC, s kyslíkem TiO₂, ten je zodpovědný za vynikající korozní odolnost, neboť vytváří na povrchu pasivační vrstvu, a s dusíkem TiN, jež je významnou sloučeninou v technické praxi na povlakování řezných nástrojů. S halogeny tvoří zpravidla TiX₄ [27].



Obrázek 12: Fyzikální model krystalové struktury titanu. Základní buňky krystalové struktury a) β -fáze (bcc) b) α -fáze (hcp) [28]

3.2 Slitiny titanu

Titan existuje ve dvou krystalografických modifikacích. Za pokojových teplot má hexagonální těsně uspořádanou mřížku (hcp). Tato fáze bývá označována jako α . Z teploty tání $1670\text{ }^{\circ}\text{C}$ do teploty $882\text{ }^{\circ}\text{C}$ krystalizuje v kubické prostorově středěné (bcc) modifikaci. To je označováno jako β -fáze [26]. Přičemž s ohledem na omezené možnosti deformace hcp krystalové mřížky vykazuje β -fáze s bcc strukturou větší tažnost v porovnání s α -fází. Rovněž difúzní koeficient u α -fáze dosahuje nižších hodnot než u β -fáze [24]. Znárodnění struktur daných fází je na obrázku výše (**Chyba! N enalezen zdroj odkazů.**).

Literatura uvádí ještě další fázi s označením ω , jedná se o zákalnou strukturu s hexagonální krystalovou mřížkou. V porovnání s fázemi α a β ještě není zcela objasněna a je stále předmětem výzkumu [29].

Slitiny titanu se pak zpravidla dělí podle toho, která fáze je přítomna ve struktuře za normálních teplot. Tím je možno rovněž klasifikovat legující prvky na základě toho, kterak stabilizují jednotlivé fáze. Zdroje [21, 24, 25, 26, 30] uvádí klasifikaci slitin takto:

- slitiny α ,
- slitiny $\alpha + \beta$,
- slitiny β .

Některé zdroje např. [22] a [24] připouští další dělení na slitiny pseudo α (obsahující maximálně 6 hmotnostních % β -fáze) a slitiny pseudo β či metastabilní β s existencí velmi malého množství α -fáze.

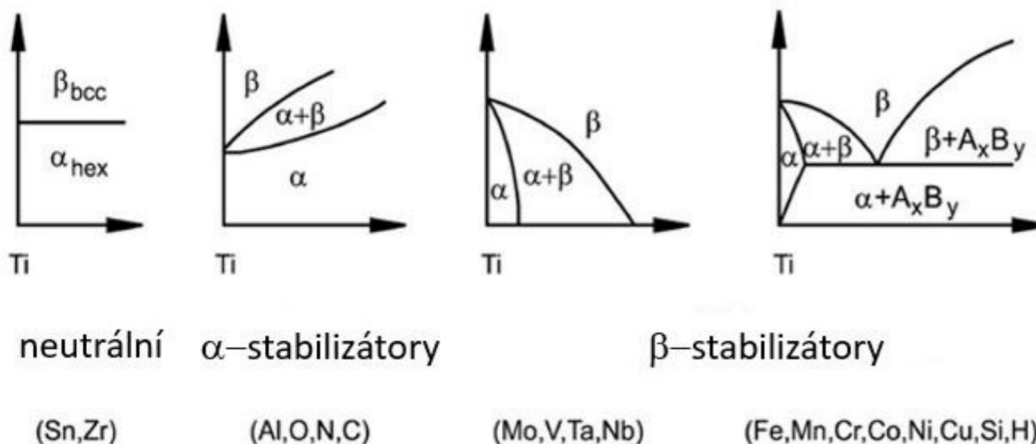
Dle efektu na stabilizaci fází pak výše uvedené zdroje uvádí řazení příměsových prvků následovně:

- stabilizátory α -fáze,
- stabilizátory β -fáze,
- neutrální příměsové prvky.

Stabilizátory α -fáze zvyšují teplotu fázové přeměny β na α , otevírají tak fázové pole α , respektive umožňují vznik tuhého roztoku legujících prvků v α -Ti [22]. Nejvýznamnějším prvkem stabilizujícím α -fázi titanu je hliník. Hliník je všeobecně nejdůležitějším legujícím prvkem titanových slitin. Do této kategorie spadají rovněž kyslík, dusík a uhlík. Ty tvoří s titanem intersticiální tuhý roztok [24, 26]. Je ale třeba sledovat jejich obsah, neboť existence nitridických, oxidických a karbidických vměstků může zapříčinit křehkost slitin [22].

Prvky, jež otevírají okno fáze β se nazývají β -stabilizátory. Mechanismus stabilizace β -fáze titanu a tvorby tuhého roztoku je dvojího typu. Zvýšenou rozpustností prvků v β -Ti je větší pravděpodobnost tvorby tuhého roztoku se strukturou bcc a následné stability β -fáze i za normálních teplot. Do této skupiny se řadí např. Mo, Ta, V či Nb. Vlivem prvků jako Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si nebo H může dojít k eutektické přeměně $\beta \rightarrow \alpha + A_xB_y$. I malá hmotnostní procenta těchto tzv. β -eutektických příměsí mohou zapříčinit vznik intermetalických sloučenin [21, 22, 24].

Neutrální prvky Sn a Zr nemají podstatný vliv na teplotu fázové přeměny $\beta \rightarrow \alpha$, ovšem jejich legováním lze docílit zvýšení pevnosti, zejména díky rozpustnosti v α -Ti. [22, 24]. Tyto prvky ale v kombinaci s Al mohou zapříčinit křehkost či ztrátu tvárnosti [21]. Shrnutí vlivů příměsí v titanových slitinách je přehledně znázorněno níže (**Chyba! Nenašel jsem zdroj odkazů.**).



Obrázek 13: Vliv příměsových prvků na strukturu titanových slitin [24]

3.2.1 Slitiny α

Jako α slitiny se označují slitiny titanu, jejichž struktura je primárně tvořena α -fází s hexagonální těsně uspořádanou mřížkou (hcp). Kromě α -stabilizátorů však často obsahují i prvky, které patří do skupiny β -stabilizátorů, zpravidla to bývá Si, neboť má vliv na odolnost proti tečení materiálu (creep strength), někdy se používá i Mo, V nebo Nb [21]. Obvykle ještě bývají přidávány neutrálně působící prvky Zr a Sn. Uvádí se, že optimální složení je 5 hmotnostních procent Al a cca 3 hm. % Sn [22].

Výsledný obsah α -fáze ve struktuře této kategorie Ti slitin není závislý na rychlosti ochlazování. Z toho plyne, že je nelze výrazně vytvrdit vlivem tepelného zpracování, na druhou stranu se ale stávají vhodnými pro svařování [21].

Jak již bylo uvedeno výše, hlavním legujícím prvkem této skupiny slitin je Al. Tento prvek má výbornou schopnost rozpustnosti v α -fázi a tvoří substituční tuhý roztok. Tyto slitiny pak vykazují dobrou pevnost za normálních teplot, ovšem i za teplot vyšších. Žáruvzdorné a žárupevné vlastnosti jsou dominantou této skupiny titanových slitin, nicméně v porovnání s ostatními skupinami mají za normálních teplot nejnižší hodnoty pevnosti v tahu. Ze strukturních důvodů (hcp mřížka) nemají α -slitiny takovou tvárnost jako ostatní skupiny [21].

Do skupiny α slitin se řadí i technicky čistý titan, přestože se o slitinu nejedná. Má ale obdobnou strukturu, tedy i podobné vlastnosti. Pro zvýšení pevnosti bývá občas legován Fe a O [21]. Používá se v chemickém a potravinářském průmyslu a obecně k aplikacím, které nevyžadují vysokou pevnost, ale zejména korozní odolnost. Ovšem CpTi Grade 3, který má vyšší pevnostní vlastnosti se používá i na tlakové nádoby [24].

Rovněž se do této skupiny řadí i druh slitin, jež některé literární zdroje (viz 3.2) označují jako pseudo- α (near- α). Tyto slitiny obsahují malé množství β -fáze, zpravidla mezi 2–6 hm. % a vykazují větší pevnost a zároveň lepší tvárnost za normálních teplot [22].

Shrnout vlastnosti charakteristické pro tyto slitiny lze následovně [21, 22, 24, 29]:

- výborná žáruvzdornost, dobrá žárupevnost ([22] uvádí do 300 °c),
- dobrá svařitelnost,
- některé vykazují i poměrně vysokou pevnost
- dobrá odolnost proti křehkému porušení za vysokých i velmi nízkých teplot,
- nereagují na tepelné zpracování, resp. nelze je tepelně vytvrdit,
- chemická odolnost, zejména technicky čistý titan.

3.2.2 Slitiny $\alpha + \beta$

Do této skupiny patří především nejvýznamnější titanová slitina vůbec, a sice Ti-6Al-4V. Dnes tvoří více než 50% produkce všech titanových slitin. Byla vyvinuta v USA na Illinoiském technologickém institutu v 50. letech, je tedy jednou z nejstarších slitin Ti. Tato slitina má výbornou vyváženost vlastností. Největším odběratelem je letectví a kosmonautika, [24] intenzivně se ale používá i pro kloubní náhrady [23].

Další slitiny této skupiny byly primárně vyvíjeny pro vysokopevnostní aplikace či aplikace za vyšších teplot [24], nicméně slitiny této skupiny se vyznačují různými vlastnostmi danými strukturou a odvíjejícími se od stavu zpracování a chemického složení [22]. Co do počtu se jedná o největší skupinu titanových slitin [21].

V této skupině opět figuruje jako hlavní legující prvek Al. Výrazně zvyšuje pevnostní hodnoty. Většina rovněž obsahuje β -izomorfní stabilizátory jako Mo a V. Díky přítomnosti těchto prvků lze dosáhnout vynikající stability vlastností při náročném mechanickém namáhání a vystavení vysokým teplotám. Legováním prvků, které následně vedou k eutektoidní reakci, tzv. β -eutektoidy, dochází k výraznému zlepšení mechanických vlastností. Je ale třeba jejich obsah držet pod kontrolou, protože mohou vést ke křehkosti tvorbou intermetalických sloučenin [21].

Obecně ve vyžáhaném stavu vykazují lepší tvárnost než α slitiny a lepší odolnost proti únavě. Po tepelném vytvrzení je ovšem snížena lomová houževnatost. Používají se jednak pro vysokopevnostní aplikace (pro něž byly původně vyvíjeny), jako lopatky turbín a kompresorů, komponenty letadlových či raketových rámu a podvozků, rámy jízdního kola a jiného sportovního vybavení [22].

Požadovaných vlastností $\alpha + \beta$ slitin je dosahováno úpravou podílu a morfologie jednotlivých fází vlivem tepelného zpracování [21]. Struktura slitiny může být tvořena buďto rovnoosými zrny nebo lamelami tuhých roztoků α a β , popřípadě směsí obou morfologií [22].

Z hlediska svařování záleží na podílu fáze β a na průběhu jejího vzniku. Lze deklarovat, že je svařitelnost $\alpha + \beta$ slitin dobrá, pokud je hm. % β -stabilizátorů nízké či se jedná o slabší β -stabilizátory [21]. Oproti α slitinám je ale svařitelnost vždy horší. Stejně tak chybí odolnost proti tečení (creep) [22].

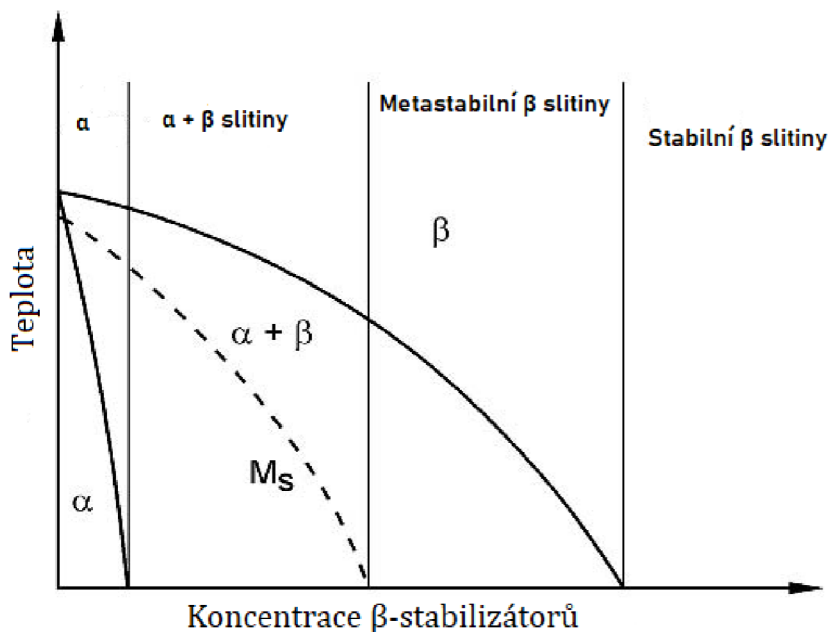
Slitiny $\alpha + \beta$ mají široké spektrum vlastností, obecně je lze ale shrnout [21]:

- tepelným zpracováním lze dosáhnout vysokých pevnostních hodnot vlivem precipitace α -fáze,
- dobrá teplotní stabilita (za předpokladu nízkého hm. % β -eutektoidních prvků),
- obecně poměrně houževnaté slitiny a odolné vůči únavovému porušení,
- svařitelné za předpokladu nízkého hm. % β -stabilizátorů,
- obsah prvků stabilizujících α i β fázi,
- do jisté míry kompromis vlastností α slitin a β slitin.

3.2.3 Slitiny β

Metastabilní β -slitiny titanu jsou v dnešní době poměrně často předmětem výzkumných záměrů. K tomu přispívá mnoho faktorů. Typickým pro všechny titanové slitiny je vysoký poměr pevnosti ku hustotě, avšak z hlediska Ti slitin má tato skupina tento podíl největší. Další z pozitivních vlastností u β -Ti slitin je nízký Youngův modul pružnosti v tahu (zhruba 78 GPa, záleží na chemickém složení a zpracování) a biokompatibilita, díky čemuž se často aplikují v medicíně. Rovněž ale nacházejí uplatnění v letectví a kosmickém průmyslu, či jako komponenty plynových turbín [31]. Vhodnou volbou termomechanického zpracování a úpravami chemického složení lze dosahovat velmi vysokých pevností přesahujících 1400 MPa při zachování dobré houževnatosti a únavové pevnosti [32].

Slitiny β jsou slitiny s obsahem dostatečného množství β -stabilizátorů k potlačení martenzitické transformace během tuhnutí na normální teploty. Obsah β -stabilizátorů lze popsat pomocí tzv. molybdenového ekvivalentu, pak je zapotřebí minimálně asi 10 hm. % [24], ilustrováno níže (Obrázek 14).



Obrázek 14: Schéma binárního diagramu Ti a β -izomorfního stabilizačního prvku [30]

Ačkoli je potenciál využití β -slitin obrovský, jejich podíl na trhu zatím není příliš velký, v USA tvoří zhruba 1 % Ti slitin. Nicméně dochází k čim dál častějším aplikacím. Příklad konkrétního technického použití je Boeing 777, jehož podvozek je primárně tvořen výkovky z Ti-10V-2Fe-3Al. Dále například ve vrtulníku Westland Lynx konstruktéři použili pro výrobu rotoru tuto slitinu namísto Ti-6Al-4V, z důvodu lepších vlastností při dynamickém namáhání. Literatura uvádí, že u této slitiny lze dosáhnout nejlepší kombinace vlastností ze všech titanových slitin. Existují i slitiny se superplastickými vlastnostmi používané v automobilovém průmyslu na výrobu pružin [24].

Shrnutí vlastností β -slitin [21, 22, 24]:

- tepelným zpracováním lze dosáhnout velmi vysokých pevností,
- ve vyžíhaném stavu lze tvářet zastudena, z důvodu vysoké tvárnosti β -fáze,
- slabší odolnost vůči tečení (creep) při teplotách nad 370 °C,
- obecně houževnaté a odolné vůči únavovému porušení,
- poměrně vysoké hmotnosti oproti jiným skupinám z důvodu vyšší hustoty β -stabilizátorů,
- horší svařitelnost, daná závislostí β -fáze na tepelném zpracování,
- u některých slitin výrazně nižší teplotní stabilita,
- dražší než jiné skupiny slitin Ti, z důvodu nákladné výroby přísadových prvků,
- nízký modul pružnosti.

3.2.4 Významné intermetalické fáze

Za dvě nejvýznamnější intermetalické sloučeniny v titanových slitinách lze považovat α_2 -Ti₃Al a γ -TiAl. Obě tyto intermetalické fáze jsou stále velmi intenzivně studovány [21]. S hliníkem titan ovšem tvoří více intermetalických fází tzv. aluminidy titanu, nýbrž právě jedině α_2 -Ti₃Al a γ -TiAl mají reálné technické využití, např. TiAl₂ a TiAl₃ nelze používat pro jejich vysokou křehkost [24].

Slitiny titanu s hliníkem, jež jsou často zakládány právě na koexistenci těchto dvou fází γ a α_2 nabývají v technice stále většího významu.

Díky vlastnostem typickým pro intermetalika nacházejí využití ve vysoce mechanicky a tepelně namáhaných aplikacích v automobilovém průmyslu, elektrárenských turbínách a proudových motorech leteckých zařízení. Této významné charakterizace je dosaženo právě díky vynikajícím fyzikálním vlastnostem daných intermetalických sloučenin [24]. Nedostatkem je obtížné technologické zpracování, neboť vykazují malou tvárnost pod 600 °C [22]. Legováním β -stabilizátory jako V či Nb lze tvárnost zlepšit. Současně dochází i k vylepšení dalších mechanických vlastností. Tyto prvky ale výrazně zvyšují hustoty, resp. hmotnosti výsledných slitin [21].

Současnou výzkumnou snahou je nahradit slitiny založené na Ni či Co a žáruvzdorné a žárupevné oceli, z důvodu úspory hmotnosti [24]. Slitiny obsahující γ -TiAl mají vynikající pevnostní vlastnosti, zároveň výbornou odolnosti vůči oxidaci a schopnost odolávat tečení materiálu (creep) až do 750 °C při zhruba poloviční hustotě oproti Inconelu 718. Příkladem jedné z takových slitin je Ti-48Al-2Mn-2Nb [33]. Právě s Nb tvoří titan další významnou vytvrzující ternární intermetalickou sloučeninu Ti_2AlNb s kosočtverečnou soustavou [24], rovněž zajišťující výborné mechanické a fyzikální vlastnosti jako je vysoká pevnost při relativně nízké hustotě, teplotní odolnost, dobrá houževnatost a tažnost [34].

Dalším vysoce významným zástupcem intermetalik na bázi titanu je TiNi. Jedná se o zástupce materiálů s tzv. tvarovou pamětí. Základem je MARMEM jev (z anglického MARMtenzite MEMory). Tyto materiály jsou založeny na vratné martenzitické přeměně za normálních teplot, ohřevem se pak získává původní tvar [22].

3.2.5 Porovnání vlastností Ti slitin

Z inženýrského hlediska přehledně shrnuje vlastnosti tabulka uvedená v literatuře [24]:

Tabulka 3: Porovnání vlastností jednotlivých skupin titanových slitin [24]

	α	$\alpha+\beta$	β
Hustota	+	+	-
Pevnost	-	+	++
Tvárnost	-/+	+	+/-
Houževnatost	+	-/+	+/-
Odolnost vůči tečení	+	+/-	-
Korozní odolnost	++	+	+/-
Svařitelnost	+	+/-	-
Tváření zastudena	--	-	-/+

4 Mikrostrukturní analýzy kovových materiálů

Mikrostruktura materiálu má přímý vliv na jeho vlastnosti v makroskopické škále. Není tedy k podiv, že byly vyvinuty metody analýzy této vnitřní struktury. Zde se opět dostáváme ke škále, na které chceme objekty popisovat. Světelnou mikroskopií jsme schopni od sebe rozeznat jednotlivé mikrostrukturní fáze. Pokud ale chceme sledovat mikrostrukturu na atomární úrovni je nutné zvolit zdroje s vyšší frekvencí, tedy s nižší vlnovou délkou.

Mikrostrukturní analýza je pro materiálový výzkum i strojírenskou praxi vysoce důležitou disciplínou, protože s její pomocí lze právě sledovat souvislost mezi strukturou a vlastnostmi materiálu. Lze tedy průběžně posuzovat vlastnosti materiálu během výroby, je možné najít důvody vzniku vad materiálu či odhalit příčiny selhání některé komponenty, ba dokonce je možné průběžnou metalografickou kontrolou stavu předejít havárii [35].

4.1 Světelná mikroskopie

Mikrostrukturní analýzy jsou založeny na různém stupni pronikání elektromagnetického záření do sledovaného vzorku. Světelná mikroskopie využívá vlastností viditelného spektra s vlnovou délkou λ zhruba mezi 400–700 nm [36]. Metalografické výbrusy se pozorují v invertovaném světelném mikroskopu (schematicky viz Obrázek 15), tj. odražené paprsky, neboť nelze jako např. v biologii sledovat vzorky při průchodu světla [37].

V mikroskopu lze vzorky zobrazovat pomocí různých metod. Paprsek světla ze zdroje putuje důmyslnou fokusační optikou. Odrazem od hranolu či planparalelního skla míří kolmo na povrch vzorku, pak se odražený paprsek vrátí do objektivu a jeho část projde do okuláru. Pokud se jedná o metodu zobrazení ve světlém poli (angl. *Bright Field Microscopy*), jeví se odrážející paprsky o rovné plochy jako světlé, zatímco dutiny, prohlubně, rýhy a nerovnosti jako tmavé, protože se světlo neodrazí zpět do objektivu. U metody zobrazení v tmavém poli (angl. *Dark Field Microscopy*) dopadá světlo na vzorek pod úhlem, a tak se paprsky na nerovnostech odrážejí zpět do objektivu. Rovné plochy pak odrážejí paprsky mimo objektiv. Metody zobrazení v tmavém poli se využívá pro speciální zvýraznění nečistot, vměstků, trhlin nebo prasklin. Dále se využívá různých kontrastů pomocí polarizace či interference [35, 36, 37].

Z hlediska charakterizace vlastností mikroskopu je důležitých několik veličin. Za první je to numerická apertura

$$N_A = n \sin \alpha, \quad (1)$$

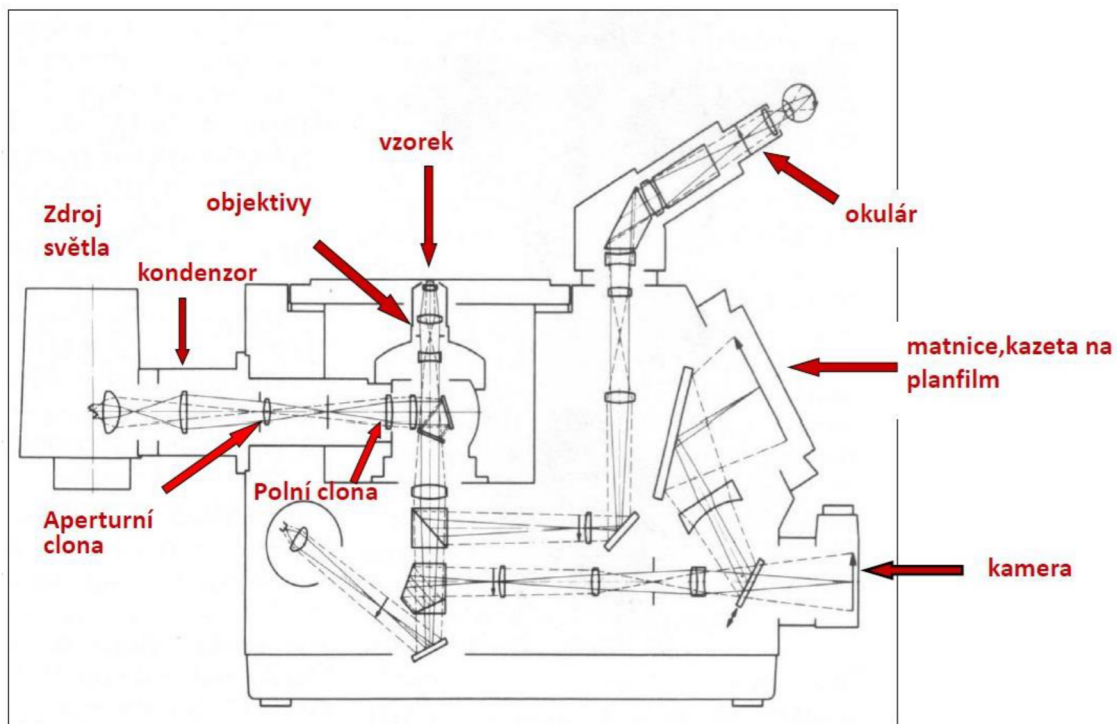
Zde n značí index lomu prostředí a úhel 2α je tzv. otvorový úhel objektivu. Pokud rostou hodnoty N_A , pak roste i rozlišovací schopnost, potažmo užitečné zvětšení objektivu. Rozlišovací schopnost objektivu značena jako d_m je nejmenší vzdálenost dvou bodů, jež jsme schopni ve zvětšeném obrazu mikrostruktury od sebe rozeznat. Pro pozorování ve světlém poli platí

$$d_m = \frac{\lambda}{N_A} \quad (2)$$

Další důležitou veličinou je pak užitečné zvětšení danou jako podíl rozlišovací schopnosti oka (cca 0,2 mm) a d_m . U světelných mikroskopů lze dosahovat užitečného zvětšení až 2000× [35, 37].

Příprava vzorků pro mikrostrukturní analýzu je velmi delikátní záležitost. Vyžaduje určitou zručnost a praxi, je pracná a v některých případech velice složitá. Kvalita přípravy zkušební vzorku výrazně ovlivňuje výsledky analýzy. Preparace metalografického výbrusu probíhá tímto způsobem [35]:

- odběr vzorku,
- zalévání do pryskyřice,
- broušení na brusných metalografických kotoučích nebo papírech,
- leštění na plátně či elektrolyticky,
- zviditelnění mikrostruktury leptáním.



Obrázek 15: Schéma invertovaného světelného metalografického mikroskopu [35]

4.2 Elektronová mikroskopie

Elektronový mikroskop je zařízení, které k dosažení lepších rozlišovacích schopností využívá vlastností elektronů. Vlnová délka elektronu je výrazně kratší než λ viditelného spektra [38], výpočtem se určuje řádově jako 5×10^{-12} m [36]. Za vynálezce elektronového mikroskopu je považován Ernst Ruska, který za tento objev obdržel

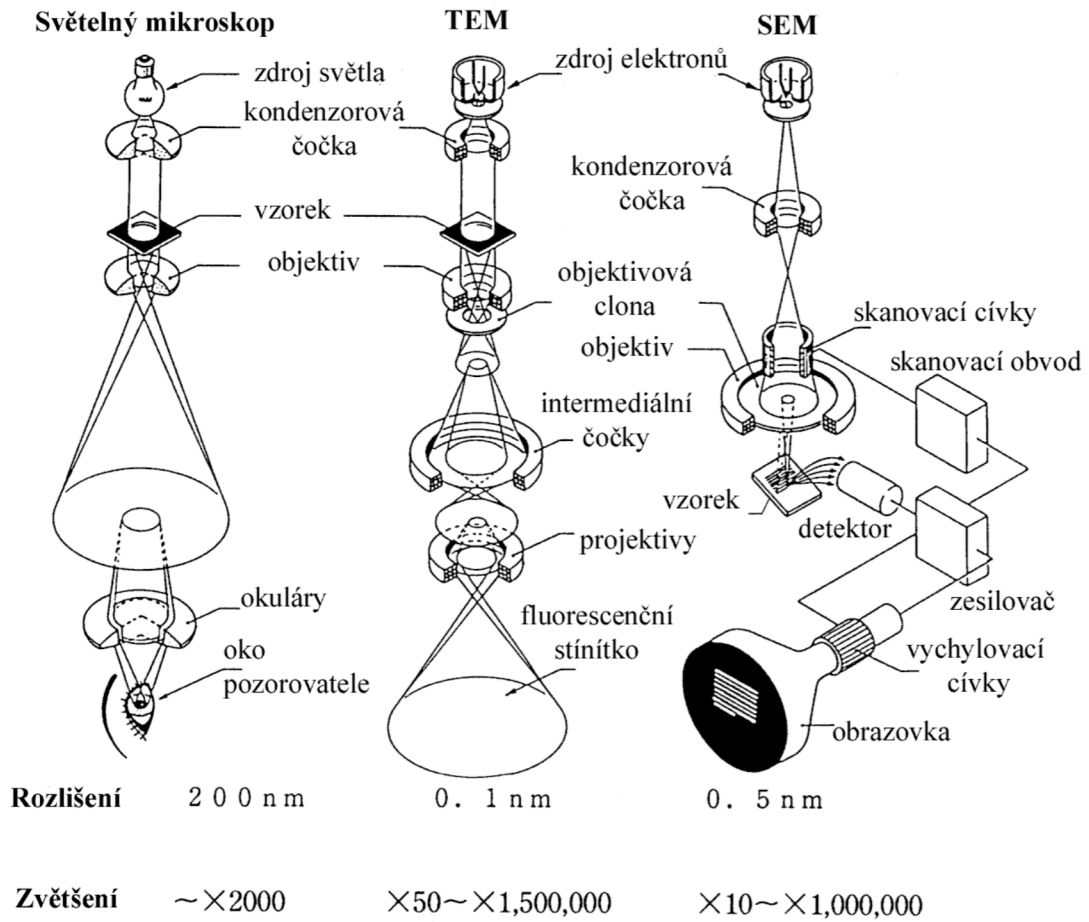
v roce 1986 Nobelovu cenu za fyziku [39]. V zásadě existují dva konstrukční typy elektronových mikroskopů založených na různých mechanismech interakce elektronového svazku s hmotou:

- a) **Transmisní elektronový mikroskop (TEM)** – funguje na principu průchodu elektronového svazku studovaným vzorkem. Následně jsou elektrony, které při průchodu s materiálem různě interagují zachytávány na luminiscenčním stínítku nebo na fotografické desce či filmu. Je jasné, že vzorek musí být velmi tenký (řádově 10^{-6} m), aby nedocházelo k pohlcení elektronů. Z vyvolaných signálů se pak posuzují vlastnosti vzorků [40, 41].
- b) **Skenovací (rastrovací) elektronový mikroskop (SEM)** – princip jeho funkce spočívá ve skenování povrchu zkoumaných vzorků fokusovaným svazkem elektronů. Interakcí elektronů s hmotou jsou tvořeny různé signály, jež se následně převádí na informace o složení a morfologii pozorovaných částí [41].

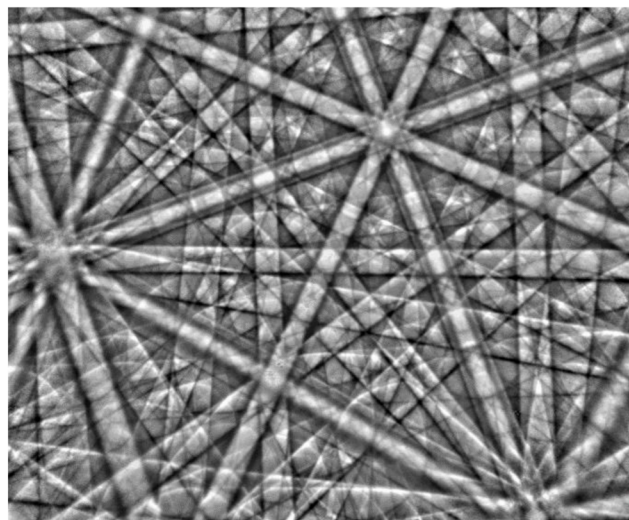
U skenovacího elektronového mikroskopu (SEM) dochází k čtyřem různým způsobům interakce elektronového svazku, tzv. primárních elektronů se vzorkem. První možností je to, že k interakci vůbec nedojde a primární elektrony pouze projdou vzorkem na detektor. Dalším druhem jsou tzv. zpětně rozptýlené (odražené) elektrony (angl. *Back Scattered Electrons*, viz 4.2.1). Dalším typem je interakce primárního elektronu s elektronem v atomárním obalu, buď může dojít k excitaci nebo ionizaci. Pokud dojde k ionizaci, tj. elektron opustí obal, je pak nazýván jako sekundární elektron (SE). Během tohoto procesu dochází k přechodu elektronů na nižší energetické hladiny, což způsobuje emisi energie ve formě fotonů – charakteristického rentgenového záření. Toto záření lze rovněž detekovat. Jeho analýza má označení EDS nebo EDX (z anglického *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*), lze jí určit chemické složení vzorku. Dále dochází ke vzniku Augerových elektronů, vznikající podobným mechanismem, jen zde není energie vyzářena, ale předána elektronu, který opustí atomární obal. Emitované fotony během přechodů elektronů mezi energetickými hladinami nemusí být pouze ve spektru rentgenovém, ale i UV, IR nebo viditelném. Takovému jevu se říká katodoluminiscence [42]. Konstrukce zařízení pro mikrostrukturní analýzy jsou znázorněny níže (Obrázek 16).

4.2.1 Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

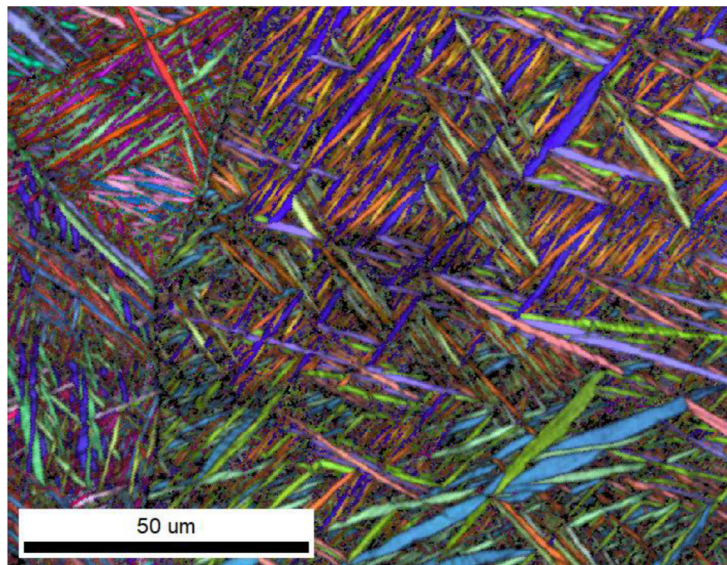
Do češtiny se tato metoda nechá přeložit jako difrakce zpětně odražených elektronů. Jedná se o metodu analýzy materiálu pomocí skenovacího elektronového mikroskopu (SEM). Během této metody je svazek elektronů namířen na vzorek pod definovaným úhlem. Interakcí elektronů s krystalickou strukturou vzorku dochází k nekoherentnímu rozptylu do různých směrů vlivem působení elektrostatického pole. Takto rozptýlené („odražené“) elektrony lze pak detekovat na fluorescenčním stínítku. Ze vzniklých obrazců (viz Obrázek 17) na stínítku lze pak použít k určení orientace krystalů, určit přítomnost krystalograficky odlišných fází, vizualizovat hranice zrn a posuzovat vlastnosti materiálů na základě struktury poruch v krystalové struktuře. Skenováním vybraného pásu vzorku lze zhotovit mapu morfologie, orientace a hranic zrn (viz Obrázek 18) [43].



Obrázek 16: Schéma zařízení pro mikrostrukturní analýzy materiálů [40]



Obrázek 17: Difrakční obrazec vzniklý při EBSD [43]



Obrázek 18: Mapa struktury materiálu vytvořená pomocí EBSD metodou Inverse Pole Figure

5 Základní zkoušky mechanických vlastností kovových materiálů

Mechanické vlastnosti materiálů jsou makroskopickým projevem struktury na mikroskopické úrovni. Jedná se o charakteristiku závisící na vnějším zatížení. Pro strojírenskou praxi hraje měření mechanických vlastností významnou roli, neboť se výsledky mechanických zkoušek aplikují pro pevnostní výpočty součástí. Definice základních mechanických vlastností [37]:

- **Pevnost** – materiálu je hodnota napětí, jež způsobí rozdělení materiálu. S ohledem na způsob namáhání se dále rozlišuje na pevnost v tahu, tlaku, krutu, ohybu a střihu.
- **Pružnost** – neboli elasticita je vlastnost materiálu znovuzískat původní rozměry po odlehčení vnějšího zatížení.
- **Tvrdoost** – schopnost odolávat místnímu porušení vlivem vnikání cizího tělesa.
- **Tvárnost** – schopnost materiálů měnit své tvary působením vnějších sil bez porušení pevnosti.
- **Houževnatost** – je míra energie, kterou je schopen materiál absorbovat před porušením pevnosti.

5.1 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

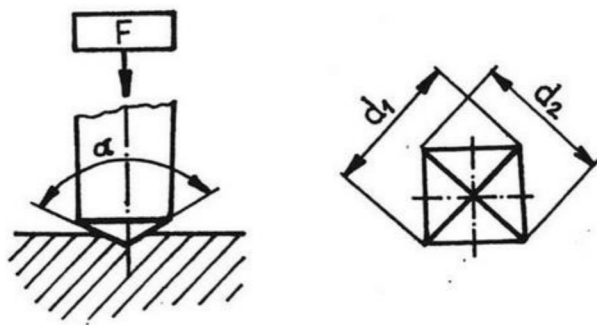
Tato zkouška se řadí do skupiny statických vnikacích (indentačních) zkoušek. Jako vnikací nástroj (indenter) slouží diamantový pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136°. [37] Diamant jakožto nejtvrďší známý materiál lze používat na měření tvrdosti všech druhů materiálů s různými stavy tepelného zpracování [44].

Působením indentoru vznikají na povrchu zkoušeného materiálu pravidelné čtyřhranné vtisky. Výsledná hodnota tvrdosti dle Vickerse se pak spočte ze vztahu

$$HV = 0,189 \frac{F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2}, \quad (3)$$

kde F je zatěžující síla, d_1 a d_2 jsou délky uhlopříček (Obrázek 19) [45].

Provedení zkoušky tvrdosti dle Vickerse je stanoveno normami: ČSN 42 0374, ASTM E384, ISO 6507 nebo JIS Z 2244 [44, 45]. Výhodou je, že dává jednotnou stupnici pro všechny tvrdosti – jak měkkých kovů, tak tvrdé kalené oceli. Hodnoty tvrdosti jsou teoreticky nezávislé na použité velikosti zatížení. Jsou-li ovšem použity jiné podmínky zkoušky, než tzv. normální podmínky, tj. zatížení 30 kp (~294 N) po dobu 10–15 s, udávají se za hodnotu tvrdosti. Např. 133 HV 10/20 znamená tvrdost 133 podle Vickerse při zatížení 10 kp (~98 N) po dobu 20 s [37].



Obrázek 19: Schéma principu zkoušky tvrdosti podle Vickerse [37]

5.2 Zkouška tahem [37]

Kvazistatická zkouška tahem simuluje chování materiálu při jednoosé napjatosti. Z naměřených veličin lze pak pomocí vztahů teorie pružnosti dimenzovat strojní součásti. Tahovou zkouškou lze získat diagram závislosti napětí na deformaci – σ (ϵ). Průměr zkušebního tělesa se v průběhu zkoušky tahem mění vlivem deformací, proto se definuje smluvní jmenovité napětí, což je hodnota použitého zatížení vztažená na jednotku plochy původního průřezu

$$R = \frac{F}{S_0}, \quad (4)$$

z fyzikálního principu je zřejmé, že jednotkou je pascal [Pa]. Po přetržení zkušebního tělesa se měří absolutní prodloužení

$$\Delta l = l - l_0, \quad (5)$$

zde l_0 značí původní délku tělesa a l délku po přetržení. Z toho lze pak vyjádřit poměrné prodloužení

$$\epsilon = \frac{l - l_0}{l_0}.$$

Po vynásobení této hodnoty stem dostáváme veličinu zvanou tažnost A , charakteristiku tvárnosti. Pokud bychom místo délek vzali průřezy dostaneme kontrakci

$$Z = \frac{S_0 - S}{S_0} \times 100 [\%]. \quad (6)$$

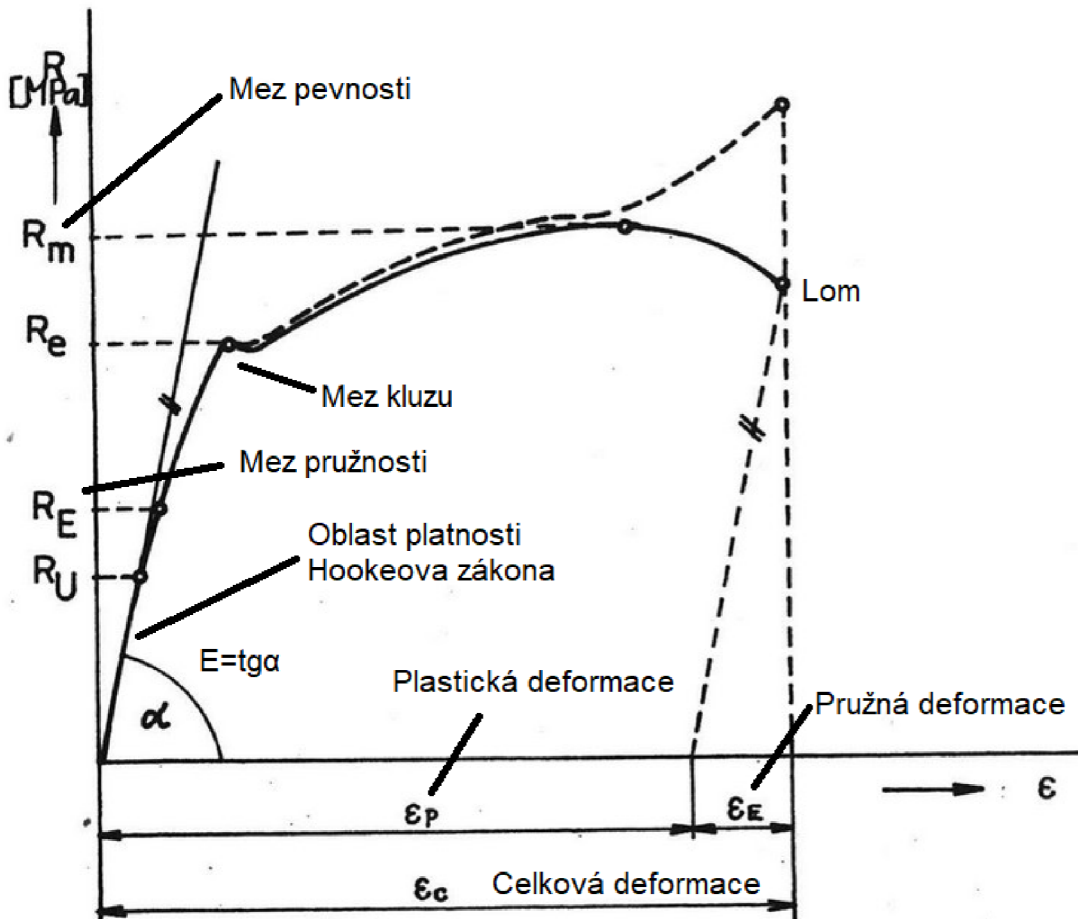
Výsledkem tahové zkoušky pak je tzv. smluvní nebo pracovní diagram závislosti $R(\epsilon)$ nebo $F(\Delta l)$. Diagramy jsou de facto shodné, jen dochází ke škálování pomocí S_0 . Zpočátku zatěžování je závislost $R(\epsilon)$ lineární. Jedná se o oblast, kde dochází k elastickým deformacím. Konstantou úměrnosti je modul pružnosti v tahu (Youngův modul) E . Tento lineární úsek je projevem fyzikálního zákona pojmenovaném po svém objeviteli Robertu Hookeovi

$$R = E\varepsilon. \quad (7)$$

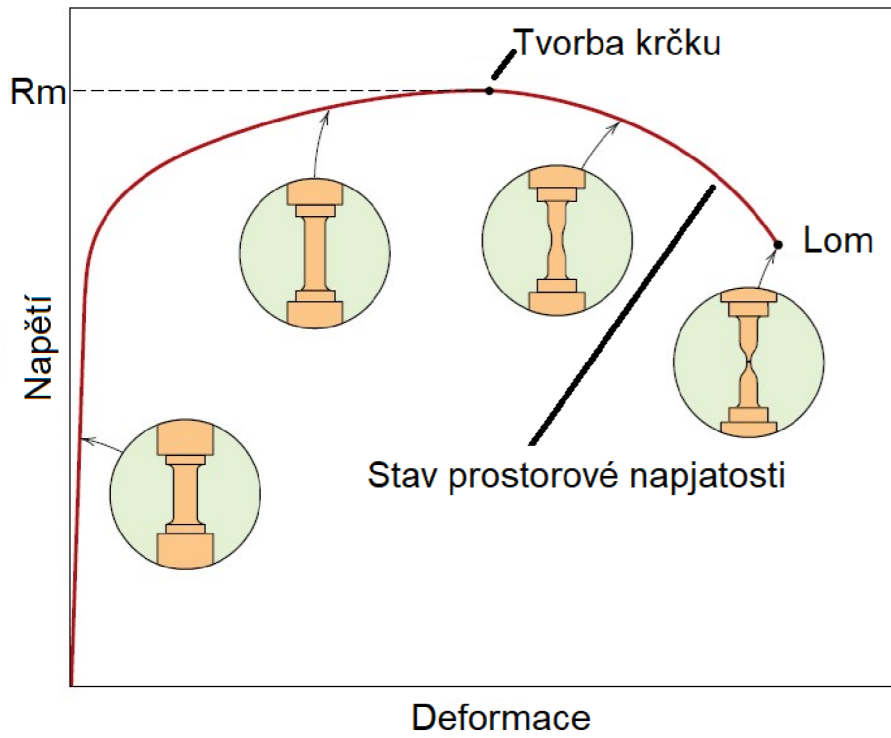
Mezní hodnota platnosti Hookeova zákona v diagramu se označuje jako mez úměrnosti (R_u). Dále nejvyšší dosažené zatížení vztažené na jednotku plochy původního průřezu se nazývá mez pevnosti materiálu v tahu (R_m)

$$R_m = \frac{F_{\max}}{S_0}. \quad (8)$$

Další významnou charakteristikou je mez kluzu materiálu (R_e), po jejím překročení dochází výrazným plastickým deformacím. V případech, kdy není patrná výrazná mez kluzu, určuje se smluvně jako napětí při určité deformaci. Dané charakteristiky jsou vyznačené v tahovém diagramu níže (Obrázek 20), rovněž je vyobrazen pracovní diagram materiálu bez výrazné meze kluzu s ilustrací deformace zkušebních těles (Obrázek 21).



Obrázek 20: Pracovní diagram zkoušky tahem houževnaté oceli s popisem materiálových charakteristik [37]



Obrázek 21: Typický pracovní diagram zkoušky tahem houževnatého materiálu s vyznačením deformace zkušebních vzorků [46]

6 Experimentální část

Experimentální program se celkově skládal ze dvou částí. V první řadě byly pořízeny snímky mikrostruktury pomocí mikroskopu pracujícím v optickém spektru, načež došlo k využití skenovacího elektronového mikroskopu k analýze zpětně odražených elektronů (EBSD viz 4.2.1). Dále byla provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse. Níže jsou tyto procesy blíže specifikovány.

6.1 Experimentální materiál a jeho příprava

Depozice vzorků probíhala pomocí technologie DED na zařízení od korejského výrobce InssTek MX-600. Jednou z předností tohoto technického zařízení je tisk v tzv. režimu Direct Metal Tooling (DMT). Jedná se o režim, během něhož přístroj, na základě signálu ze senzorů, automaticky nastavuje laserový výkon pro docílení stabilní výšky deponované vrstvy. Celkově je depoziční hlavice opatřena 4 zásobníky a dávkovači prášku. Zařízení umožňuje pěti-osý pohyb v pracovním prostoru 600×450×350 mm. Jako zdroj energie sloužil ytterbiový vláknový laser umožňující výkon až 2 kW. Depoziční zařízení je vyobrazeno níže (Obrázek 22).



Obrázek 22: Použité depoziční zařízení InssTek MX-600 [48]

Výchozím materiálem pro tisk vzorků byl jednak technicky čistý titanový prášek s označením Cp-Ti grade 1 dodaný společností AP&C. Velikosti jednotlivých zrn daného materiálu výrobce uvádí v rozmezí 45–150 μm . Je rovněž uvedeno, že chemické složení splňuje normu ASTM B348 [47]. Dalším použitým materiálem je prášek kovové slitiny Ti15Mo s velikostí zrn 80–125 μm . Tento materiál byl vyroben společností TLS Technik. Jednotlivé materiály byly během depozice uloženy v oddělených zásobnících. Požadované chemické složení vrstvy je pak řízeno hmotnostním průtokem prášku, jenž je dán nastavením frekvence otáček dávkovače.

Celkem bylo deponováno 8 vzorků s různým chemickým složením a výkony laseru. Experimentální vzorky byly deponovány na platformu z materiálu Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) vyrobenou konvenčními technologiemi. Prvních 8 vrstev (cca 2 mm) v každém vzorku je deponovaných pouze z Cp-Ti grade 1. Cílem je zabránit znečištění vzorku difuzí prvků z platformy.

Tři vzorky byly připraveny s konstantním složením 50 % Ti + 50 % Ti15Mo s cílem dosáhnout homogenní struktury podél celého vzorku. Výkon laseru pro depozici těchto vzorků byl nastaven na hodnotu 600 W. Teplota depoziční komory nepřesáhla 100 °C. Pro depozici vzorku s označením H600+500 °C došlo k přehřevu platformy na 500 °C. Daná teplota byla měřena pomocí termočlánku na platformě. Označení těchto vzorků je uvedeno v tabulce níže (Tabulka 4).

Tabulka 4: Označení vzorků deponovaných s homogenní strukturou

Označení	Rozměry [mm]	Výkon laseru [W]	Posuvová rychlost [mm/min]	Přehřev	Depoziční strategie
H600	10×10×10	600	850	–	ZigZag CFC+CF
H600-2	10×20×20	600	850	–	ZigZag CFC+CF
H600+500 °C	10×10×10	600	850	500 °C	ZigZag CFC+CF

Ostatní vzorky byly připraveny s gradientní strukturou s počátečním poměrem složení 70 % Ti – 30 % Ti15Mo, který postupně přecházel na 30 % Ti – 70 % Ti15Mo. Ke změně složení (o 5 %) docházelo vždy po depozici 4 vrstev, tedy cca 1 mm. U 3 z těchto vzorků byl sledovaným parametrem výkon laseru, přičemž byl vždy pro daný vzorek nastaven na fixní hodnotu. Nastaven byl postupně na 400 W, 600 W, 800 W. Další z gradientních vzorků byl rovněž deponován při konstantním výkonu laseru o hodnotě 400 W, ovšem po depozici jednotlivé vrstvy došlo k opětovnému přeskenování trajektorie bez dodání dalšího prášku do meltpoolu. Výkon laseru přitom zůstal nezměněn. Poslední gradientní vzorek byl tištěn v režimu DMT, jenž má výkon laseru upravován automaticky. Daný mód byl modifikován tak, aby byl výkon laseru vždy o 100 W vyšší než vypočtená hodnota.

Cílená geometrie vzorků byla krychle o délce hrany 10 mm. Pouze jediný vzorek s označením H600-2 má navržené rozměry jiné 10×20×20 mm. Označení gradientních vzorků spolu s rozměry, výkonem laseru a posuvovou rychlostí je shrnuto níže v tabulce (Tabulka 5).

Tabulka 5: Označení vzorků deponovaných s gradientní strukturou

Označení	Rozměry [mm]	Výkon laseru [W]	Posuvová rychlost [mm/min]	Předehřev	Depoziční strategie
G400	10×10×10	400	850	–	ZigZag CFC+CF
G600	10×10×10	600	850	–	ZigZag CFC+CF
G800	10×10×10	800	850	–	ZigZag CFC+CF
GDMT+	10×10×10	DMT+100 W	850	–	ZigZag CFC+CF
G400R	10×10×10	400	850	–	ZigZag CFC+CF

Hmotnostní průtok materiálu byl zkalibrován při 398 ot/min, což odpovídá 1,00 g/min Cp–Ti a 1,15 g/min Ti15Mo. Hmotnostní průtok, resp. ot/min byly následně automaticky upravovány tak, aby bylo dosaženo požadovaného poměru.

Depozice probíhala pomocí optického modulu SDM 800, tj. průměr laserového paprsku byl 800 μm. Dalšími parametry pro daný modul jsou výška vrstvy a Hatch Distance (Tabulka 6). Výrobce uvádí, že tímto modulem lze tisknout až 4,7 cm³/h. Teoreticky je tedy možné krychli o objemu 1 cm³ vytisknout za necelých 13 minut.

Tabulka 6: Parametry modulu depoziční optiky laseru SDM 800 [48]

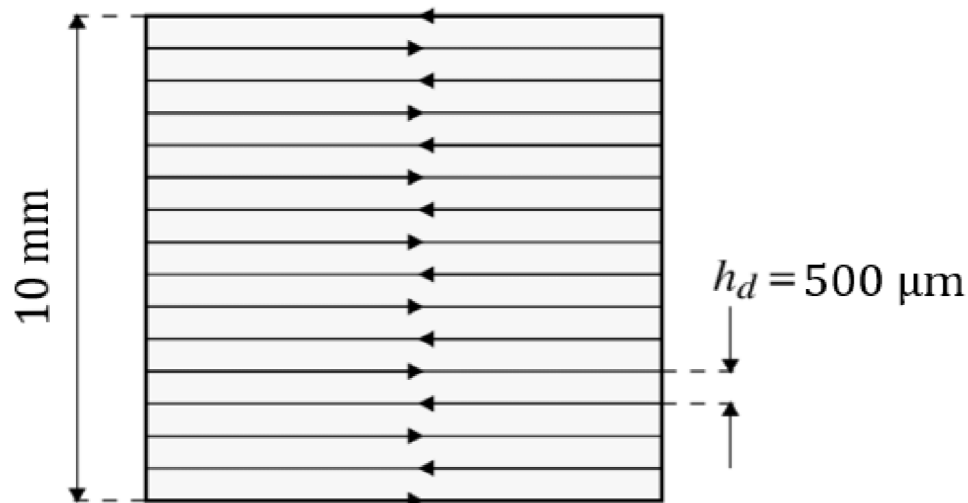
Modul depoziční optiky	Průměr laserového paprsku [μm]	Výšky vrstvy [μm]	Hatch Distance [μm]
SDM 800	800	250	500

Jako ochranný plyn sloužil argon 6.0. Ten během depozice zajišťoval 3 funkce. V první řadě sloužil jako ochranná atmosféra před vnějšími oxidačními vlivy, dalším úkolem bylo korigovat přesnost dodání prášku do meltpoolu, resp. zamezit odchylnám sousostí s laserovým paprskem. Rovněž byl přítomen v dávkovači prášku. Parametry průtoku jsou uvedeny níže (Tabulka 7).

Tabulka 7: Parametry průtoku ochranného plynu

Ochranná atmosféra	Objemový průtok koaxiálního plynu [l/min]	Objemový průtok plynu v dávkovači [l/min]	Objemový průtok ochranného plynu [l/min]
Argon 6.0	9	2	10

Z hlediska strategie tisku bylo stanoveno provést jej metodou ZigZag CFC+CF. Princip této strategie spočívá v depozici jedné linie v jednom směru, načež dojde k posunu trysky v kolmém směru o definovanou vzdálenost (Hatch Distance, tedy vzdálenost jednotlivých linií tisku) a tisk pokračuje v opačném směru. Předpis CFC+CF značí, že nejprve bude tisk probíhat po obvodu, resp. bude deponována kontura, posléze bude probíhat depozice výplně danou strategií ZigZag. Poté opět proběhne tisk kontury. V další vrstvě pak probíhá opět tisk kontury s následnou depozicí výplně. Postup je níže ilustrován (Obrázek 23).



Obrázek 23: Princip depoziční strategie ZigZag

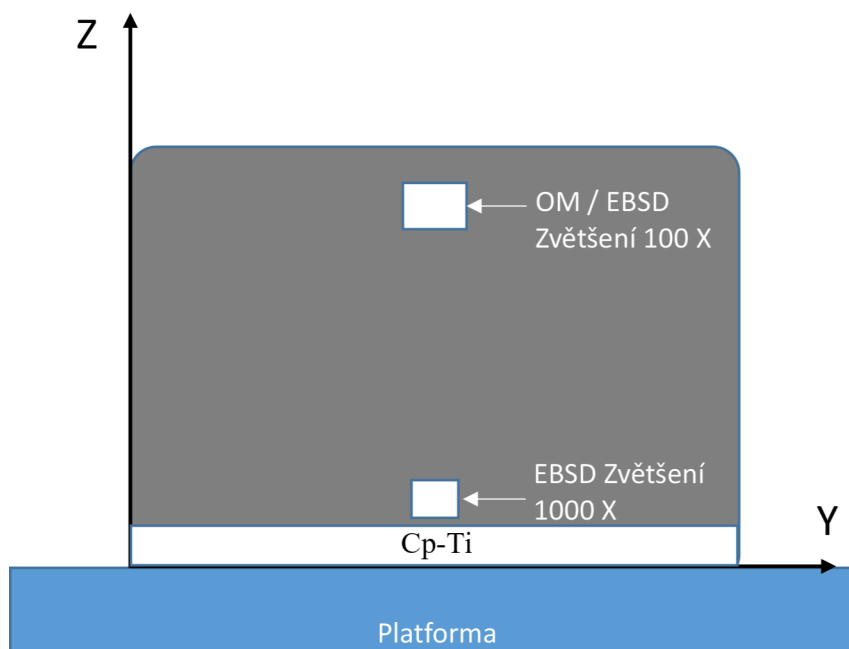
6.2 Mikrostrukturní analýzy

Mikrostruktura k pozorování pomocí optického mikroskopu byla vyvolána leptáním v Krollově činidle. Samotná doba expozice činidla na vzorek byla velmi krátká, zpravidla 3 s, při delší době již docházelo k přepleptání. Účinek činidla nebyl po celé ploše stejný. Zatímco určité části reagovaly velmi rychle, některá místa zůstávala netknutá a nebylo pak možné poříditi detailnější snímky mikrostruktury. Zejména pak horní čtvrtinu již nebylo možné tímto činidlem naleptat ani po mnohonásobně delší expozici. Rozdíl v chování byl patrný i na okrajích vzorku. Je vysoce pravděpodobné, že tato nehomogenita vlastností během vystavení činidlu je dána rozdílnou mikrostrukturou v důsledku rozdílné rychlosti ochlazování, popř. vyšším obsahem Mo.

Pro pořízení snímků horní vrstvy a míst, která byla v některých případech nenaleptána, bylo provedené opětovné leptání modifikovaným Krollovým roztokem s chemickým složením 85 ml H₂O, 5 ml HNO₃, 10 ml HF. Spodní 2 mm vrstva čistého titanu po dlouhé době expozice činidla byla sice silně naleptaná, ale stále byla mikrostruktura během pozorování zřetelná.

Pozorování a pořízení snímků probíhalo za pomoci optického mikroskopu ZEISS Axio Observer Z1m vybaveným motorizovaným stolcem s možností automatického řízení a vytváření panoramatických snímků celého výbrusu. Mikroskop je propojen se softwarem od stejného výrobce AxioVision. Panoramatické snímky byly pořízeny při 50-ti násobném zvětšení.

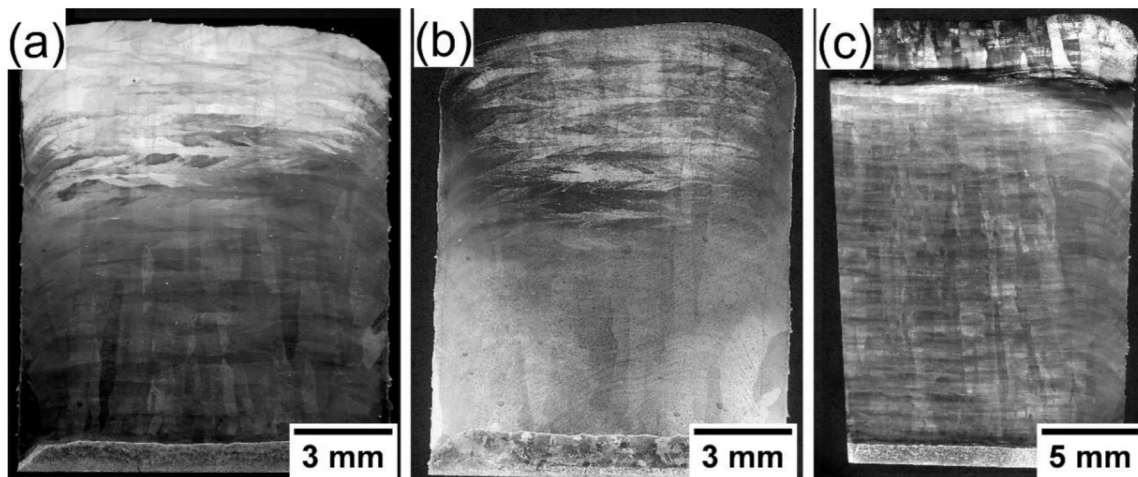
Gradientní vzorky byly podrobeny EBSD analýze na skenovacím elektronovém mikroskopu JEOL IT 500 HR vybaveným kamerou k EBSD – EDAX Hikari Super. Data byla zpracována v softwaru OIM. Pozice pořízených mikrostrukturních snímků jsou znázorněny níže (Obrázek 24).



Obrázek 24: Pozice detailních snímků mikrostruktury

6.2.1 Vzorky s homogenní strukturou

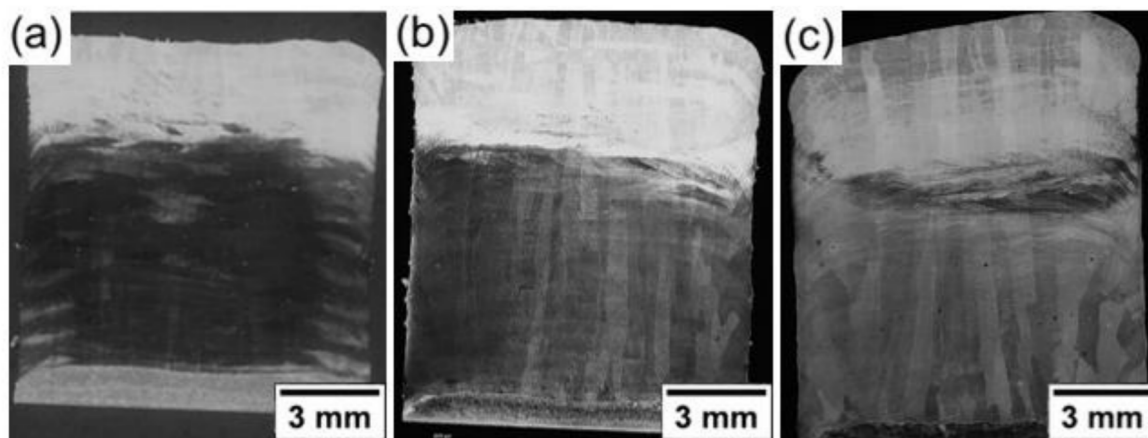
Na obr. Obrázek 25 jsou zobrazeny panoramatické snímky mikrostruktury vzorků z homogenní směsi. Patrný je kolumnární růst zrn, který pokračuje přes jednotlivé vrstvy ve směru depozice. Na okrajích vzorků, tedy v kontuře, takový trend nenastává. Jev je nejspíše zapříčiněn větší časovou prodlevou během depozice, a tedy větších teplotních spádů mezi jednotlivými vrstvami. Vzorek H600-2 s výškou 22 mm vykazuje homogennější strukturu než nižší vzorky. Potvrdila se korelace vlivu přestupu tepla na chemickou reaktivitu povrchu s leptacím činidlem. U vzorku s předehřevem nejsou ve spodní části výrazně viditelné přechody mezi jednotlivými vrstvami. Rovněž spodní část vzorku je výrazně světlejší než u vzorků bez předehřevu.



Obrázek 25: Panoramatiké snímky mikrostruktury pořízené optickým mikroskopem vzorků a) H600, b) H600+500 °C a c) H600-2

6.2.2 Gradientní vzorky

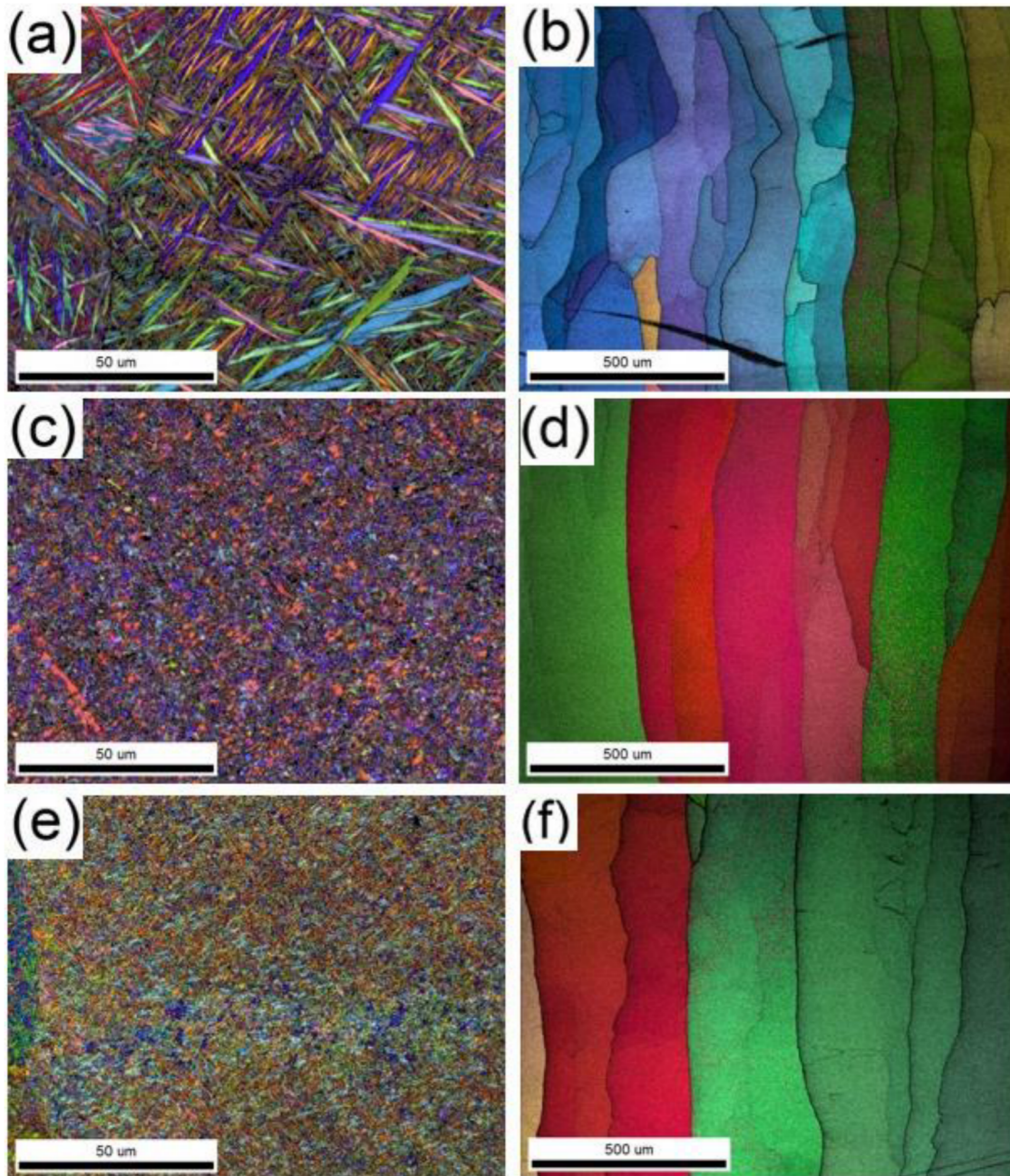
Panoramatické snímky gradientních vzorků na obrázku (Obrázek 26) jasně ukazují odlišnou chemickou reaktivitu horní části s vyšším podílem Mo. Vyšším výkonem laseru se rozšiřuje TOO, což vede k rozšíření stále patrných kolumnárních zrn. Mnoho zrn roste napříč celým vzorkem ve směru depozice. Rovněž roste i výška vzorků a odchylka od požadovaného tvaru. Naopak klesá viditelnost přechodů mezi deponovanými vrstvami, stejně jako podíl nerozpuštěných částic Mo (na snímcích se jeví jako bílé tečky).



Obrázek 26: Panoramatiké snímky mikrostruktury pořízené optickým mikroskopem gradientních vzorků deponovaných při výkonu laseru a) 400 W, b) 600 W a c) 800 W

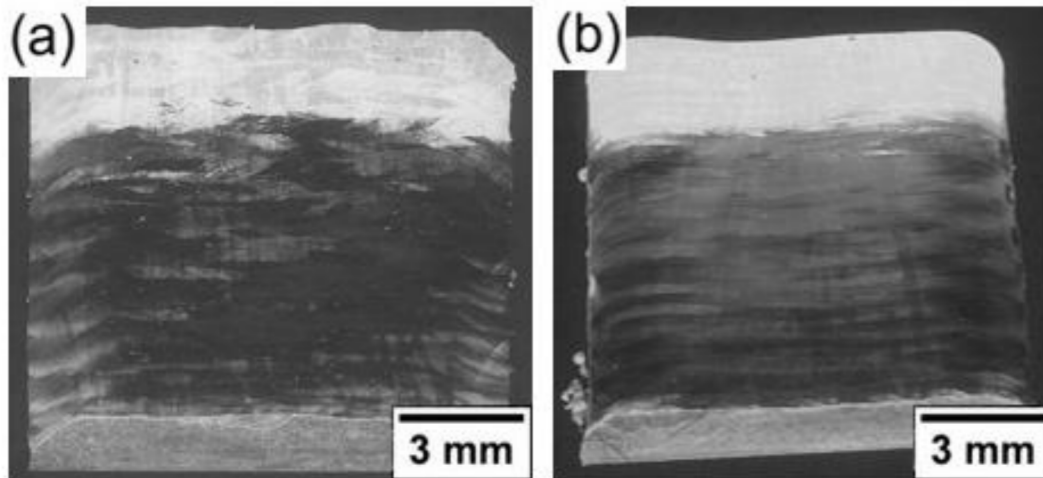
Níže na obrázku (Obrázek 27) jsou zobrazeny snímky EBSD analýzy na SEM. Jedná se o IPF mapy (viz 4.2.1) nejprve spodní části vzorků se zvětšením 1000×, kde je cílený poměr směsi 70 % Ti : 30 % Ti15Mo. Zde je struktura tvořená směsí fází $\alpha+\beta$ s dominantní fází α . Fáze α vykazuje dlouhá nahodile orientovaná jehlicovitá zrna, přičemž s rostoucím výkonem laseru dochází k výraznému zmenšení rozměrů a částečné globulizaci. Orientace zrn je náhodná vlivem různých směrů teplotního gradientu během depozice. Na obr. 27a je viditelná hranice původních zrn fáze β .

Snímky horní vrstvy se směsí v obráceném poměru pořízené při 100násobném zvětšení korespondují s OM. Bílá oblast ve snímcích z OM je způsobena dominancí fáze β a přítomnosti fáze ω , α -fáze již ve struktuře není. To je dáno zkrácením doby tuhnutí, kdy z původní β -fáze vzniká metastabilní ω , nebo vůbec nedochází k fázové transformaci. Jehlicovitá struktura přešla do kolumnárních zrn protažených ve směru depozice, kdy s růstem výkonu se zvětšuje jejich šířka.



Obrázek 27: IPF mapy vzorků s gradientní strukturou deponovaných s výkonem laseru (a,b) 400 W, (c,d) 600 W, (e,f) 800 W pořízených ve ve spodní a horní části vzorku (viz obr. Obrázek 24)

6.2.3 Gradientní vzorky deponované ve speciálních modech

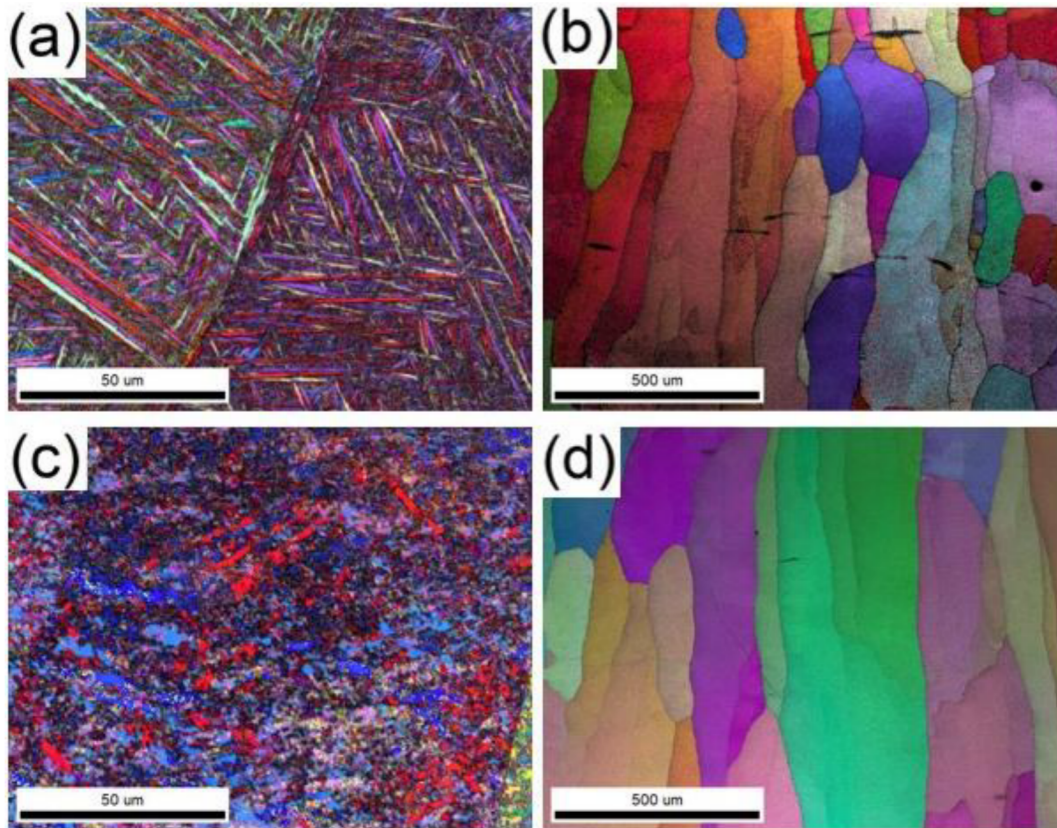


Obrázek 28: Panoramatické snímky mikrostruktury pořízené optickým mikroskopem vzorků a) GDMT+, b) G400R

Ze snímků výše (Obrázek 28) je patrné, že podmínky tisku u vzorku G400R vedly k homogenizaci struktury i z hlediska účinků leptacího činidla. Výrazně se zmenšila šířka zrn, došlo ovšem k výraznému prodloužení. Lze pozorovat několik kolumnárních zrn rostoucích napříč celým vzorkem. Rozměrová i tvarová přesnost je lepší než u klasický módů. Struktura vzorku GDMT+ je podobná vzorku G400 s konstantním výkonem laseru, avšak podíl tmavých ploch je nižší. U obou vzorků jsou stále patrné přechody mezi vrstvami a jasně viditelné původní meltpooly.

IPF mapy (Obrázek 29) dokumentují podstatný rozdíl mikrostruktury ve spodních částech vzorků s dominantní α -fází. Zatímco u vzorku GDMT+ jsou přítomná jehlicovitá zrna, u G400R dochází k homogenizaci i z hlediska prostorové orientace. Na snímcích ze spodní části vzorků jsou opět patrné hranice původních zrn β -fáze.

Ve vyšších částech opět dominuje β -fáze. Zrna jsou protažená ve směru depozice. Je patrný výskyt rovnoosých zrn, dominují ale stále podlouhlá kolumnární zrna.



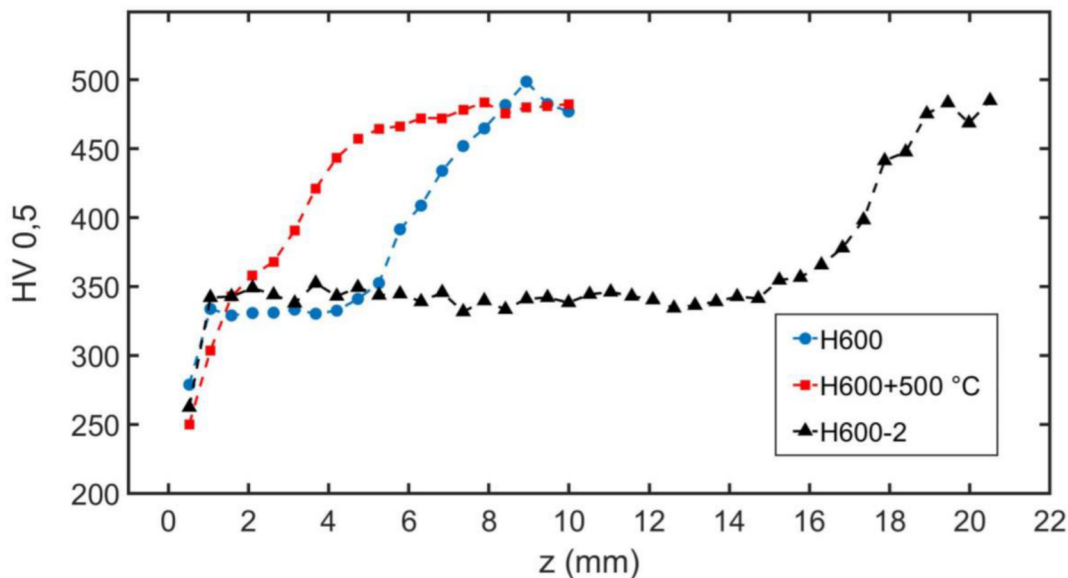
Obrázek 29: IPF mapy vzorků s gradientní strukturou deponovaných pomocí speciálních módů (a,b) GDMT+, (c,d) G400R ve spodní a horní části vzorku (viz Obrázek 24)

6.3 Měření tvrdosti

Zkouška probíhala na zařízení Struers Durascan 50. Měření tvrdosti bylo v souladu s normou ČSN EN ISO 6507-1 (420374) Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse pod zatížením HV0,5. Měření probíhalo po sledování mikrostruktury optickým mikroskopem ve stejné rovině. Před samotnou zkouškou byl naleptaný povrch znovu leštěn. Měření probíhalo automaticky v linii napříč vzorkem roztečí vtisků 0,5 mm podél osy z, tedy ve směru depozice (orientace souřadného systému viz Obrázek 24). Výsledné hodnoty průběhu tvrdosti v ose z byly následně porovnány s ostatními vzorky z dané skupiny.

6.3.1 Vzorky s homogenní strukturou

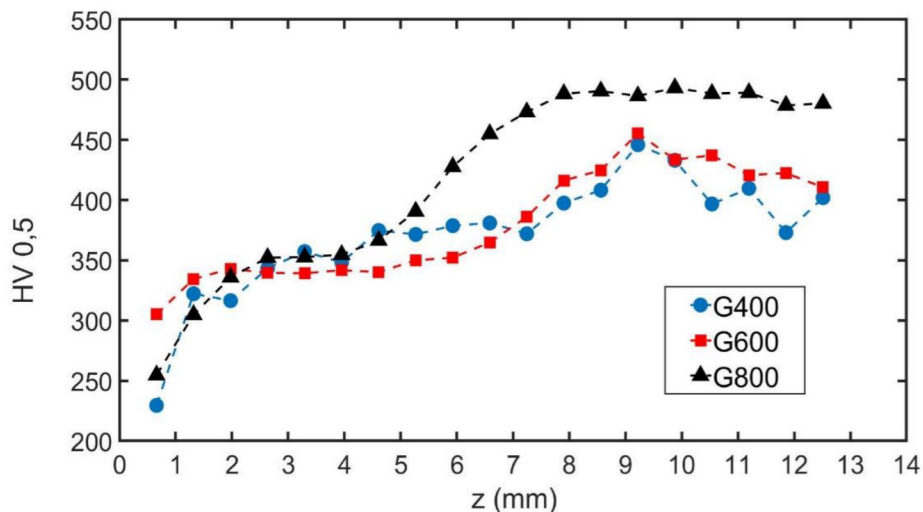
Výsledný průběh tvrdostí vzorků s homogenní směsí je zobrazen na obrázku (Obrázek 30). U rozměrově většího H600-2 je patrná oblast, kde se hodnota tvrdosti vyrovnává a dále zůstává konstantní v okolí hodnoty 350 HV0,5. Ve vyšší oblasti je trend obdobný se vzorkem H600. Vzorek s předehřevem vykazuje rychlý nárůst tvrdosti s pásmem vyrovnání nastávajícím přibližně od poloviny vzorku. Vzorek deponovaný za pokojové teploty má průběh konstantní a zhruba od poloviny také dochází k nárůstu tvrdosti vlivem snižování podílu fáze α ve struktuře, jejíž vznik byl potlačen vlivem větší rychlosti ochlazování. Stejný nárůst je pozorovatelný rovněž u vzorku H600-2, kde se jedná o oblast posledních 6 mm. Maximální naměřená hodnota je ale pro všechny vzorky téměř stejná. Pohybuje se okolo 500 HV0,5.



Obrázek 30: Porovnání průběhů tvrdosti vzorků z homogenní směsi

6.3.2 Gradientní vzorky

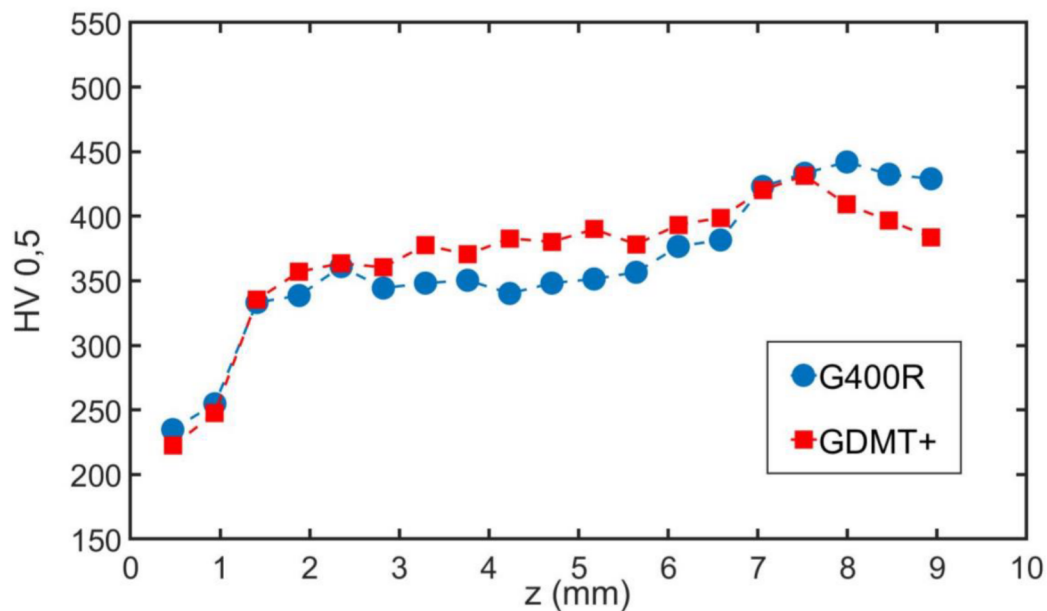
Průběh tvrdosti v jednotlivých gradientních vzorcích je zobrazen níže (Obrázek 31). S rostoucím výkonem laseru se zvýšila maximální hodnota měřené tvrdosti, která dosáhla až k hodnotě 500 HV_{0,5} oproti 430 HV_{0,5} pozorované u výkonu 400 W. Opět je patrné zvýšení tvrdosti směrem k horní části, z důvodu většího podílu β -fáze ve struktuře. Ta zpravidla dosahuje nižší tvrdosti než fáze α , ale vlivem precipitace částic fáze α či výskytu fáze ω dochází k vytvrzení (viz 3.2). Přičemž rychlost růstu oproti vzorkům s homogenní směsí není tak markantní. Od určitého bodu (ve výšce cca 9 mm) dochází u G400 a G600 k poklesu tvrdosti. Tento děj je spojen s rychlostí tuhnutí a akumulací tepla. U vzorku G800 je tento pokles velmi mírný. Lze pozorovat nárůst výsledné výšky vzorků, která je oproti vzorkům deponovaných ze směsi v homogenním poměru vyšší o cca 2-3 mm.



Obrázek 31: Porovnání průběhů tvrdosti vzorků s gradientní strukturou

6.3.3 Gradientní vzorky deponované ve speciálních módech

Na obr. 32 jsou zobrazeny průběhy tvrdostí gradientních vzorků se speciálními depozičními módy. Obě křivky vykazují podobný průběh, ačkoli zejména ve spodní části je značný rozdíl v morfologii zrn. Nicméně podíl fází je shodný. Nárůst tvrdosti je pozvolný. V oblasti okolo 8 mm opět nastává pokles tvrdosti, který je u vzorku deponovaného v DMT módu výraznější. Porovnáním G400 a G400R bychom dostali takřka stejný průběh. Patrná je nižší výška vzorků oproti ostatním skupinám.



Obrázek 32: Porovnání průběhů tvrdosti vzorků s gradientní strukturou deponovaných

7 Shrnutí výsledků a diskuse

V experimentálním programu bylo pozorováno 8 vzorků vyrobených pomocí 3D tisku metodou přímé depozice. Z hlediska chemického složení se jednalo o skupinu vytvořenou ze směsi Cp-Ti grade 1 a Ti15Mo v poměru 50:50 a v druhé skupině o gradientní vzorky, kde je poměr variován napříč vzorkem od počátečního 70:30 do výsledného 30:70. U homogenní směsi byl pozorován vliv předehřevu a rozměrů na výslednou mikrostrukturu a mechanické vlastnosti, přičemž výkon laseru byl udržován konstantní. Gradientní vzorky byly posuzovány na základě proměnného laserového výkonu. Dále byly posuzovány vlastnosti vzorků s gradientní strukturou deponovaných speciálními módy. Ke sledování mikrostruktury bylo využito světelné mikroskopie s následnou mikrostrukturní analýzou pomocí EBSD. K získání přehledu o mechanických vlastnostech byla provedena zkouška tvrdosti.

Zkouška tvrdosti byla provedena metodou dle Vickerse. Sledován byl průběh tvrdosti podél výšky součásti. U vzorků deponovaných s cílem dosáhnout homogenního složení byl pozorován jasný vliv předehřevu na průběh měřených hodnot tvrdosti. Tvrdost materiálu roste přibližně lineárně do zhruba poloviny vzorku, načež dochází ke konstantnímu průběhu. U vzorků deponovaných za teplot okolní atmosféry (<100 °C) je pozorován nejprve konstantní průběh s přibližnou hodnotou 350 HV_{0,5}, ale následně také dochází k lineárnímu růstu k hodnotě 500 HV_{0,5} v posledních 5-6 mm výšky. Jev je spojen s rostoucím podílem β -fáze ve struktuře, která dosahuje vyšších hodnot tvrdosti než α -fáze (viz 3.2), přičemž předehřev transformaci $\alpha \rightarrow \beta$ urychluje. Je ovšem možné, že podíl Mo ve struktuře není konstantní a vznik β -fáze je zapříčiněn jeho vyšším podílem. K jednoznačnému potvrzení je vhodné provést podrobnou fázovou analýzu a analýzu chemického složení.

Pozorovaným parametrem u studia gradientních vzorků deponovaných v klasických módech byl výkon laseru. Patrný rozdíl vykazoval výkon 800 W, kde byl rychlejší nárůst tvrdosti v oblastech s proměnným chemickým složením oproti nižším výkonům. Celkově je pak hodnota dosažené tvrdosti vyšší. V počáteční fázi s podílem 70 % Ti na 30 % Ti15Mo je průběh všech výkonů shodný. Zajímavý je pokles tvrdosti v části s opačným poměrem směsi, který je výrazný zejména u výkonu 400 W, kde je rozdíl hodnot téměř 80 HV_{0,5}. U výkonu 800 W není zaznamenán výrazný pokles. Z hlediska depozice speciálními módy je pozorován jen mírný růst tvrdosti. Pokles tvrdosti nastává v posledních 2 mm vzorku, přičemž je výraznější při použití modifikovaného DMT. Patrně množství vneseného tepla pozitivně ovlivní fázové transformace vedoucí ke stabilizaci tvrdosti, která vlivem rychlejšího odvodu tepla kolísá.

Snímky homogenních vzorků ze světelného mikroskopu dokumentují růst kolumnárních zrn, který pokračuje napříč jednotlivými vrstvami. Předehřev vede ke snížení viditelnosti přechodů mezi vrstvami a jednotlivými „meltpooly“, zapříčiněných nehomogenitami ve složení. V horních vrstvách jsou ale přechody stále výrazné. U gradientních vzorků s použitím větších výkonů rovněž dochází ke stírání rozdílů mezi vrstvami. Vyšší výkon laseru, tedy větší množství vneseného tepla umožní rozšíření tepelně ovlivněné oblasti, případně tavení již deponovaných vrstev. To vede k homogenizaci složení, které se projeví i v účinku leptacího činidla.

Daný mechanismus má vliv i na rozšíření kolumnárních zrn, které u všech vzorků rostou kolmo ke směru depozice. S větším výkonem se zvětšují rozměrové a geometrické odchylky.

EBSD analýza gradientních vzorků prokázala dominanci α -fáze ve spodních částech vzorku a β -fáze ve vyšších. U vzorků deponovaných s nižším výkonem (G400, GDMT+) došlo ve spodních částech ke vzniku výrazné jehlicovité struktury vlivem rychlého odvodu tepla. Zpomalení tuhnutí vlivem použití vyšších výkonů a in-situ tepelným zpracováním u vzorku G400R dochází ke vzniku struktury s jemnějšími zrny. Snímky horních vrstev potvrzují vliv množství přivedeného tepla na šířku zrn. Orientace zrn je nepravidelná z důvodu různých směrů teplotních spádů během depozice.

Vzorek, jenž byl deponován s výkonem laseru 800 W vykazuje vlastnosti funkčně graduovaného materiálu. Jeho průběh tvrdosti vykazuje cílený nárůst v oblastech s proměnným složením, přičemž došlo k homogenizaci mezi jednotlivými deponovanými vrstev. Uspokojujících vlastností lze dosáhnout i s výkonem 600 W.

8 Závěr

Práce se zabývala posuzováním vlastností materiálů vytvořených pomocí metody přímé depozice (DED). Výchozím experimentálním materiálem byl práškový Cp-Ti grade 1 a prášek slitiny Ti15Mo. Zkušební tělesa obsahovala oba tyto materiály buďto s homogenním poměrem 50:50, nebo se jednalo o vzorky s graduovanou strukturou. Na jednotlivých vzorcích byl sledován vliv výkonu laseru a různých teplotních režimů během depozice na výslednou mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Mikrostruktura byla pozorována ve světelném mikroskopu a byla provedena analýza EBSD. Pro posouzení vlivu na mechanické vlastnosti byla provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse.

Z experimentálního programu lze vyvodit následující závěry.

- Vzorek, jenž byl deponován s výkonem laseru 800 W vykazuje vlastnosti funkčně graduovaného materiálu.
- Výkon laseru silně ovlivňuje šířku kolumnárních zrn a jeho zvyšování nepříznivě ovlivňuje rozměrové a tvarové odchylky.
- Předehřev a vnesené teplo dané vyšším výkonem laseru podporuje fázové transformace vedoucí nárůstu tvrdosti.
- Větší množství vneseného tepla naopak zabraňuje poklesu tvrdosti v oblastech, kde by byly procesy přeměn potlačeny vlivem rychlosti ochlazování.
- Výkon laseru ovlivňuje velikost TOO, což vede k homogennějšímu složení jednotlivých vrstev.
- Vyšší hodnoty naměřené tvrdosti jsou spojeny s rostoucím podílem β -fáze.
- In-situ tepelné zpracování koriguje výšku vrstvy.

9 Seznam použitých zdrojů

- [1] I. Gibson, D. Rosen a B. Stucker, *Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping and Direct Digital Manufacturing*, New York: Springer, 2015.
- [2] „ASTM International,“ [Online]. Available: <https://www.astm.org/COMMITTEE/F42.htm>. [Přístup získán 10 Říjen 2021].
- [3] P. K. Venuvinod a W. Ma, *Rapid Prototyping: Laser-Based and Other Technologies*, New York: Springer, 2004.
- [4] D. Melzer, J. Džugan, M. Koukolíková, S. Rzepa a J. Vavřík, „Structural integrity and mechanical properties of the functionally graded material based on 316L/IN718 processed by DED technology,“ *Materials Science and Engineering: A, Volume 811*, 2021.
- [5] D. Gu, *Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials*, New York: Springer, 2015.
- [6] „ISO,“ [Online]. Available: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-astm:52900:ed-1:v1:en>. [Přístup získán 13 Říjen 2021].
- [7] „3D Experience,“ Dassault Systèmes, [Online]. Available: <https://make.3dexperience.3ds.com/processes/introduction-to-additive-processes>. [Přístup získán 13 Říjen 2021].
- [8] „3D Printing,“ [Online]. Available: <https://3dprint.com/72171/first-3d-printer-chuck-hull/>. [Přístup získán 11 Říjen 2021].
- [9] „Hybrid Manufacturing Technologies,“ [Online]. Available: https://www.additivemanufacturing.media/cdn/cms/7_families_print_version.pdf. [Přístup získán 22 Listopad 2021].
- [10] J. Džugan, J. Hodek, E. Azinpour, R. Darabi, J. Cesar de Sa a A. Santos, „Fracture analysis in directed energy deposition (DED) manufactured 316L stainless steel using a phase-field approach,“ *Finite Elements in Analysis and Design*, sv. 177, č. 103417, 15 Zář 2020.
- [11] M. Brandt, „The role of lasers in additive manufacturing,“ v *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies and Applications*, 1. editor, Woodhead Publishing, 2017, pp. 1-18.
- [12] J. Mazumder, „Laser-aided direct metal deposition of metals and alloys,“ v *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies, and Applications*, Woodhead Publishing, 2017, pp. 21-53.
- [13] M. R. Goterbarm, M. Seifi, D. Melzer, J. Džugan, A. A. Salem, Z. H. Liu a C. Körner, „Small scale testing of IN718 single crystals manufactured by EB-PBF,“ *Additive Manufacturing*, sv. Volume 36, č. 101449, Prosinec 2020.

- [14] S. Sun, M. Brandt a M. Easton, „Powder bed fusion processes: An overview,“ v *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies, and Applications*, Woodhead Publishing, 2017, pp. 55-77.
- [15] „Selective Laser Sintering,“ [Online]. Available: https://www.manufacturingguide.com/sites/default/files/styles/illustration/public/illustrations/selective_laser_sintering_sls_1228_0.png?itok=MguDQFj8. [Přístup získán 28. 11. 2021].
- [16] „Electron Beam Melting,“ [Online]. Available: https://www.manufacturingguide.com/sites/default/files/styles/illustration/public/illustrations/electron_beam_melting_ebm_1227_1.png?itok=YPtH36zq. [Přístup získán 28. 11. 2021].
- [17] E. Sachs, M. Cima a J. Cornie, „Three-Dimensional Printing: Rapid Tooling and Prototypes Directly from a CAD Model,“ *CIRP Annals*, sv. 39, č. 1, pp. 201-204, 1990.
- [18] „ExOne,“ [Online]. Available: <https://www.exone.com/Admin/getmedia/f64f70e9-63a3-48f6-b707-17df47306657/Binder-Jet-Guide-12152019-compressed.pdf>. [Přístup získán 20 Listopad 2021].
- [19] „ExOne,“ [Online]. Available: <https://www.exone.com/Admin/getmedia/f64f70e9-63a3-48f6-b707-17df47306657/Binder-Jet-Guide-12152019-compressed.pdf>. [Přístup získán 15. 11. 2021].
- [20] „3D Systèmes,“ [Online]. Available: https://make.3dexperience.3ds.com/resources/20211108T093521Z/cs/webapps/MP3DPWikiProcessesDatas/assets/images/additive/F_ProcessAdditive_BinderJetting@2x.png. [Přístup získán 15. 11. 2021].
- [21] F. H. Froes, *Titanium: Physical Metallurgy, Processing and Applications*, Ohio: ASM International, 2015.
- [22] L. Ptáček, *Nauka o materiálu II*, Brno: CERM, 2002.
- [23] M. Raab, *Materiály a člověk: Netradiční úvod do současné materiálové vědy*, 2. editor, Zlín: Univerzita Tomáše Bati, 2020.
- [24] M. Peters, C. Leyens a J. Kumpfert, *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*, John Wiley & Sons, Incorporated, 2003.
- [25] D. R. Askeland a W. J. Wright, *The Science and Engineering of Materials*, 7th SI ed. editor, Boston: Cengage Learning, 2016.
- [26] W. F. Hosford, *Physical Metallurgy*, 2nd ed editor, Boca Raton: CRC Press/Taylor & Francis, 2010.
- [27] C. E. Housecroft a A. G. Sharpe, *Anorganická chemie*, Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2014.

- [28] G. N. Haidemenopoulos, *Physical Metallurgy: Principles and Design*, Boca Raton: CRC Press, Taylor and Francis Group, 2018.
- [29] M. Qian a F. H. e. a. Froes, *Titanium Powder Metallurgy, Science, Technology and Applications*, Ohio: ASM International, 2015.
- [30] G. Lütjering a J. C. Williams, *Titanium*, Berlin: Springer, 2007.
- [31] J. Stráský, K. Bartha, P. Barriobero-Villa, J. Šmilauerová, P. Doležal, J. Veselý, I. Semenova, V. Polyakova a M. Janeček, „In-situ investigation of phase transformations in ultra-fine grained Ti15Mo alloy,“ *Journal of Alloys and Compounds, Volume 867*, 2021.
- [32] J. Nejezchlebová, M. Janovská, P. Sedlák, J. Šmilauerová, J. Stráský, M. Janeček a H. Seiner, „Elastic constants of β -Ti15Mo,“ *Journal of Alloys and Compounds, Volume 792*, pp. 960-967, 2019.
- [33] X. Xi, W. Ding, Z. Wu a L. Anggei, „Performance evaluation of creep feed grinding of γ -TiAl intermetallics with electroplated diamond wheels,“ *Chinese Journal of Aeronautics, Volume 34, Issue 6*, pp. 100-109, 2021.
- [34] D. Li, B. Wang, L. Luo, X. Li, Y. Xu, B. Li, L. Wang, W. Liu, B. Han, Y. Su, J. Guo a H. Fu, „The interface structure and its impact on the mechanical behavior of TiAl/Ti2AlNb laminated composites,“ *Materials Science and Engineering: A*, 2021.
- [35] V. Průcha, „Podklady k přednáškám z předmětu základy metalografie,“ Fakultra strojní ZČU v Plzni, Plzeň, 2021.
- [36] G. F. Vander Voort, *Metallography, principles and practice*, 1. editor, New York, NY: ASM International, 1999.
- [37] J. Skálová, R. Kovařík a V. Benedikt, *Základní zkoušky kovových materiálů*, Plzeň: ZČU v Plzni, 2010.
- [38] P. Kulhánek, „Aldebaran: glosář,“ Aldebaran Group for Astrophysics, [Online]. Available: <https://www.aldebaran.cz/glossary/print.php?id=88>. [Přístup získán 30. 11. 2021].
- [39] P. Kulhánek, „Sekce slavní: Ernst Ruska,“ [Online]. Available: https://www.aldebaran.cz/famous/people/Ruska_Ernst.php. [Přístup získán 30. 11. 2021].
- [40] „Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací,“ Univerzita Palackého v Olomouci, [Online]. Available: http://jointlab.upol.cz/soubusta/OSYS/El_mikr/Mikroskopy.gif. [Přístup získán 30. 11. 2021].
- [41] „Knowledge: Microscopy,“ Struers, [Online]. Available: <https://www.struers.com/en/Knowledge/Microscopy#>. [Přístup získán 30. 11. 2021].
- [42] J. Reichl a M. Všetická, „Interakce elektronů se vzorkem,“ *Encyklopedie fyziky*,

- [Online]. Available: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/1678-interakce-elektronu-se-vzorkem>. [Přístup získán 30. 11. 2021].
- [43] „EBSD,“ Oxford Instruments, [Online]. Available: <https://www.ebsd.com/ebsd-explained/what-is-ebsd>. [Přístup získán 30. 11. 2021].
- [44] „Vickers Hardness Testing,“ Struers, [Online]. Available: <https://www.struers.com/en/Knowledge/Hardness-testing/Vickers#introduction>. [Přístup získán 29. 11. 2021].
- [45] „OPI: Zkoušky tvrdosti,“ [Online]. Available: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf. [Přístup získán 29. 11. 2021].
- [46] W. D. Callister a D. G. Rethwisch, Materials science and engineering: an introduction, 9. editor, Hoboken: Wiley, 2014, p. 960.
- [47] „Cp-Ti grade 1,“ AP&C a GE Additive Company, [Online]. Available: <https://www.advancedpowders.com/powders/titanium/cp-ti1>. [Přístup získán 12 Březen 2022].
- [48] „InssTek DMT Metal AM Technology Specialist,“ [Online]. Available: http://www.insstek.com/download/InssTek_Brochure_Eng_2022.pdf. [Přístup získán 2 Duben 2022].
- [49] „EBSD inverse pole figure map of copper sample,“ [Online]. Available: <https://www.gatan.com/resources/media-library/ebsd-inverse-pole-figure-map-copper-sample?modal=1>. [Přístup získán 30. 11. 2021].