

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N0715A270014 - Materiálové inženýrství a výrobní technologie

Studijní specializace: Bez specializace

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Nástrojové oceli pro výrobu forem pro tlakové lití hliníku

Autor: Bc. Jan Zálabský

Vedoucí práce: Prof. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.

Akademický rok 2022/2023

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2022/2023

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan ZÁLABSKÝ**
Osobní číslo: **S21N0051P**
Studijní program: **N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie**
Téma práce: **Nástrojové oceli pro výrobu forem pro tlakové lití hliníku**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Úvod
2. Rešerše současného stavu
 - 2.1. Nástrojové oceli pro lití formy
 - 2.2. Aditivní výroba nástrojových ocelí pro lití formy
 - 2.3. Tepelné zpracování konvenčních a tištěných nástrojových ocelí
3. Experimentální program
 - 3.1. Popis použitého materiálu a vybavení
 - 3.2. Tepelné zpracování
 - 3.3. Mikrostrukturní analýzy
 - 3.4. Mechanické vlastnosti
4. Shrnutí a diskuse výsledků
5. Závěr

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

Seznam doporučené literatury:

ASBERG, M. et al. Influence of post treatment on microstructure, porosity and mechanical properties of additive manufactured H13 tool steel. *Material Science and Engineering. A.* 2019, 724, 584-589. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.08.046>.

MAZUR, M. et al. SLM additive manufacture of H13 tool steel with conformal cooling and structural lattices. *Rapid prototyping Journal.* 2016, 22(3). <https://doi.org/504-518>. 10.1108/RPJ-06-2014-0075.

XIAO, H.N., CHEN, C.J., ZHANG, M. Novel high alloying hot-work tool steel with enhanced wear resistance prepared by laser additive manufacturing. *Materials Research Express.* 2019, 6(11). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab49d9>.

OLIVEIRA, A.P., et al. Effect of microstructure and defect formation on the bending properties of additive manufactured H13 tool steel. *Journal of Materials Research and Technology.* 2021, 15, <https://doi.org/3598-3609>. 10.1016/j.jmrt.2021.10.011.

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

Konzultant diplomové práce: **Karolína Burdová**
Regionální technologický institut

Datum zadání diplomové práce: **17. října 2022**
Termín odevzdání diplomové práce: **26. května 2023**

L.S.

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

Doc. Ing. Josef Odehnal, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

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

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

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat vedoucí diplomové práce paní prof. Ing. Ludmile Kučerové Ph.D. za podporu a užitečné rady při zpracování této práce. Zároveň bych rád vyjádřil svoje díky výzkumným laboratořím, a to Metalografické laboratoři, Laboratoři experimentálního obrábění, Laboratoři experimentálního tváření a Mechanické zkušebně Regionálního technologického institutu při Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni, díky kterým bylo možné diplomovou práci vypracovat. Závěrem bych potom chtěl poděkovat panu PhDr. Ladislavu Třískovi za pomoc s nástrahami českého jazyka a Karolíně a Borisovi Burdovému, bez kterých by tato práce nemohla vzniknout.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Zálabský	Jméno Jan	
STUDIJNÍ PROGRAM	N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Prof. Ing. Kučerová, Ph.D.	Jméno Ludmila	
PRACOVÍŠTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Nástrojové oceli pro výrobu forem pro tlakové lití hliníku		

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

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	70	TEXTOVÁ ČÁST	57	GRAFICKÁ ČÁST	
---------------	----	---------------------	----	----------------------	--

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce zahrnuje rešerši na téma nástrojových ocelí pro tlakové lití hliníku a následně variaci tepelných zpracování experimentálních vzorků z oceli H13 a DIEVAR 3D tištěných pomocí aditivní technologie selektivního tavení laserem. Na těchto vzorcích proběhla mikrostrukturní analýza, zkoušky potřebné pro zjištění mechanických vlastností, a získané výsledky měření byly též detailně diskutovány.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Nástrojové oceli, lití hliníku, selektivní tavení laserem, AISI H13, DIEVAR, aditivní technologie, tepelné zpracování

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Zálabský	Name Jan		
STUDY PROGRAMME	N0715A270014 Materials Engineering and Manufacturing Technology			
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Prof. Ing. Kučerová, Ph.D.	Name Ludmila		
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Tool steels for aluminium die casting moulds			

FACULTY	FST	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2023
----------------	-----	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	70	TEXT PART	57	GRAPHICAL PART	
----------------	----	------------------	----	-----------------------	--

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The thesis includes a research on the topic of tool steels for aluminium die casting and subsequently a variation of heat treatment of experimental samples of H13 and DIEVAR 3D printed steels using the additive technology of selective laser melting. These samples were subjected to microstructural analysis, the tests necessary to determine the mechanical properties, and the measurement results obtained were also discussed in detail..
KEY WORDS	Tool steels, aluminium casting, selective laser melting, AISI H13, DIEVAR , additive technology, heat treatment

Obsah

Přehled použitých zkratk a symbolů.....	3
Seznam obrázků	4
Seznam tabulek	6
1 Úvod.....	7
2 Rešerše současného stavu.....	8
2.1 Vysokotlaké lití hliníku	8
2.1.1 Proces odlévání	8
2.1.2 Fáze tlakového lití hliníku.....	9
2.1.3 Teploty ve formě při licím procesu	9
2.2 Životnost forem a problémy	10
2.2.1 Pájení hliníku k povrchu formy.....	10
2.2.2 Praskliny.....	11
2.2.3 Simulace vysokotlakého lití hliníku	11
2.3 Nástrojové oceli pro licí formy.....	12
2.3.1 Oceli H11 a H13.....	13
2.3.2 Ocel DIEVAR	14
2.3.3 Ocel TOOLOX 44.....	16
2.4 Aditivní výroba nástrojových ocelí pro licí formy	16
2.5 Tepelné zpracování nástrojových ocelí pro výrobu forem	18
2.5.1 Tepelné zpracování konvenčně vyrobených nástrojových ocelí pro výrobu forem	18
2.5.2 Tepelné zpracování 3D tištěných nástrojových ocelí pro výrobu forem	21
3 Experimentální program.....	26
3.1 Charakterizace vstupního materiálu	26
3.2 Použité přístroje, zařízení a metody	29
3.3 Tepelné zpracování.....	32
3.4 Mikrostrukturní analýzy	33
3.4.1 Světelná mikroskopie	34
3.4.2 Řádkovací elektronová mikroskopie.....	36
3.4.3 Energiově disperzní spektrometrie (EDS analýza)	39
3.4.4 EBSD analýza	42
3.4.5 Fázová analýza (XRD analýza).....	44

3.5	Mechanické vlastnosti	45
3.5.1	Zkouška tvrdosti dle Vickerse.....	45
3.5.2	Tahová zkouška.....	47
3.5.3	Zkouška vrubové houževnatosti.....	49
3.5.4	Tribologie	50
4	Shrnutí a diskuse výsledků.....	53
5	Závěr.....	58
	Seznam použitých zdrojů	59

Přehled použitých zkratk a symbolů

°C	Stupeň Celsia
s	Sekunda
m/s	Metr za sekundu
N/mm ²	Newton na milimetr čtvereční
min	Minuta
h	Hodina
N	Newton
rpm	Otáčky za minutu
MPa	Megapascal
HRC	Tvrlost dle Rockwella
HBW	Tvrlost dle Brinella
HV	Tvrlost dle Vickerse
SLM	Selektivní tavení laserem
STL	Stereolitografie
CAD	Počítačem podporované projektování
EAF	Elektrická oblouková pec
ESR	Elektrostrusková rafinace
CSR	Řízená měkká redukce
AM	Aditivní výroba
HIP	Izostatické lisování za tepla
LAM	Laserová aditivní výroba
WAAM	Oblouková aditivní výroba pomocí drátu
RTI	Regionální technologický institut
EDS	Energiově disperzní spektrometrie
EBSD	Elektronová zpětná difrakce
XRD	Rentgenová difrakční analýza
SEM	Řádkovací elektronový mikroskop
ČSN	Česká technická norma
EN	Evropská norma
ISO	Mezinárodní organizace pro normalizaci
ASTM	Americká společnost pro testování a materiály
fcc	Kubická plošně centrovaná mřížka
bcc	Kubická prostorově centrovaná mřížka

Seznam obrázků

Obr. 1 Proces odlévání [1].....	8
Obr. 2 Průběh teplot na povrchu odlitku v závislosti na čase [4].....	9
Obr. 3 Problémy postihující licí formy [13].....	10
Obr. 4 Průběh prasklin na licí formě u konvenční oceli H13, úsečky 1 a 2 ukazují směr vzniku a šíření trhlin [15].....	11
Obr. 5 Simulace na základě proudění tekutin ve formě při vysokotlakém lití [18].	12
Obr. 6 Hliníková tlaková licí forma [20].....	13
Obr. 7 Podíl vměstků vzhledem k výrobní technologii [20].	13
Obr. 8 Praskání DIEVAR vs H13 – povrchové vs rohové trhliny [26].	15
Obr. 9 Podíl karbidů v ocelích H13 a DIEVAR [26].	15
Obr. 10 Rázová houževnatost a tepelná vodivost ocelí TOOLOX 44 a H13 [12].	16
Obr. 11 Proces technologie selektivního tavení laserem [33].	17
Obr. 12 Příklad konformního chlazení formy [53].	17
Obr. 13 Mechanické vlastnosti oceli H11 v závislosti na popouštěcí teplotě. a) mez pevnosti v tahu b) mez kluzu v tahu c) tažnost d) tvrdost HRC [23].	19
Obr. 14 Velikost zrna a tvrdost oceli H13 v závislosti na kalící teplotě, mechanické vlastnosti v závislosti na teplotě popouštění [37] a mikrostruktura zakalené oceli H13 [26].	20
Obr. 15 Mechanické vlastnosti oceli DIEVAR [21].	21
Obr. 16 Porovnání vlastností oceli DIEVAR kalené na vzduchu a do oleje [35].	21
Obr. 17 Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 tepelně zpracovaná a) a d) na uvolnění vnitřního pnutí (650 °C s výdrží 6 h), b) kalení (dusíkem s teplotou austenitizace 1020 °C, výdrž 70 min na teplotě) a popouštění (dvakrát popouštěno při 585 °C s výdrží 2,5 h na teplotě), c) kalení, popouštění (viz b) a izostatické lisování (1130°C, 100 MPa) za tepla [41].	23
Obr. 18 a) Hodnoty průběhu tvrdosti pro 3D tištěnou ocel H13 vzhledem k průběhu teplot popouštění [41] b) výsledky tahové zkoušky u 3D tištěné oceli H13 (SR – tepelně zpracování na uvolnění pnutí, HT – zušlechťeno) [42]	23
Obr. 19 Tvrdost 3D tištěné oceli DIEVAR v závislosti na teplotě a) kalení a b) popouštění [44].	24
Obr. 20 a) Délka b) šířka a c) hustota zastoupení karbidů v 3D tištěné oceli H13 vzhledem k teplotě popouštění [45].	25
Obr. 21 Výbrus prášku a analýza velikosti zrn prášku oceli DIEVAR.	27
Obr. 22 Tištěný válečkovitý experimentální vzorek a) umístění výbrusů pro hodnocení pórovitosti b) provedené hodnocení pórovitosti.	28
Obr. 23 Vytištěné experimentální vzorky.	29
Obr. 24 a) 3D tiskárna SLM280 ^{HL} použitá k výrobě experimentálních vzorků [58], b) laboratorní pec Carbolite ELF 11/6, c) řádkovací elektronový mikroskop Zeiss EVO MA25, d) řádkovací elektronový mikroskop Zeiss Crossbeam 340.	30

Obr. 25 a) Rozložení vzorku pro tahovou zkoušku vzhledem k tištěnému vzorku, b) vzorek na tahovou zkoušku pro stroj Zwick Roell Z250, c) mini-vzorky na tahovou zkoušku pro stroj Exceed Model E43.	31
Obr. 26 Rozložení řezů na experimentálním vzorku vzhledem ke směru tisku.....	34
Obr. 27 Snímky ze světelné mikroskopie z oceli H13 zpracované konvenční metodou a) a b) a technologií SLM c) a d). Snímky a) a c) jsou ve výchozím stavu a snímky b) a d) jsou kaleny při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C a dobou expozice 4 h.....	35
Obr. 28 Detail 3D tištěné oceli H13 ze světelného mikroskopu, která byla po tisku popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží na této teplotě 4 h.....	36
Obr. 29 Snímky 3D tištěné oceli DIEVAR pořízené světelným elektronovým mikroskopem a) ve výchozím stavu, b) po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s výdrží na teplotě 2 h, c) kaleno na teplotě 1025 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C s dobou expozice 2 h.....	36
Obr. 30 Snímky z řádkovacího elektronového mikroskopu z oceli H13 zpracované konvenční metodou a) a b) a technologií SLM c) a d). Snímky a) a c) jsou ve výchozím stavu a snímky b) a d) jsou kaleny při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C a dobou expozice 4 h.....	37
Obr. 31 Detail 3D tištěné oceli H13 pořízené řádkovacím elektronovým mikroskopem, která byla po tisku popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží na této teplotě 4 h.....	38
Obr. 32 Snímky 3D tištěné oceli DIEVAR. pořízené řádkovacím elektronovým mikroskopem a) ve výchozím stavu, b) po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s výdrží na teplotě 2 h, c) kaleno na teplotě 1025 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C s dobou expozice 2h.....	38
Obr. 33 Mapová EDS analýza konvenčně zpracované oceli H13, která byla kalená na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C a výdrží 4 h na teplotě.....	39
Obr. 34 Mapová EDS analýza 3D tištěné oceli H13, která byla kalená na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 540 °C a výdrží 4 h na teplotě.....	40
Obr. 35 Mapová EDS analýza 3D tištěné oceli DIEVAR, která byla po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s dobou expozice 2 h.....	41
Obr. 36 Mapová EDS analýza 3D tištěné oceli DIEVAR, která byla po tisku kalená v oleji s teplotou austenitizace 1025 °C s dobou výdrže 1 h na teplotě.....	41
Obr. 37 Fázová mapa a), b) a inverzní pólové obrazce c), d) získané EBSD analýzou pro konvenční ocel H13 ve a) a c) výchozím stavu a b) a d) kalenou při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C s dobou expozice 4 h.....	42
Obr. 38 Fázová mapa a), b), c) a inverzní pólové obrazce d), e), f) získané EBSD analýzou pro 3D tištěnou ocel H13 ve a) a d) výchozím stavu, b) a e) po tisku popouštěnou při teplotě 540 °C s výdrží 4 h na teplotě, c) a f) kalenou při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 540 °C s dobou expozice 4 h.....	43
Obr. 39 Fázová mapa a), b), c) a inverzní pólové obrazce d), e), f) získané EBSD analýzou pro 3D tištěnou ocel DIEVAR ve a) a d) výchozím stavu, b) a e) po tisku popouštěnou při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě, c) a f) kalenou při teplotě 1025 °C s výdrží 1 h na teplotě.....	44

Obr. 40 Získané hodnoty tvrdosti HV10 pro ocel H13 konvenční.	46
Obr. 41 Získané hodnoty tvrdosti HV10 pro ocel H13 3D tištěnou.	46
Obr. 42 Získané hodnoty tvrdosti HV10 pro 3D tištěnou ocel DIEVAR.	47
Obr. 43 Hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro ocel H13 konvenční.	48
Obr. 44 Hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro ocel H13 3D tištěné.	48
Obr. 45 Hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro 3D tištěnou ocel DIEVAR.	49
Obr. 46 Míra opotřebení vybraných experimentálních vzorků.	51
Obr. 47 Skládání obraz a detail drážky pro a) a b) 3D tištěnou ocel H13, která byla po tisku dvakrát popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží 2 h na teplotě, c) a d) 3D tištěnou ocel DIEVAR, která byla po tisku kalená do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží 1 h na teplotě a následným dvojím popouštěním při teplotě 580 °C a výdrží 2 h na teplotě.....	52

Seznam tabulek

Tab. 1 Typické chemické složení nástrojových ocelí pro výrobu forem.	14
Tab. 2 Chemické složení ocelových prášků pro 3D tisk udávané výrobcem.....	27
Tab. 3 Chemické složení experimentálních vzorků ocelí naměřené pomocí emisní spektrometrie.	27
Tab. 4 Parametry tisku pro 3D tištěné oceli H13 a DIEVAR.	28
Tab. 5 Experimentální vzorky s jejich režimy tepelného zpracování.	33
Tab. 6 Podíly austenitu ve vybraných experimentálních vzorcích zjištěných pomocí XRD... ..	44
Tab. 7 Hodnoty smluvní meze kluzu v tahu ($R_{p0.2}$), meze pevnosti v tahu (R_m), tažnosti ($A_{5.65}$), vrubové houževnatosti (W) a tvrdosti HV10 naměřené pomocí provedených zkoušek na experimentálních vzorcích.	45
Tab. 8 Hodnoty práce nutné na šíření trhliny získané pomocí zkoušky vrubové houževnatosti pro vybrané experimentální vzorky z 3D tištěné oceli H13 a DIEVAR.	49
Tab. 9 Pracovní parametry tribometru.	50
Tab. 10 Hodnoty hmotnostního úbytku a míry opotřebení pomocí hodnot získaných při tribologické zkoušce.....	50

1 Úvod

Vysokotlaké lití hliníku je efektivní moderní technologií výroby dílů s vysokou pevností, přesností a kvalitou povrchu. Tato technologie se vyznačuje rychlým plněním forem hliníkovou slitinou za vysokého tlaku a teploty. Tato metoda umožňuje vytvářet díly složitých tvarů s vysokou přesností, což je výhodné zejména v automobilovém a leteckém průmyslu. Proces spočívá v tavení kovu, který je následně vstřikován do formy pod vysokým tlakem. Pro výrobu forem užitých touto technologií se používají speciální materiály, které musí být odolné vůči tepelnému stresu a opakovanému cyklování z horkého stavu do chladného.

Mezi tyto materiály patří například nástrojové oceli H13 a DIEVAR. Tyto oceli jsou vysoce odolné vůči opotřebení a jsou vhodné pro vysokotlaké lití hliníku, protože jsou schopny odolávat vysokým teplotám a zároveň udržovat svou tvrdost a pevnost. Tepelné zpracování těchto materiálů je klíčové pro zajištění jejich vlastností a kvality forem.

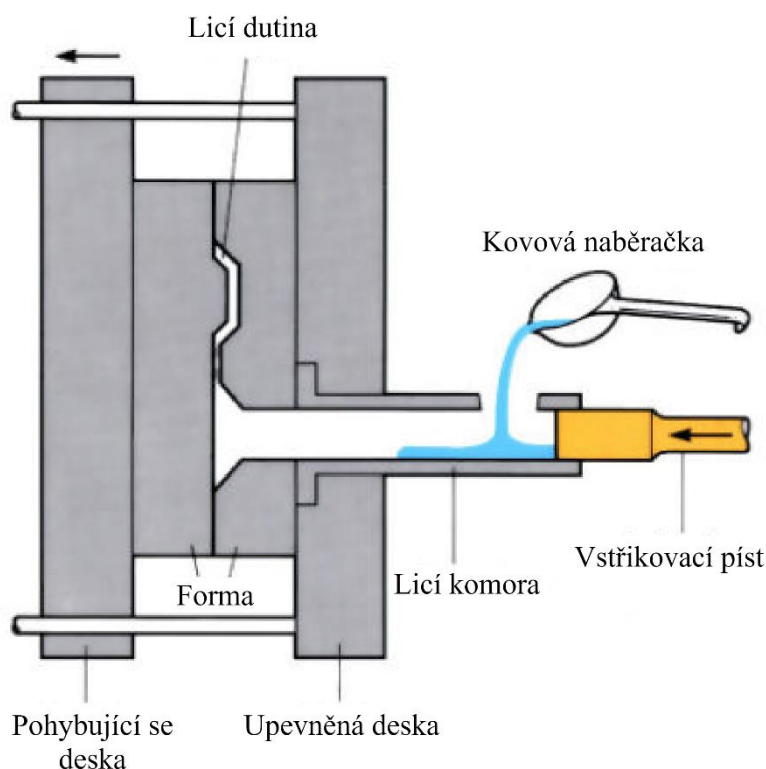
Selektivní tavení laserem (SLM) je jednou z nejčastěji používaných aditivních technologií pro tisk ocelových materiálů. Tato technologie umožňuje vytvářet složité tvary forem s vysokou přesností a opakovatelností. Aditivní výroba ocelí H13 a DIEVAR přináší mnoho výhod pro výrobu forem pro vysokotlaké lití hliníku. Díky této technologii lze vytvářet složité tvary forem s přesností a opakovatelností, což umožňuje vyrábět díly s vysokou kvalitou. 3D tisk těchto materiálů také umožňuje vytvářet formy s konformním chlazením, což zlepšuje tepelnou rovnoměrnost a tím i kvalitu dílu. Oceli H13 a DIEVAR jsou navíc vysoce odolné vůči opotřebení a teplotním vlivům, což zajišťuje dlouhou životnost forem a minimalizuje náklady na údržbu. Díky těmto vlastnostem jsou tyto materiály často používány pro výrobu forem pro vysokotlaké lití hliníku a 3D tisk umožňuje využít jejich vlastností a výhod při výrobě složitých forem s konformním chlazením.

Tématem této diplomové práce je: „Nástrojové oceli pro výrobu forem pro tlakové lití hliníku“ a konkrétně se tato práce zabývá výše zmíněnými oceli H13 a DIEVAR, vytištěných pomocí aditivní technologie SLM. Pokud jsou tyto oceli 3D tištěné, je nutné je podrobit vhodnému režimu tepelného zpracování, aby došlo k dosažení optimálních mechanických vlastností pro užití ve výrobě. Proto bude v průběhu této práce prozkoumána široká škála těchto režimů tepelného zpracování a na konci proběhne diskuse získaných výsledků.

2 Rešerše současného stavu

2.1 Vysokotlaké lití hliníku

Vysokotlaké lití hliníku je moderní technologický proces, který umožňuje vyrábět přesné a složité díly z hliníkových slitin. Tento proces (Obr. 1) je založen na vstřikování roztavené hliníkové slitiny pod vysokým tlakem do forem, kde tavenina rychle tuhne a nabývá požadovaného tvaru. Díky tomuto procesu lze vyrábět pevné, lehké a odolné díly s vysokou přesností a kvalitou, takže je tato technologie ideální pro výrobu součástí pro automobilový, letecký, energetický, stavební a další průmysl.



Obr. 1 Proces odlévání [1].

Vysokotlaké lití hliníku nabízí mnoho výhod, jako je vysoká pevnost, vynikající kvalita povrchu a možnost vytváření složitých geometrických tvarů. Nevýhody zahrnují vysoké náklady na výrobu forem a vysokou citlivost na kvalitu materiálu. Výroba forem pro vysokotlaké lití je důležitá, aby bylo dosaženo přesných rozměrů a kvality výsledného výrobku. Pro tyto formy se obvykle používají speciální oceli s vysokou tvrdostí a odolností proti opotřebení, jako jsou nástrojové oceli, které jsou dále upravovány pro dosažení potřebných vlastností.

2.1.1 Proces odlévání

Pro odlévání hliníku se ve většině případů používá ocelová forma, díky které je možnost odlít velké množství odlitků v rychlém sledu. Typický systém pro vysokotlaké lití hliníku se skládá z pevné a pohyblivé zápusky, která tvoří dutinu s tvarem dolitku, vstřikovací komory, pístu a vyhazovacích čepů [2]. Toto zařízení je možné vidět na Obr. 1. Samotný proces tlakového lití hliníku začíná vstřikováním tekuté hliníkové slitiny do formy. Vstřikování s vysokou rychlostí a pod vysokým tlakem má za následek, že hliník převezme tvar formy, do

kteřé se odlévá. Forma je tvořena dvěma díly, kde jeden z těchto dílů je stacionární, zatímco druhý je pohyblivý. Poté, co roztavená vstříknutá slitina hliníku ztuhne, se části formy od sebe odtáhnou a odlitek vypadne. Díky vstříkování pod vysokým tlakem je možné pokaždé dosáhnout stejnorodého odlitku [3].

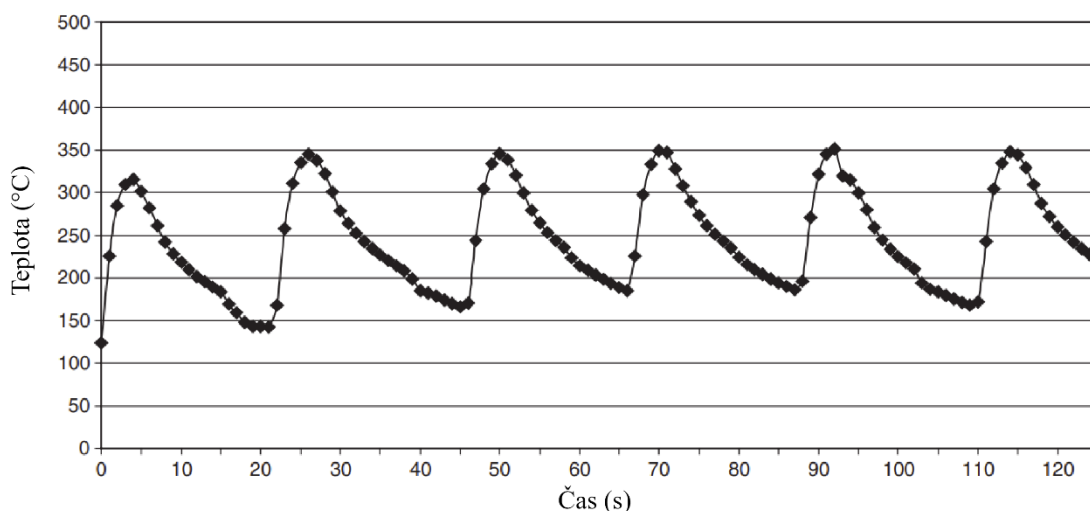
2.1.2 Fáze tlakového lití hliníku

Při procesu tlakového lití je roztavený materiál vhnán do studené komory pomocí hydraulického pístu [4, 5]. Pro zajištění co nejlepší kvality odlitků je tento proces rozdělen do třech fází. V první fázi dochází k odběru a pomalému posunutí hliníku do formy. Druhá fáze je vstříkování (plnění dutiny formy). Při tlakovém lití hliníku se vstříkuje roztavená slitina do studené formy a tato slitina se vstříkuje při teplotě 700-750 °C v závislosti na druhu vstříkovaného materiálu a na geometrii formy [5]. Obvyklé trvání této fáze je kolem 0,05-0,1 s, a to díky veliké rychlosti vstříku, která je kolem 10 m/s, ale může dosahovat až 100 m/s [6]. Při třetí fázi dochází k tuhnutí slitiny uvnitř formy, kdy k tuhnutí dochází od povrchu formy. Dále na slitinu působí síla zhruba 50-70 N/mm², která má za účel snížení pórovitosti a velikost inkluzí, způsobených vzduchem, který je zachycený během vstříkování [4, 8, 15, 24].

2.1.3 Teploty ve formě při licím procesu

Tepelná regulace systému pro tlakové lití má zásadní vliv na úspěch operace lití a na výdrž jednotlivých součástí systému. Nadměrné teploty při tlakovém lití mohou poškozovat méně odolné součásti, a to může vést k poruchám zařízení a nákladným odstávkám. Aby k těmto nechtěným jevům nedocházelo, používá se při tlakovém lití systém chlazení, který optimalizuje účinnost procesu a chrání kritická zařízení [7]. Samotná forma je obvykle chlazena vodou a pracovní povrch je stříkán mazivem na vodní bázi [4].

Studie Norwood a kol. [4] stanovila teplotní profil tlakového lití hliníku za výrobních podmínek. Z práce vyplynulo, že povrch typického hliníkového odlitku se zahřívá při lití pod tlakem na 400-450 °C během přibližně 1 s a následuje ochlazení na 150-200 °C během přibližně 20 s. Zahřátí a ochlazení povrchu odlitku je vyobrazeno v Obr. 2. Samotná teplota povrchu formy je velmi obtížně určitelná.

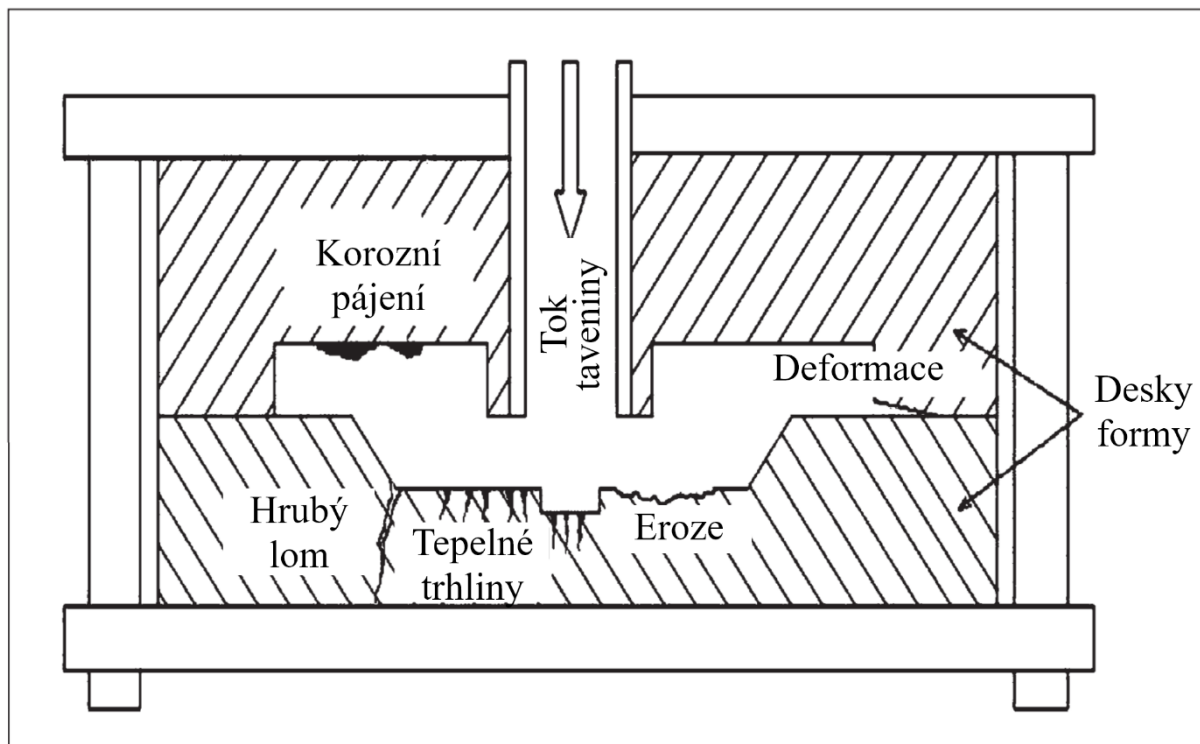


Obr. 2 Průběh teplot na povrchu odlitku v závislosti na čase [4].

2.2 Životnost forem a problémy

Životnost forem pro vysokotlaké lití hliníku nelze přesně předpovědět, jelikož životnost formy je ovlivněna konstrukcí dílů, typem nástrojové oceli použité na výrobu formy, tepelným zpracováním, konfigurací formy, očekáváním kvality dílu a dokonce i typem použité slitiny [10]. Zejména důležitý vzhledem k životnosti formy je vznik a růst trhlin způsobených tepelnými rozdíly při lití, proto musí být formy pro tlakové lití hliníku odolné k těmto teplotním skokům [11, 12]. I přes obtížnost odhadnutí odolnosti formy na degradaci způsobenou provozem někteří výrobci garantují životnost forem zhruba okolo 100 000 – 300 000 vstřiků [1, 8, 24]. Existuje několik způsobů, jak zvýšit životnost formy, jako třeba správné zvolení tepelného zpracování či určité povlaky [8, 9, 10].

Formy jsou vystaveny vysokému mechanickému, tepelnému a chemickému zatížení, které způsobuje povrchové vady formy, jako jsou například únavové trhliny, eroze toku taveniny, koroze, připájení hliníku k povrchu formy, deformace kontaktních ploch formy a hrubé lomy [13]. Tyto defekty jsou vyobrazeny na Obr. 3.



Obr. 3 Problémy postihující lici formy [13].

2.2.1 Pájení hliníku k povrchu formy

Pájení hliníku k povrchu formy je jedním z hlavních přetrvávajících problémů, se kterými se lze setkat při lití hliníku. Při tomto jevu dochází ke kontaktu roztaveného hliníku či hliníkové slitiny s povrchem formy či jejími komponenty, přičemž se ocel formy zahřeje nad kritickou teplotu pájení. To má za následek rozpuštění železa v tavenině a zároveň dochází k difuzi roztaveného kovu do povrchu matrice, čímž se na rozhraní vytvoří vrstva intermetalických kovů [8, 9].

Model tohoto jevu také popisuje studie Lin a spol. [14], kdy je pájení hliníku k povrchu formy chápáno jako jev probíhající ve třech fázích. V první fázi hliník reaguje se železem, přičemž se na povrchu formy vytvářejí intermetalické fáze. Dochází k postupnému navyšování koncentrace hliníku v blízkosti povrchu, ale jelikož jsou v této fázi teploty tání vytvořených

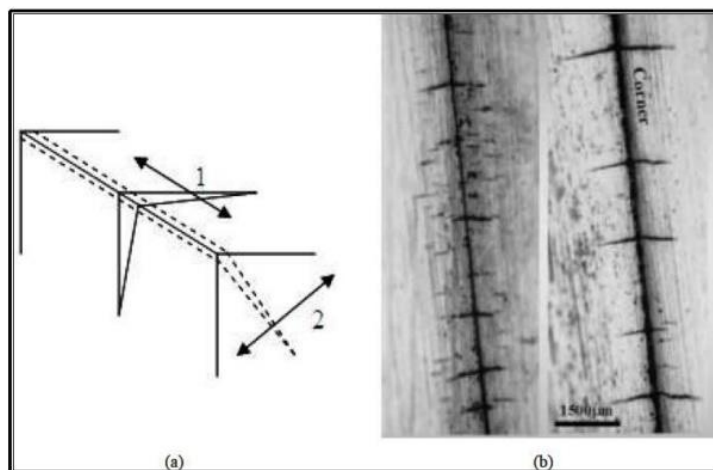
intermetalik mnohem vyšší než teplota roztaveného hliníku, není pravděpodobné, že dojde k připájení k formě. Při druhé fázi se koncentrace hliníku na povrchu formy dále zvyšuje až do bodu, kdy je teplota solidu vytvořené slitiny nižší než teplota na povrchu formy. V tomto bodě se zde objevuje určitý podíl kapaliny. Ve finální fázi se podíl kapaliny zvyšuje díky tomu, že do formy difunduje více hliníku. K připájení k povrchu formy pak dochází, když je podíl kapaliny na povrchu formy dostatečně velký, aby po ztuhnutí vytvořil pevný spoj.

Pro minimalizování vzniku pájení na formě je nutné vzít v potaz použitý materiál formy, geometrické faktory v konstrukci, tepelné zpracování a povrchové úpravy. Pokud je již pájení na formě vytvořeno a forma tím nesplňuje kvalitu povrchu či rozměry odlitku je možné formu podrobit údržbě a obrábět [54].

2.2.2 Praskliny

Formy používané pro tlakové lití obvykle selhávají v důsledku rázového zatížení a iniciace únavových trhlin v místech koncentrace napětí [14]. Teplotní gradient mezi povrchem a jádrem formy způsobuje tepelné namáhání, které může přesáhnout mez kluzu. Toto nadále vede k akumulaci lokální plastické deformace na povrchu matrice a následně k povrchovým trhlinám [13]. K defektu může dojít ale i pokud je mechanické napětí působící na matici menší než mez kluzu. Trhlina pak vzniká působením zbytkového, tepelného a mechanického napětí [15].

Ve studiích [15,16] došlo k analyzování tepelné únavové trhliny u zápustek během procesu tlakového lití. Při procesu byly identifikovány trhliny a jejich velikost a umístění bylo změřeno. Tepelné a mechanické zatížení vytváří vysoká lokální napětí, která způsobují vznik trhlin na povrchu. K pozorování prvních trhlin došlo už po 2000 cyklech a následně se s dalšími cykly rozšiřují. Toto šíření je znázorněno na Obr. 4.



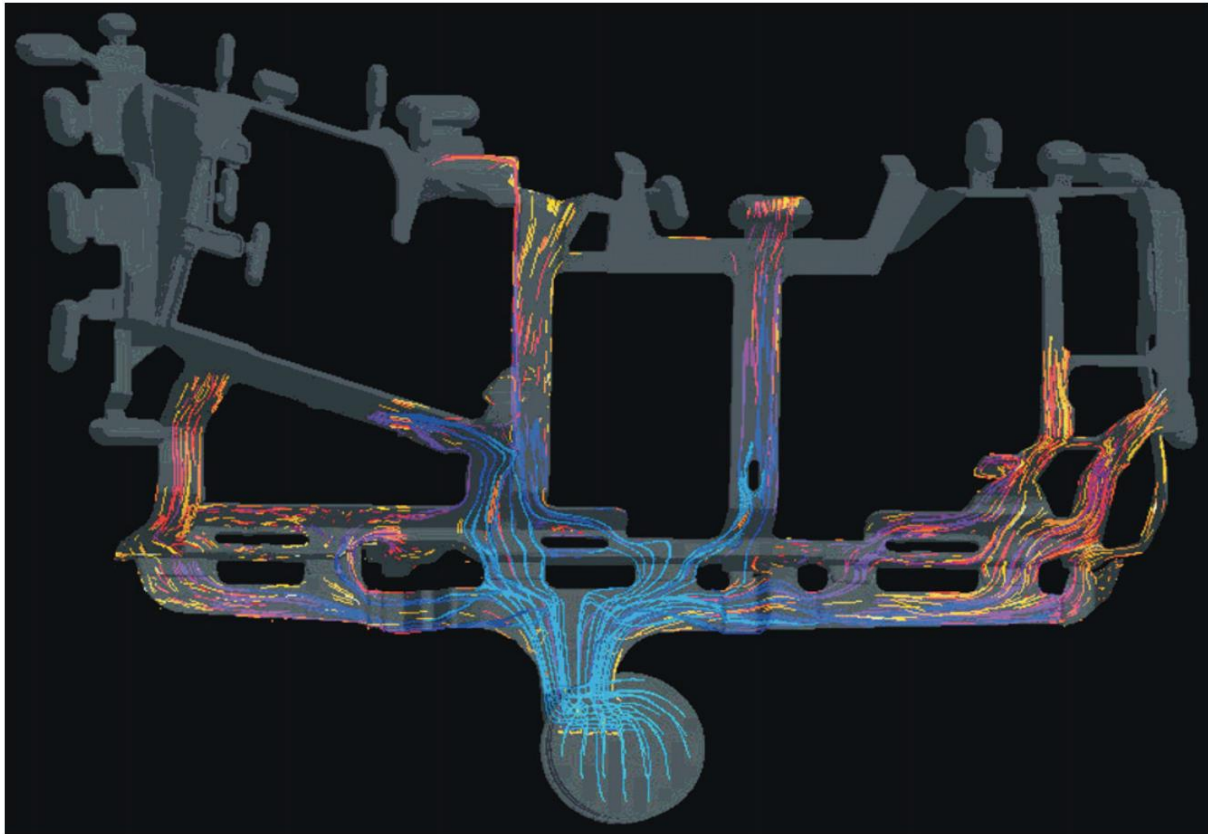
Obr. 4 Průběh prasklin na lici formě u konvenční oceli H13, úsečky 1 a 2 ukazují směr vzniku a šíření trhlin [15].

2.2.3 Simulace vysokotlakého lití hliníku

Užití simulačních programů výrazně snižuje náklady a čas potřebný na návrh liciho systému. Simulací lze dosáhnout optimálního odlévacího systému, jenž umožňuje odlití kvalitních odlitků, a to s použitím menšího počtu experimentů. Navíc ještě je tato cesta šetrnější k životnímu prostředí a díky simulaci je možné hospodárněji využít materiál, jelikož je zapotřebí méně zkušebních odlitků [17].

Samotná simulace procesu plnění a tuhnutí začíná s geometrickým modelem celé slévárenské technologie. Na začátku tedy dochází k načtení stereolitografických (STL) modelů

jednotlivých částí technologie z externího CAD systému, popřípadě jejich vytvoření. Následuje generování výpočetní sítě a zadání vstupních parametrů simulace. Parametry jsou zadány tak, aby co nejvíce odpovídali realitě. Při simulaci vysokotlakého lití je brána v potaz především fáze plnění, ve které jsou viděny trasovací čáry (Obr. 5) průběhu plnění odlitku. Správně provedená výpočetní simulace může pomoci odhalit celou řadu kritérií, které mohou odhalit případné problémy použité výrobní technologie [18].

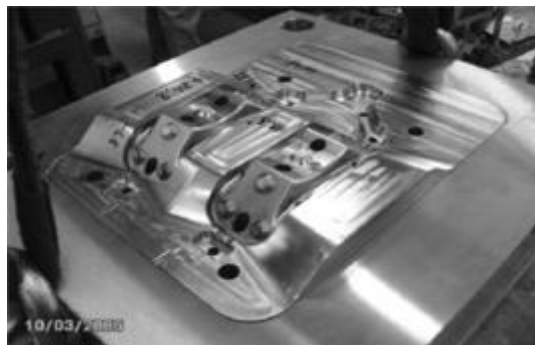


Obr. 5 Simulace na základě proudění tekutin ve formě při vysokotlakém lití [18].

Běžně jsou dnes ve slévárnách používané simulace založené na modelu tepelné vodivosti. Na druhou stranu je vysokotlaké lití hliníku natolik komplikovaný proces, kde proudění při plnění formy hraje rozhodující roli, že je zde nutné použít simulaci na základě proudění tekutin, která je ale jinak v praxi méně používanou simulací. Vzhledem k vysoké rychlosti vstříkovaného kapalného kovu mohou například účinky setrvačnosti způsobovat rozstříkávání, tryskání či nežádoucí plnění formy [17].

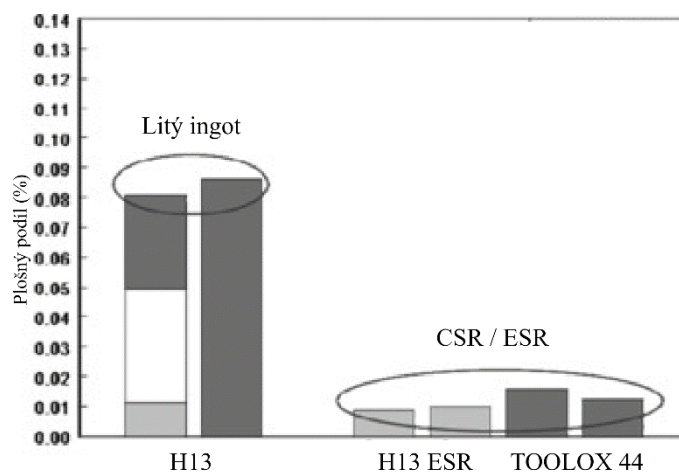
2.3 Nástrojové oceli pro licí formy

Od materiálu pro licí formy se vyžaduje vysoká pevnost, tvrdost a tepelná stabilita. Zejména pak vysoká tepelná pevnost, odolnost proti opotřebení a odolnost vůči tepelné únavě. Pracovní podmínky forem pro tlakové lití jsou velmi náročné. Formy (Obr. 6) musí vydržet vysoký tlak (dle litého materiálu až 500 MPa). Pracují v režimu vysokých teplot 300-1000 °C a působením eroze tekutého kovu se kov snadno přichytí na povrch dutiny formy a někdy dokonce proniká do povrchu formy, kde způsobuje její korozi [11, 19]. Tato práce se bude konkrétně věnovat materiálům H11, H13, DIEVAR a TOOLOX 44. Tyto materiály byly vybrány vzhledem k tomu, že se jedná buď o nejpoužívanější materiály pro tento druh použití (ocel H11, H13), anebo zajímavé inovativní materiály.



Obr. 6 Hliníková tlaková lící forma [20].

Výroba konvenční oceli probíhá pomocí elektrické vzduchové pece (EAF) následované litím do ingotů. Vzhledem k požadavkům na vysokou čistotu oceli a také nízkou úroveň segregace se ingoty dále podrobují přetavování elektrostruskou (ESR). Jelikož oceli jako DIEVAR nebo TOOLOX mají extrémní požadavky na jejich čistotu, vyrábí se v plně integrovaném ocelářském provozu. Ocel je podrobena řízené redukci měkkých kovů (CSR), při které tuhne [20]. Oceli vyrobené pomocí metody ESR i CSR mají velmi nízký podíl struskových vměstků a rozdíl mezi litím do ingotů a oceli vyrobené pomocí těchto dvou metod je ukázán na Obr. 7.



Obr. 7 Podíl vměstků vzhledem k výrobní technologii [20].

2.3.1 Oceli H11 a H13

Ocel AISI H11 a AISI H13 (dále jen H11 a H13) jsou nástrojové oceli s možností použití za tepla i za studena. Tyto oceli disponují relativně nízkým obsahem uhlíku a vysokým obsahem chromu, a proto se řadí do kategorie chromových žáruvzdorných ocelí (kategorie H10-H19) [22, 23]. Typické chemické složení těchto ocelí je uvedeno v Tab. 1.

Tab. 1 Typické chemické složení nástrojových ocelí pro výrobu forem.

Ocel	C [%]	Mn [%]	Si [%]	Cr [%]	Mo [%]	V [%]	P [%]	S [%]
H11 [20]	0,39	0,40	1,05	5,15	1,25	0,38	max. 0,030	max. 0,030
H13 [20]	0,40	0,40	1,05	5,15	1,35	1,00	max. 0,030	max. 0,030
DIEVAR [21]	0,35	0,50	0,20	5,00	0,50	0,60	-	-
Toolox44 [20]	0,32	0,80	1,10	1,35	0,80	0,14	max. 0,010	max. 0,003

Co se týče mechanických vlastností, ocel H11 dosahuje tvrdosti až 50 HRC, meze kluzu 1400 MPa a meze pevnosti 2100 MPa [23]. Ocel H13 dosahuje tvrdosti až 56 HRC, meze kluzu 1765 MPa a meze pevnosti 2100 MPa [28]. Díky těmto mechanickým vlastnostem je tedy lze použít v prostředí, kde budou vystaveny vysokým namáháním, jako je například použití pro nástroje pro tlakové lití hliníku, hořčíku a jejich slitin a protlačování za tepla [24]. V praxi je ocel H13 nejpoužívanější ocelí na výrobu nástrojů pro vysokotlaké lití i přes to, že se nejedná o nejideálnější ocel pro toto použití, ale oproti různým alternativním materiálům se jedná o nejlevnější řešení [26]. Pro lepší výkonnost nástroje se většinou zlepšují vlastnosti materiálu pomocí tepelného zpracování a běžným režimem pro tyto dvě oceli je kalení s následnými několika popouštěními. Dvě nejdůležitější vlastnosti těchto ocelí jsou houževnatost a tvrdost. Houževnatost by měla dosahovat vyšších hodnot z důvodu toho, aby došlo k zabránění okamžitého lámání nástroje nebo jeho hran a též tvrdost musí být dostatečně vysoká, aby bránila lokální plastické deformaci a geometrie nástroje zůstala nezměněna [25]. Dobré kombinace houževnatosti a tvrdosti lze dosáhnout pomocí správně zvoleného tepelného zpracování [23].

Velkým rozdílem mezi ocelí H13 a alternativními materiály používanými pro nástroje pro tlakové lití hliníku, jako například ocel DIEVAR či TOOLOX 44, je jakým způsobem tato ocel praská po určitém počtu tepelných cyklů. V oceli H13 se nachází výrazně méně prasklin, ale praskliny jsou hlubší [11, 26]. Tento fakt může podstatně snížit životnost formy, ale oproti alternativním materiálům dochází k menšímu poškození způsobenému vyplavením. Možným vysvětlením pro tento fenomén by bylo to, že jemné povrchové praskliny narušují tok roztaveného kovu více než méně hlubších trhlin [26].

2.3.2 Ocel DIEVAR

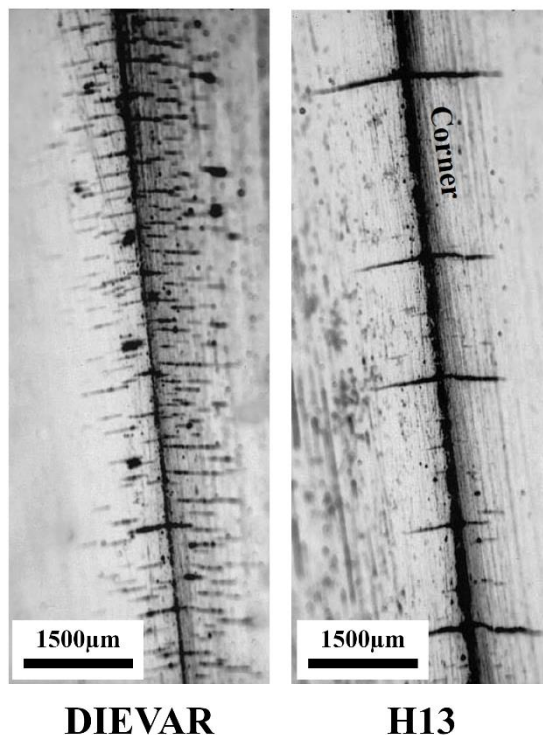
DIEVAR je speciálně vyvinutá jakost oceli pro náročné aplikace vysokotlakého lití. Kvalita této oceli pochází z užití nových výrobních postupů a disponuje velmi dobrou houževnatostí a tažností, které mají za následek zajištění maximální životnosti a minimalizaci rizika hrubého praskání. Jedná se o nástrojovou ocel legovanou chromem, molybdenem a vanadem [11, 22, 27]. Typické složení této oceli je uvedeno v Tab. 1.

DIEVAR má následující vlastnosti [11]:

- Vysoká houževnatost a tažnost ve všech směrech
- Dobrá odolnost proti popouštění
- Dobrá pevnost při vysokých teplotách
- Vysoká tvrdost
- Dobrá rozměrová stálost během zahřívání

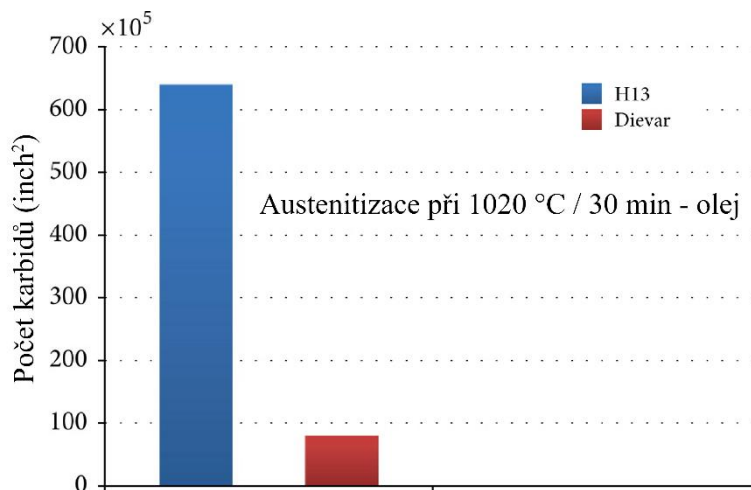
Při pozorování výskytu trhlin po určitém počtu cyklů byl u oceli DIEVAR pozorován odlišný průběh od oceli H13. Ocel DIEVAR má velmi omezený výskyt rohových trhlin

a vykazuje především jemné trhliny, které jsou velmi mělké. Oproti tomu ocel H13 vykazuje převážně rohové trhliny [26]. Trhliny obou těchto ocelí při 15000 cyklech jsou vidět na Obr. 8.



Obr. 8 Praskání DIEVAR vs H13 – povrchové vs rohové trhliny [26].

Dalším podstatným rozdílem mezi ocelí H13 a ocelí DIEVAR je obsah karbidů. U oceli DIEVAR se vyskytuje méně primárních karbidů. Zvýšený objem primárních karbidů v oceli má za následek vznik více trhlin a jejich růst. Oceli s nižším obsahem tedy lépe odolávají tepelně únavovým trhlinám [11]. Na Obr. 9 je uveden počet karbidů v oceli H13 a oceli DIEVAR ve stavu kaleném do oleje s teplotou austenitizace 1020 °C po dobu 30 min.

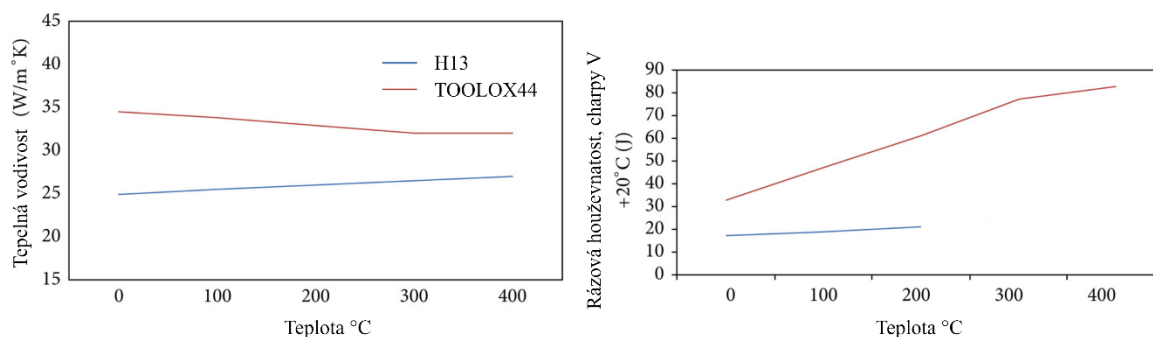


Obr. 9 Podíl karbidů v ocelích H13 a DIEVAR [26].

2.3.3 Ocel TOOLOX 44

Ocel TOOLOX 44 je předtvrzená ocel určená pro použití na nástroje pro tlakové lití. Různé materiály vyžadují různé systémy tepelného zpracování pro dosažení optimálních vlastností, ale u oceli TOOLOX 44 problematiku řeší výrobce, který dodává tuto ocel zakalenou a popouštěnou. TOOLOX 44 je dodáván s tvrdostí 45 HRC [11, 12, 27]. Oproti tradičním ocelím užívaných na nástroje pro tlakové lití, jako je například ocel H13, má ocel TOOLOX 44 vyšší rázovou houževnatost a tepelnou vodivost, a to jak při pokojové teplotě, tak při zvýšených teplotách [12]. Porovnání rázové houževnatosti a tepelné vodivosti ve srovnání s ocelí H13 je uvedeno na Obr. 10.

Odpadnutí potřeby tepelného zpracování při výrobě formy značně zkracuje dobu výroby formy. I když obrábění předtvrzené oceli trvá déle než obrábění měkké žíhané oceli, je potřeba porovnat celkový výrobní čas a náklady použité na celkovou výrobu. Díky moderním obráběcím metodám, které umožňují obrábění tvrdé oceli, tedy dává smysl výroba forem z předtvrzené oceli jako je TOOLOX 44, jelikož tak dojde k ušetření času a financí [11, 12].

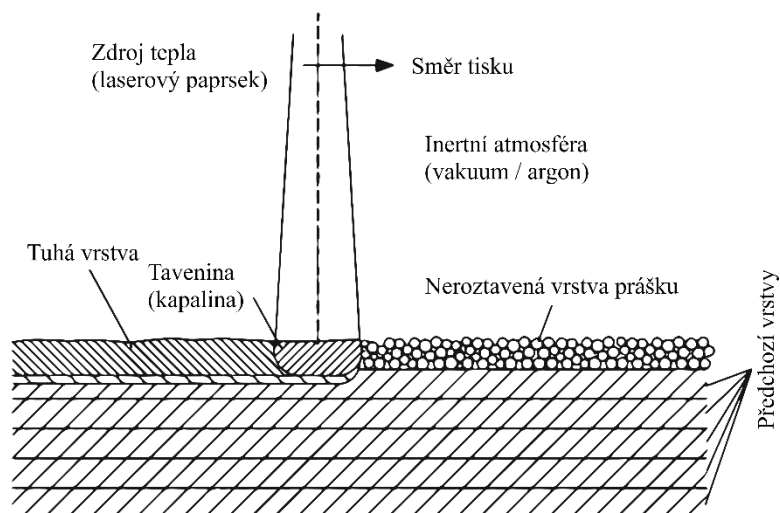


Obr. 10 Rázová houževnatost a tepelná vodivost ocelí TOOLOX 44 a H13 [12].

2.4 Aditivní výroba nástrojových ocelí pro lící formy

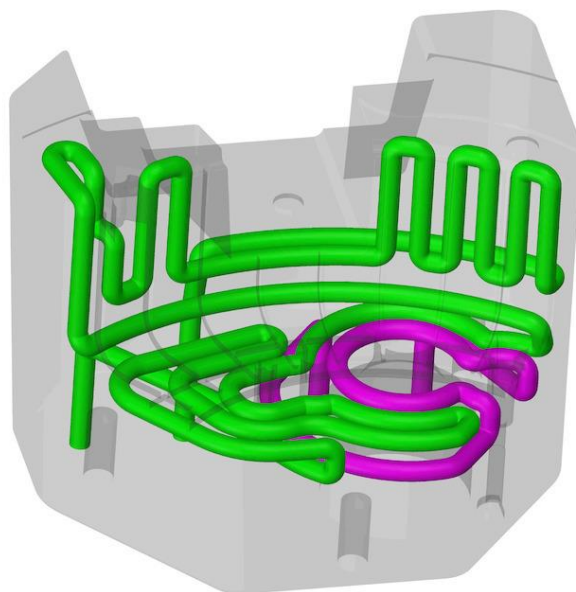
Aditivní výroba (AM) vytváří díly z trojrozměrných (3D) digitálních modelů obvykle pomocí nanášení jednotlivých vrstviček na sebe. Jelikož dostupnost vláknového laseru s výkonem větším než 400 W za poslední dobu výrazně vzrostla, došlo k podnícení rozvoje a uplatnění AM na kovy [29, 30]. Zejména pak AM žárupevných ocelí, jako je například ocel H13 či ocel DIEVAR, přitahuje stále větší pozornost [27, 29]. Metoda AM nabízí zkrácení doby přípravy výroby forem a zároveň disponuje dobrým metalurgickým spojením, které vzniká mezi vrstvami kovových materiálů, a proto je možné použít tuto technologii při výrobě forem na tlakové lití. Další výhodou, kterou tato technologie nabízí, je konformní chlazení. Možnost konformního chlazení je bezkonkurenční výhodou technologie AM pro výrobu forem [31].

Selektivní tavení laserem (SLM) je jednou z metod AM kovů využívající jako zdrojový materiál jemný kovový prášek. Samotný proces výrobního cyklu se skládá z nanášení vrstvy prášku v přednastavené tloušťce, selektivní tavení prášku laserem v aktuální vrstvě na základě vnesených CAD dat a posunutí desky o tloušťku vrstvy. Zmíněný výrobní proces je vyobrazen na Obr. 11. Tyto tři kroky se opakují až do doby, kdy je vytisknuta požadovaná geometrie [30, 32, 33].



Obr. 11 Proces technologie selektivního tavení laserem [33].

Mezi největší výhody SLM patří možnost tisku velmi složitých geometrií a tím pádem volnost v designu výrobku. Díky postupnému tisku je možné vytvořit různě tvarované vnitřní dutiny. Toto lze u tisku forem pro tlakové lití využít například u konformního chlazení (Obr. 12) [31]. Navíc je ještě možné tyto složité geometrie tisknout s téměř plnou hustotou [29].



Obr. 12 Příklad konformního chlazení formy [53].

Metoda SLM má velmi rychlé ochlazování, které může mít za následek velmi rafinovanou strukturu. Miyauchi a spol. [34] popisuje, že tímto rychlým ochlazováním lze získat ultrajemnou mikrostrukturu a preferované krystalografické orientace, které se u materiálu získaných konvenčním litím nevyskytují. Na druhé straně ale může toto rychlé ochlazování mít za následek velká zbytková napětí či deformace v důsledku strmých tepelných gradientů. Ve studii od Yan a spol. [29] bylo provedeno měření zbytkového napětí oceli H13 vyrobené pomocí technologie SLM. Tato studie analyzovala zbytkové napětí pomocí rentgenové difrakční analýzy (XRD) a našla poměrně vysoké zbytkové napětí v tlaku, které se pohybovalo v rozmezí 940-1420 MPa. Zbytkové napětí bylo nalezeno v téměř celém rozsahu objemu oceli H13. Předpokládá se, že hlavním faktorem přispívajícím ke zjištěnému vysokému zbytkovému napětí je martenzitická transformace, k níž dochází při procesu tisknutí oceli H13 pomocí technologie SLM.

2.5 Tepelné zpracování nástrojových ocelí pro výrobu forem

Metalurgické i mechanické vlastnosti nástrojových ocelí pro obrábění za tepla rozhodujícím způsobem závisí na použitém tepelném zpracování. Je vypracováno mnoho standardních postupů, které specifikují tepelné zpracování [23, 35, 36, 37]. Díky velmi dobré kalitelnosti může být většina nástrojových ocelí pro obrábění za tepla kalena na vzduchu, ovšem k výraznému zlepšení mechanických vlastností dochází při zvýšené rychlosti kalení. V poslední době došlo k výraznému pokroku ve vývoji systémů pro tepelné zpracování, které umožňují vysoké rychlosti kalení. Do těchto zařízení spadají poměrně jednoduché systémy kalení v solných lázních, moderních vakuových systémů s vysokotlakým dusíkem či héliem až po velmi sofistikované dvoukomorové vakuové systémy [35].

Důležitými vlastnostmi pro dlouhou životnost formy pro tlakové lití je mimo tvrdosti také houževnatost a odolnost proti popouštění [23]. Vyšší odolnost proti popouštění zabraňuje rychlému úbytku tvrdosti, což pak přispívá ke vzniku tepelně únavových trhlin na pracovním povrchu formy [35]. Houževnatost pak zabraňuje okamžitému vzniku trhlin na povrchu nástroje či jeho hranách.

V důsledku nevhodně zvoleného a provedeného procesu tepelného zpracování se míra selhání forem pro tlakové lití může dostat až na 70 % [37]. Aby došlo k zabránění předčasnému selhání materiálu a zvýšení životnosti formy je nutné zvolit přiměřený systém tepelného zpracování. Tyto tepelné či povrchové úpravy nástrojových ocelí pro obrábění za tepla se volí tak, aby byly optimální pro provozní podmínky, kterým budou vystaveny [35].

2.5.1 Tepelné zpracování konvenčně vyrobených nástrojových ocelí pro výrobu forem

2.5.1.1 Tepelné zpracování konvenční oceli H11

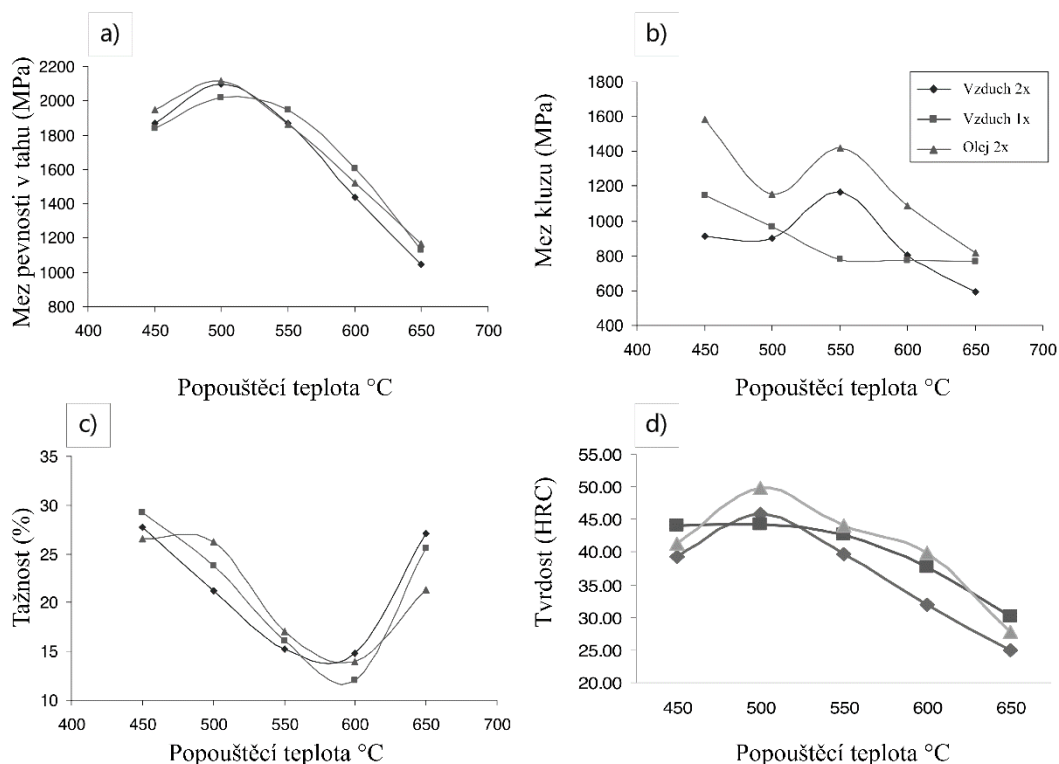
Studie autorů S.Z.Qamar a kol. [23] pozorovala účinky různého tepelného zpracování na ocel H11, které vesměs odpovídá konvenčně používanému režimu pro tento typ nástrojové oceli. Tepelné zpracování použité pro vzorky zkoumané v této práci bylo v souladu se standardním procesem používaným pro tento typ oceli. Tato práce sleduje celkem tři sady vzorků a to (a) kalené na vzduchu a jednou popouštěné, (b) kalené na vzduchu a dvakrát popouštěné, a (c) kalené v oleji a dvakrát popouštěné.

Celý systém tepelného zpracování použitý pro vzorky v této práci se skládal z následujících operací [23]:

- Žíhání při teplotě 850 °C po dobu 2 h s postupným zahříváním na tuto teplotu. Následné pomalé ochlazení v peci.
- Austenitizace po dobu 30 min při teplotě 1010 °C.
- Kalení na vzduchu pro vzorky v sadě (a) a (b). Pro vzorky sady (c) kalení v olejové lázni.
- Vzorky byly popouštěné při různé variantě teplot od 450 °C–650 °C s dobou výdrže 2 h na teplotě.

Co se týče změny mechanických vlastností pro různé druhy užitého tepelného zpracování, křivky dosažených hodnot tvrdosti (Obr. 13d) nevykazovaly přílišné rozdíly vzhledem k použitému tepelnému zpracování. Mez kluzu (Obr. 13b) nejprve klesá při zvýšení teploty popouštění z 450 °C na 500 °C. Poté dojde ke zvýšení meze kluzu kolem teploty 550 °C s následným snížením těchto hodnot s rostoucí teplotou popouštění. Pro mez pevnosti (Obr. 13a) lze pozorovat velmi podobný průběh hodnot jako při kolísání hodnot tvrdosti. To potvrzuje, že existuje téměř přímá úměra mezi tvrdostí a pevností, stejně jako u většiny

ostatních typů ocelí. Graf, na kterém je vyobrazena tažnost (Obr. 13c), vykazuje typický klesající a rostoucí trend tažnosti, který se vyskytuje u nástrojových ocelí této třídy. Vyhodnocením všech výsledků se pak ukázalo, že jako optimální strategií tepelného zpracování se jeví kalení v oleji s následným dvojitým popouštěním při teplotě 500 °C [23].

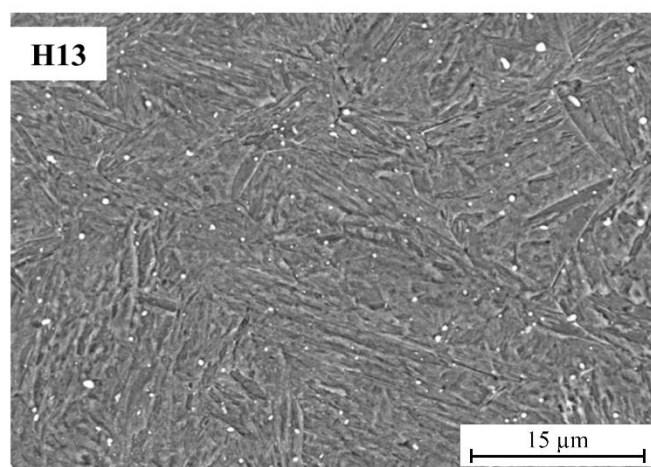
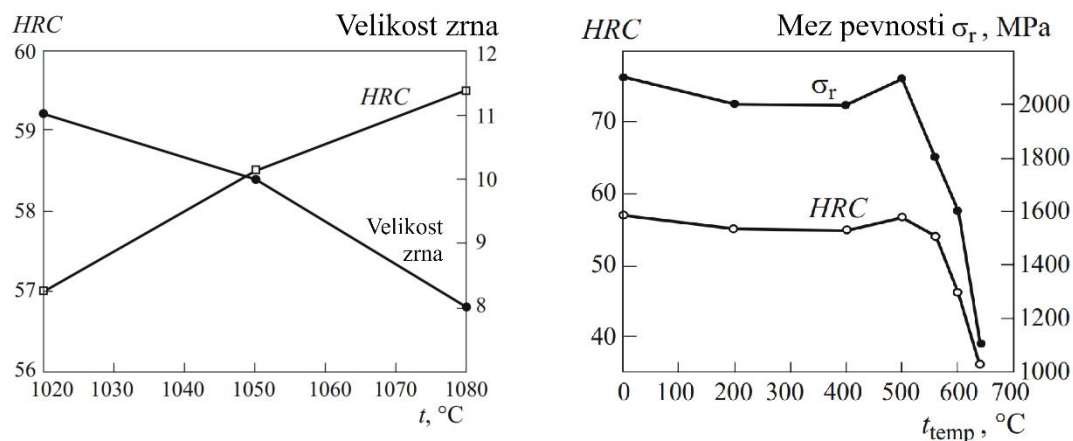


Obr. 13 Mechanické vlastnosti oceli H11 v závislosti na popouštěcí teplotě. a) mez pevnosti v tahu b) mez kluzu v tahu c) tažnost d) tvrdost HRC [23].

2.5.1.2 Tepelné zpracování konvenční oceli H13

Efekty tepelného zpracování na nástrojovou ocel H13 analyzovala studie Guanghua a kol. [37]. Vzorky byly kaleny do oleje při různých teplotách austenitizace (1020 °C, 1050 °C a 1080 °C) a následně byly dvakrát popouštěny při variaci teplot (od 100 °C do 640 °C). Jako první byl pozorován vliv teploty na velikost zrna a tvrdost vzhledem k teplotě austenitizace. Z Obr. 14 je zřejmé, že s teplotou austenitizace roste velikost zrn a zároveň klesá tvrdost dosažená po této operaci. Na Obr. 14 je uveden snímek mikrostruktury nástrojové oceli H13 kalené do oleje z teploty austenitizace 1020 °C. Je zde dobře pozorovatelná martenzitická struktura s jasně znatelnými karbidy [26].

Dále byl ve studii Guanghua a kol. [37] pozorován vliv teploty popouštění na mechanické vlastnosti oceli H13 (Obr. 14). Na křivce je dobře pozorovatelný vrchol tvrdosti a pevnosti v tahu při teplotě popouštění 500 °C. Z výzkumu vyplynulo, že hlavní příčinou sekundárního zpevnění je precipitace karbidu. Jakmile teplota popouštění stoupne na 600 °C dochází k přestárnutí oceli díky rekrystalizaci martenzitické matrice a díky tomu klesá pevnost a tvrdost, ale zvyšuje se tažnost a houževnatost. K dosažení vhodných vlastností pro použití tohoto materiálu na nástroje pro tlakové lití se tedy jeví optimální teplota popouštění kolem 550 °C [37].

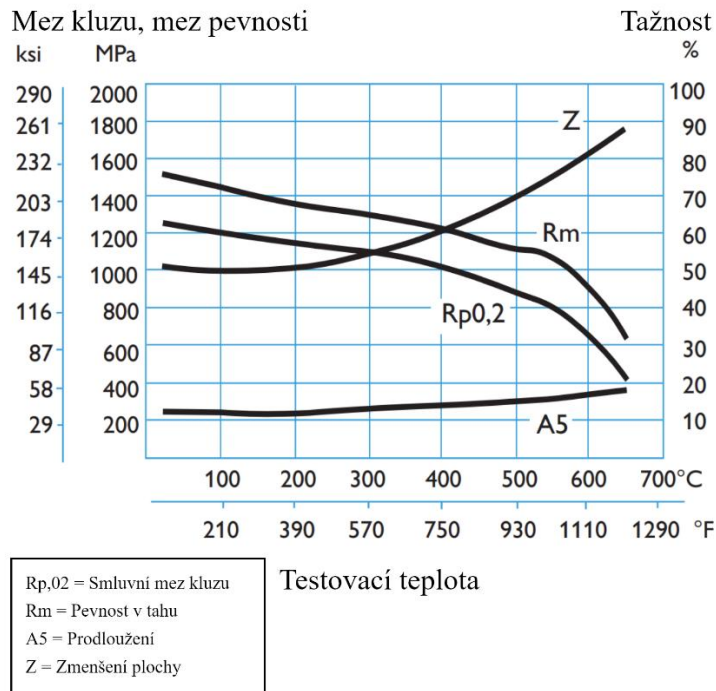


Obr. 14 Velikost zrna a tvrdost oceli H13 v závislosti na kalící teplotě, mechanické vlastnosti v závislosti na teplotě popouštění [37] a mikrostruktura zakalené oceli H13 [26].

Práce Wang a kol. [39] pozorovala tvorbu karbidů v průběhu tepelného zpracování u nástrojové oceli H13. Vzorky v této práci byli podrobena tepelnému zpracování v podobě kalení v oleji s teplotou austenitizace 1050 °C a dobou výdrže 100 minut na této teplotě s následným popouštěním při teplotě 590 °C a výdrží 4 h na této teplotě. Ještě před kalením a popouštěním byla ocel žíhána při teplotě 860 °C a poté pozvolna ochlazována. Karbidy, které tato práce odhalila v oceli H13 v žíhaném stavu, jsou MC, M₂₃C₆ a M₇C₃. Při kalení dochází k segregaci legujících prvků a tím k precipitaci karbidů M₇C₃ a M₆C v oblasti segregace. Dále v případě procesu popouštění s delší výdrží na teplotě dochází k snadné precipitaci karbidu M₂₃C₆.

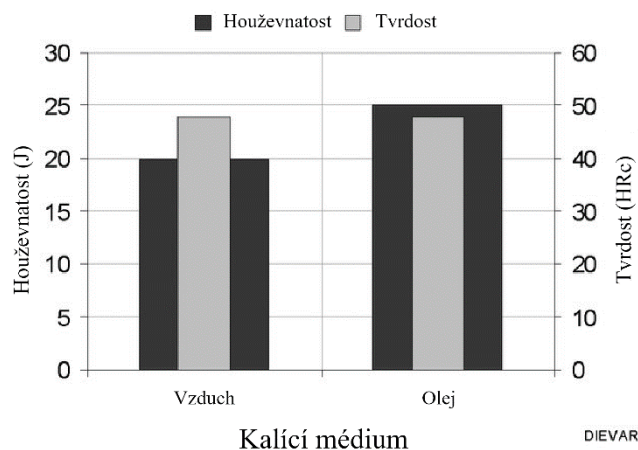
2.5.1.3 Tepelné zpracování konvenční oceli DIEVAR

Standardní postup tepelného zpracování doporučený výrobcem oceli je kalení do oleje z teploty austenitizace 1025 °C s následným dvojitým popouštěním při teplotě 615 °C a výdrží 2 h na této teplotě. Tímto tepelným zpracováním se získá funkční tvrdost 44-46 HRC. Vliv různých teplot popouštění na mechanické vlastnosti je vyobrazen na Obr. 15 [21].



Obr. 15 Mechanické vlastnosti oceli DIEVAR [21].

Studie autorů Taljat a kol. [35] analyzovala rozdíl mezi mechanickými vlastnostmi ocelí DIEVAR kalenou na vzduchu a do oleje. Byly zkoumány dva vzorky popouštěné na stejnou tvrdost 48 HRC. Houževnatost vzorku kaleného do oleje byla vyšší o cca 25 %. Stejný výsledek se očekává pro odolnost proti popouštění. Rozdíl mezi pevností a tvrdostí je vyobrazen na Obr. 16.



Obr. 16 Porovnání vlastností oceli DIEVAR kalené na vzduchu a do oleje [35].

2.5.2 Tepelné zpracování 3D tištěných nástrojových ocelí pro výrobu forem

Kovové komponenty, jež jsou 3D tištěné pomocí různých technologií jako například SLM, jsou téměř vždy tepelně zpracovávány. Tepelným zpracováním u tištěných komponent dochází například k odstranění vnitřního pnutí, které vzniká v materiálu při tisku. Dále se také tepelné zpracování využívá k modifikaci mikrostruktury materiálu, čímž se následně modifikují specifické vlastnosti materiálu jako je tvrdost, pevnost, houževnatost či odolnost proti

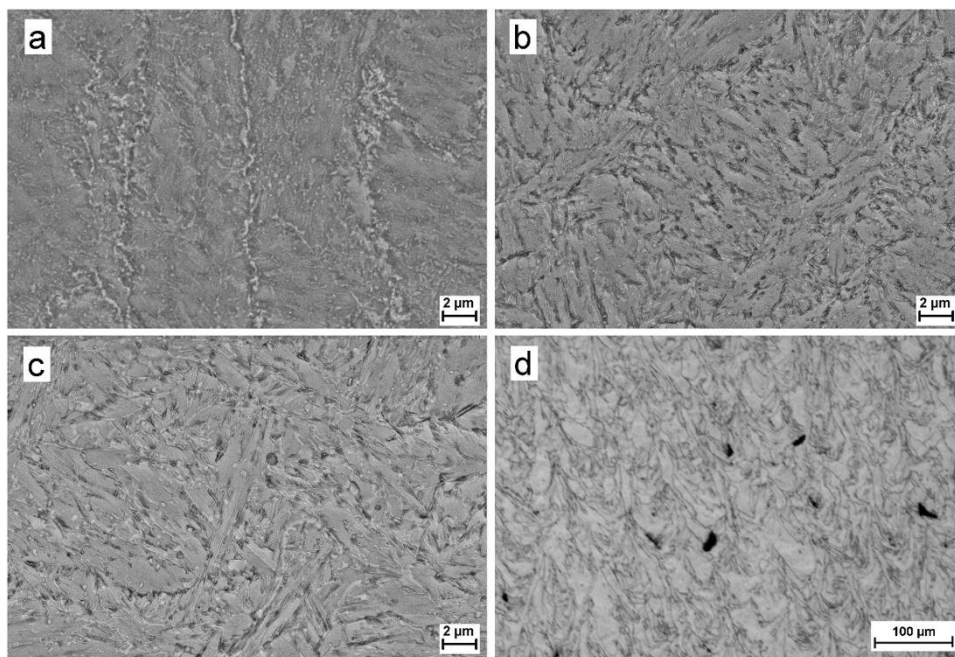
opotřebení [40]. Pro dosažení požadovaných mechanických vlastností je potřeba proces tepelného zpracování přesně řídit a optimalizovat.

2.5.2.1 Tepelné zpracování aditivně vyrobené oceli H13

Cílem tepelného zpracování je optimalizovat vlastnosti oceli H13 a postup se může lišit v závislosti na procesu výroby. Rozdíl mezi vlivem tepelného zpracování na ocel H13 konvenčně vyrobenou a 3D tištěnou spočívá v tom, že 3D tištěná ocel H13 vykazuje rozdílné vlastnosti a má odlišnou mikrostrukturu oproti oceli zpracované konvenčními způsoby. V některých studiích [41, 42] je režim tepelného zpracování 3D tištěné oceli zvolen s ohledem na způsob, kterým je tepelně zpracovávána ocel konvenční. Při takto volených režimech dosahují oceli podobných mechanických vlastností. Zajímavou inovací v tepelném zpracování 3D tištěných ocelí je ovšem použití pouze jednokrokového tepelného zpracování, a to popouštěním oceli ve výchozím stavu po tisku. Nicméně studie zkoumající tepelné zpracování tištěných H13 ocelí [43, 44] nejsou tak časté oproti studiím zabývajících se tepelným zpracováním konvenční H13 oceli.

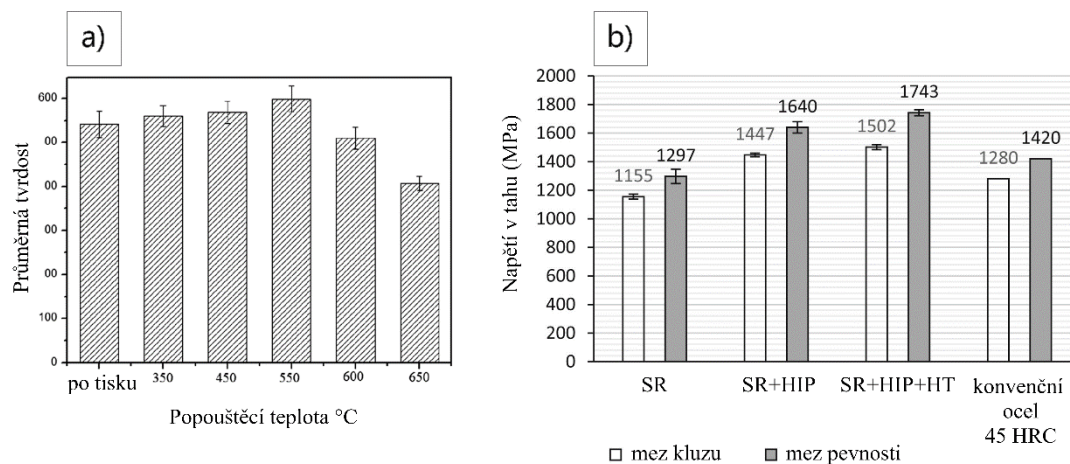
Studie autorů Åsberg a kol. [41] porovnává 3D tištěnou ocel, která byla podrobena třem různým druhům tepelného zpracování. Jako první v této studii byla ocel tepelně zpracována kvůli snížení vnitřního pnutí při teplotě 650 °C s dobou expozice 6 h. Druhým režimem bylo konvenčně užívané tepelné zpracování, a to kalení při teplotě 1020 °C s dobou výdrže 70 min a kalícím médiem dusíkem s následným dvojitým popouštěním při teplotě 585 °C s dobou expozice 2,5 h. Poslední série vzorků v této studii byla podrobena kromě tepelného zpracování kalením a popouštěním při stejných teplotách a podmínkách jako v posledním zmíněném režimu (kalení při teplotě 1020 °C s dobou výdrže 70 min, kalící médium dusík s následným dvojitým popouštěním při teplotě 585 °C a výdrží 2,5 h na teplotě) také izostatickému lisování za tepla (HIP) a to při teplotě 1130 °C za tlaku 100 MPa.

Tato studie [41] došla k závěru, že ocel H13 zpracovaná 650 °C s dobou expozice 6 h vykazuje mikrostrukturu, ve které je možné pozorovat směsi karbidů a feritu s jasně viditelnými hranicemi předchozích austenitických zrn (Obr. 17a). Pro tento režim tepelného zpracování byly naměřeny poměrně nízké mechanické vlastnosti (výsledky z tahové zkoušky pro tuto studii jsou vyobrazeny na snímku Obr. 18 b) v důsledku velké poréznosti tohoto vzorku (Obr. 17d). Druhým zmíněným režimem, tj. kalením při teplotě 1020 °C a popouštěním při teplotě 585 °C, došlo k zvýšení pevnosti a tvrdosti. Mikrostruktura Obr. 17b je srovnatelná s mikrostrukturou, kterou vykazuje konvenční materiál a skládá se z popouštěného martenzitu a karbidů. Při použití technologie HIP materiál dosahuje nejvyšších hodnot mechanických vlastností, a to hlavně z důvodu snížení pórovitosti. Mikrostruktura po tomto tepelném zpracování (Obr. 17c) se opět skládala z popouštěného martenzitu a karbidů.



Obr. 17 Mikrostruktura 3D tištěné oceli H13 tepelně zpracovaná a) a d) na uvolnění vnitřního pnutí (650 °C s výdrží 6 h), b) kalení (dusíkem s teplotou austenitizace 1020 °C, výdrž 70 min na teplotě) a popouštění (dvakrát popouštěno při 585 °C s výdrží 2,5 h na teplotě), c) kalení, popouštění (viz b) a izostatické lisování (1130°C, 100 MPa) za tepla [41].

Chen a kol [43] popisuje vzorky H13 ocelí aditivně vyráběných laserem (LAM). Vzorky v této studii byly po vytištění podrobeny tepelnému zpracování při variaci teplot od 350-650 °C s dobou výdrže 2 h na teplotě. Tato studie popisuje vzorek po vytištění s mikrostrukturou s obsahem laťkového martenzitu s jemnými karbidy a zadrženo austenitu. Následným tepelným zpracováním dochází k fázové přeměně martenzitu na popouštěný martenzit, kdy zároveň nastává další precipitace karbidů. Hodnoty tvrdosti vykazují růst až do teploty 550 °C, kdy dochází vzhledem k vysrážení ultrajemných slitinových karbidů k jevu sekundárního vytvrzení. Po dosažení maximální hodnoty tvrdosti na této teplotě pak následně hodnoty klesají. Naměřené hodnoty tvrdosti pro vzorky obsažené v této studii jsou vyobrazeny na Obr. 18 a dále je možné porovnat zmíněné hodnoty tvrdosti s mechanickými vlastnostmi pro stejný druh oceli, které jsou také uvedené na stejném obrázku.



Obr. 18 a) Hodnoty průběhu tvrdosti pro 3D tištěnou ocel H13 vzhledem k průběhu teplot popouštění [41]
b) výsledky tahové zkoušky u 3D tištěné oceli H13 (SR – tepelné zpracování na uvolnění pnutí, HT – zušlechťeno) [42].

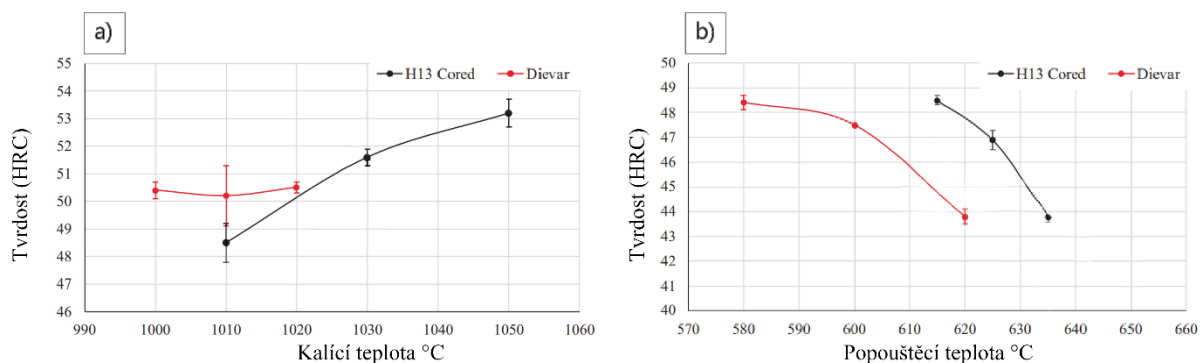
Tepelné zpracování se v každém případě používá ke zlepšení mechanických vlastností oceli H13. Jak již bylo zmíněno, při výrobě 3D tištění oceli H13 dochází ke vzniku vysokých teplotních gradientů v materiálu, a tím zapříčiněných vnitřních napětí a deformací. Tato skutečnost má vliv na vlastnosti materiálu a většinou je nutné provést některý z režimů tepelného zpracování, aby se dosáhlo požadovaných vlastností [44].

2.5.2.2 Tepelné zpracování aditivně vyrobené oceli DIEVAR

Obecně [21, 35] se konvenčně zpracovaná ocel DIEVAR tepelně zpracovává kalením následovaná několika cykly popouštění, což vede k vytvoření tvrdé a odolné mikrostruktury. Pokud je materiál, který je vytištěný pomocí aditivní technologie, vystaven konvenčně využívanému režimu tepelného zpracování, tj. kalením a popouštěním, jsou teploty použité pro konvenčně vyrobený materiál velmi podobné rozsahu teplot použitým pro 3D tištěný materiál [44, 45]. Chemické složení oceli DIEVAR bylo navrženo na základě složení oceli H13 [46]. Rozdíl oproti oceli H13 je ve snížení obsahu Si a zvýšení obsahu Mo (viz. Tab. 1). Vyšší obsah Mo má za následek větší prokalitelnost a odolnost proti popouštění, zatímco nižší obsah Si může zlepšit tažnost a houževnatost oceli díky přítomnosti jemnějších karbidů [47]. Právě obsah karbidů je v této oceli připravené aditivní technologií předmětem zkoumání několika studií, jako například Xie a kol. [45]

V práci autorů Shirai a kol. [44] byly zkoumány vzorky vyrobené pomocí aditivní výroby WAAM (Wire and Arc Additive Manufacture) z materiálu H13 a DIEVAR, které byly po vytištění podrobeny tepelnému zpracování, jež je srovnatelné s tepelným zpracováním použitým pro konvenční materiály.

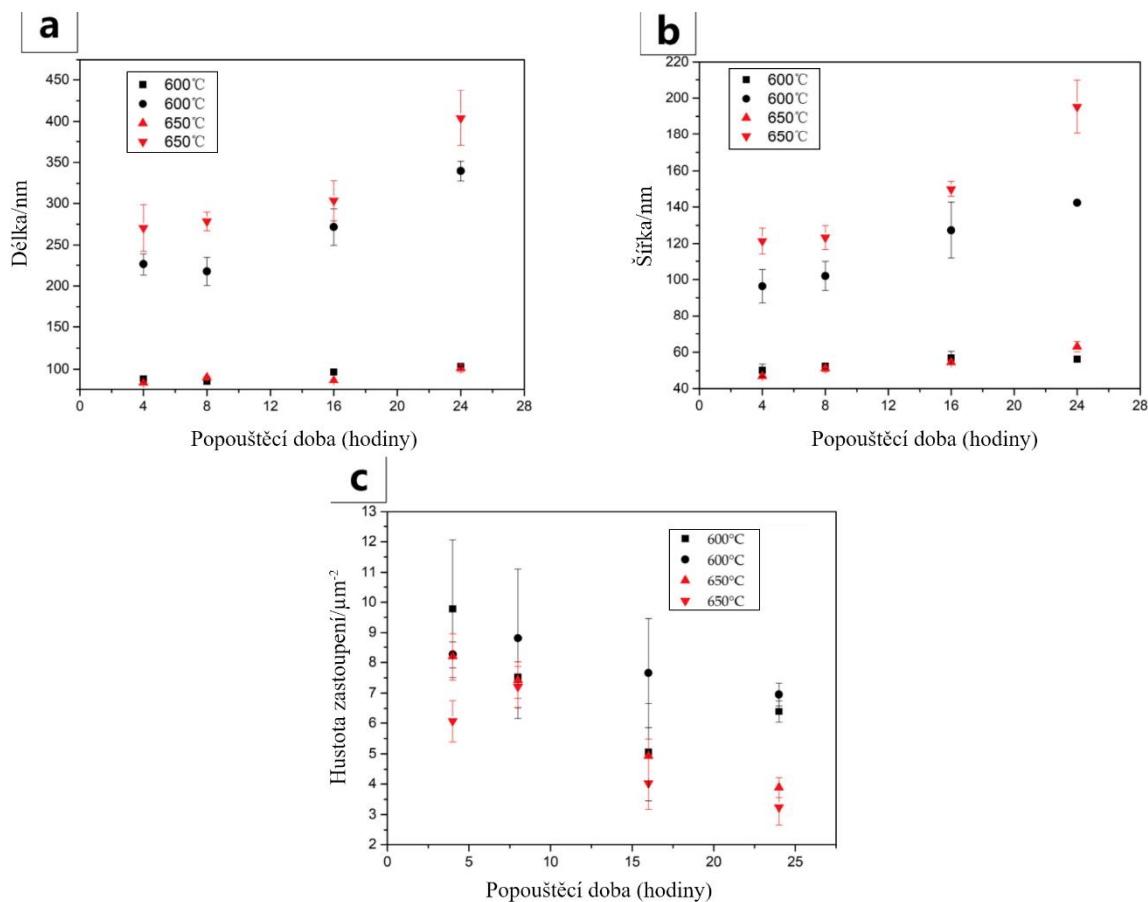
V této práci byly zkoumány variace teplot kalení i popouštění a jejich vliv na tvrdost materiálu H13 a DIEVAR (Obr. 19). Zvýšení teploty austenizace nemělo žádný vliv na tvrdost u oceli DIEVAR a tento jev je vysvětlen tak, že vysoce tepelně stabilní karbidy neměly šanci se rozpustit, a tak v austenitu zůstal stálý obsah karbidu a martenzit nebyl zpevněn. Oproti tomu teplota austenitizace hraje roli u porovnávané oceli H13 (Obr. 19a). Zvýšení teploty popouštění mělo za následek snížení tvrdosti, a to z důvodu vyčerpání uhlíku v martenzitu, zhrubnutí karbidů a uvolnění vnitřních pnutí pocházející z martenzitické transformace (Obr. 19b).



Obr. 19 Tvrdost 3D tištěné oceli DIEVAR v závislosti na teplotě a) kalení a b) popouštění [44].

Studie autorů Xie a kol. [45] zkoumala precipitaci karbidů v kalené oceli DIEVAR. Vzorky v této studii byly kaleny při teplotě 1030 °C s výdrží 30 min a následným kalením do oleje. Dále byly vzorky popouštěné, a to při variaci teplot od 550-650 °C s různou dobou výdrže na těchto teplotách. Tato studie zkoumala precipitaci karbidů vzhledem k různým parametrům popouštění pro tento materiál a délka, šířka a hustota zastoupení těchto karbidů je vyobrazena na Obr. 20. Dále byla v této práci identifikována sekvence precipitace karbidů v kalené oceli DIEVAR, a to následně: $M_8C_7 + \text{cementit} \rightarrow M_8C_7 + M_2C + M_7C_3 \rightarrow M_8C_7 + M_7C_3 + M_{23}C_6$

→ $M_8C_7 + M_7C_3 + M_{23}C_6 + M_6C$. Došlo se k závěru, že karbidy bohaté na Cr a Mo se distribuují kolem již existujících hranic zrn a subzrn, což je nejspíše způsobeno segregací legujících prvků.



Obr. 20 a) Délka b) šířka a c) hustota zastoupení karbidů v 3D tištěné oceli H13 vzhledem k teplotě popouštění [45].

Nicméně, teploty různých kroků tepelného zpracování se mohou lišit v závislosti na konkrétních vlastnostech oceli a konkrétní aplikaci. Obecně lze shrnout, že tepelné zpracování 3D tištěné oceli (nejen ocel DIEVAR) je rozhodující pro dosažení požadovaných mechanických vlastností. Proces žíhání odstraňuje vnitřní pnutí a pnutí z procesu tisku, zatímco proces kalení a temperování vytváří tvrdou, otěruvzdornou a tuhou strukturu, která je nezbytná pro použití při výrobě forem a zápustek. Přesná kontrola parametrů tepelného zpracování je důležitá pro získání požadovaných mechanických vlastností oceli, což v konečném důsledku ovlivňuje vlastnosti konečného produktu.

3 Experimentální program

Experimentální část této diplomové práce má za úkol zkoumat vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti nástrojových ocelí H13 a DIEVAR obecně používaných při výrobě forem pro tlakové lití hliníku. V této práci došlo k charakterizování vstupního materiálu a následné analýze získaných mechanických vlastností a snímků mikrostruktur.

Pro dosažení cílů experimentální části byly připraveny vzorky ocelí H13 a DIEVAR pomocí aditivní technologie SLM a následně byly použity různé metody měření mechanických vlastností a pozorování získaných mikrostruktur. Tepelné zpracování bylo prováděno při různých teplotách a doby expozice, aby nakonec bylo možné porovnat vliv různých tepelných cyklů. Výsledky byly porovnávány jak mezi aditivně vyrobenými vzorky, tak s konvenčně vyrobenou ocelí H13. Konvenční ocel DIEVAR nebyla v této diplomové práci zkoumána z důvodu toho, že projekt, pod kterým byla práce vypracována, konvenční ocel DIEVAR neobsahovala. Tato ocel v konvenčním provedení bude obsáhlá až v dalším výzkumu zmíněného projektu. Výsledky této práce mohou přispět k lepšímu porozumění vlastnostem nástrojových ocelí H13 a DIEVAR a umožní optimalizaci tepelného zpracování těchto ocelí.

Mezi cíle této diplomové práce tedy konkrétně patří:

- Zkoumání vlivu tepelného zpracování na konvenční ocel H13 a 3D tištěnou ocel H13 a DIEVAR.
- Provedení detailní mikrostrukturní analýzy, která bude zahrnovat světelnou a elektronovou mikroskopii, EDS analýzu a EBSD analýzu zmíněných ocelí.
- Vyhodnocení mechanických vlastností těchto ocelí pomocí vybraných zkoušek.
- Porovnání získaných dat z provedených analýz a zkoušek a následné vyhodnocení.

Ústav pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace na Technické univerzitě v Liberci vytiskl experimentální vzorky pomocí technologie SLM. Poté byly tyto vzorky přepraveny do Laboratoře experimentálního tváření Regionálního technologického institutu (dále jen RTI) pro další zpracování. Metalografická analýza a měření tvrdosti byly provedeny na přístrojích Metalografické laboratoře RTI, měření mechanických vlastností proběhlo v Laboratoři experimentálního tváření a Mechanické zkušebně RTI, které jsou součástí Fakulty strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Experimentální vzorky ocelí obsáhlé v této práci jsou součástí projektu FW03010609: Výzkum a vývoj tvarových forem z materiálu H13 a HEATVAR pro tlakové lití hliníkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací. Některé z výsledků mechanických vlastností a snímků získaných mikrostruktur obsažených v této diplomové práci se objevují v průběžných zprávách k tomuto projektu [59, 60] a mohou se pak objevit i ve zprávách vypracovaných v budoucnu.

3.1 Charakterizace vstupního materiálu

Nástrojové oceli H13 a DIEVAR jsou nástrojové oceli, které pro tuto práci byly vytisknuty pomocí technologie SLM. Výchozím materiálem pro tisk těchto vzorků je ocelový prášek příslušného chemického složení, které udává výrobce (Tab. 2). Chemické složení zjištěné pomocí emisní spektrometrie na vytištěných experimentálních vzorcích z těchto prášků je uvedeno v Tab. 3. Pro dosažení optimálních vlastností tištěných vzorků je nutné, aby tento prášek byl dostatečně vysoké čistoty a homogenity. Na volně sypaném prášku pro materiál DIEVAR byl analyzován tvar a velikost částic (Obr. 21), ze kterého bylo zjištěno, že průměrná velikost zrn prášku je 24 μm . Dále na tomto prášku byly určeny mechanické vlastnosti, kdy bylo

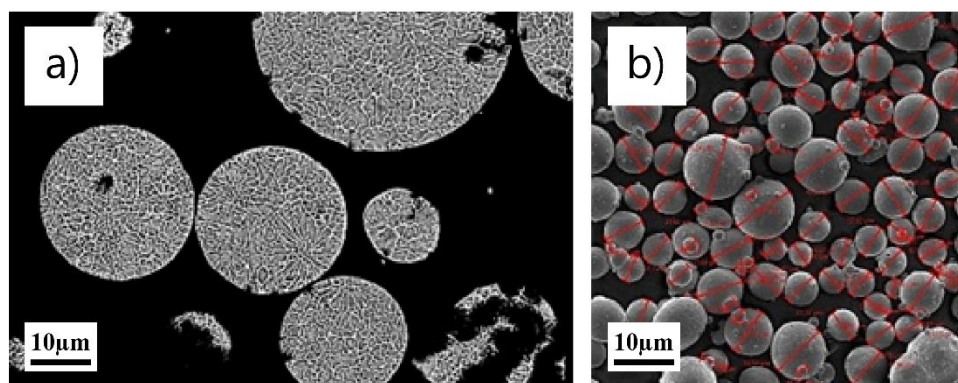
zjištěno mez pevnosti 1907 MPa při tažnosti 10 %. Dále je v práci obsáhnuto porovnání s konvenčně vyrobenou ocelí H13, která byla dodána ve formě žíhané tyče. Ocelový prášek materiálu DIEVAR byl dodán společností Uddeholms AB, prášek pro ocel H13 je od společnosti SLM Solutions Group AG a konvenčně vyrobená ocel H13 byla dodána společností Böhler-Uddeholm. Chemické složení konvenční oceli již bylo uvedeno v Tab. 1.

Tab. 2 Chemické složení ocelových prášků pro 3D tisk udávané výrobcem.

Ocel	C [%]	Cr [%]	Si [%]	Mo [%]	V [%]	Mn [%]
H13 [48]	0,3-0,45	4,7-5,5	0,8-1,2	1,3-1,7	0,8-1,2	0,2-0,5
DIEVAR [49]	0,3-0,4	4,8-5,5	max. 0,5	2,2-2,6	0,3-0,9	0,3-0,7

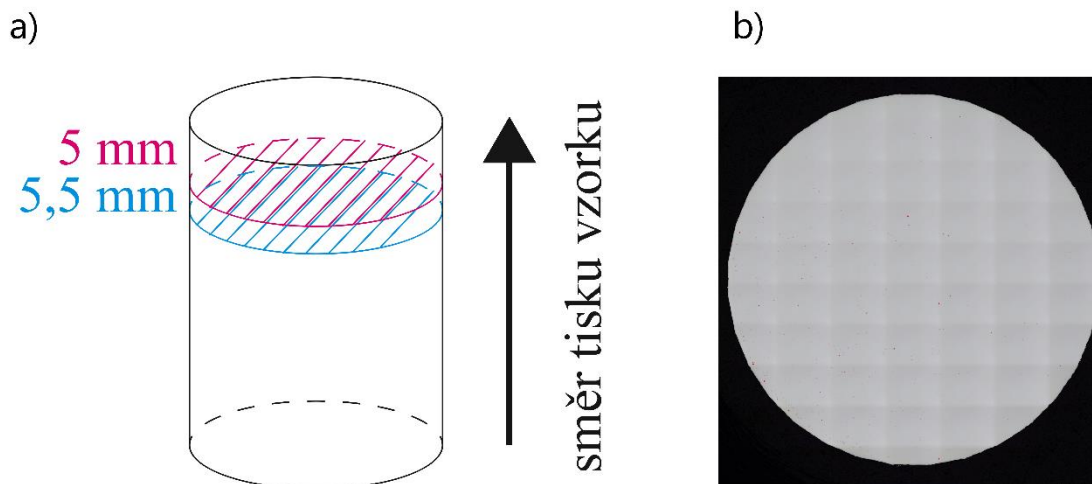
Tab. 3 Chemické složení experimentálních vzorků ocelí naměřené pomocí emisní spektrometrie.

Ocel	C [%]	Cr [%]	Si [%]	Mo [%]	V [%]	Mn [%]
H13	0,373	5,024	1,054	1,620	1,082	0,351
DIEVAR	0,329	5,077	0,230	2,459	0,545	0,375



Obr. 21 Výbrus prášku a analýza velikosti zrn prášku oceli DIEVAR.

Experimentální vzorky byly tisknuty ve formě válce o průměru 20 mm (Obr. 22a) a kvádrů s velikostí strany 15 mm. Pro tisk těchto ocelí byly ze začátku zkoušeny celkem 4 druhy parametrů a jejich vyhodnocení probíhalo pomocí hodnocení pórovitosti (Obr. 22b). Hodnocení pórovitosti probíhalo na metalografických výbrusech připravených ve směru tisku. Takto vytisknuté experimentální vzorky byly následně podrobeny standardnímu metalografickému broušení a leštění na diamantové suspenzi 1 µm. Následně byly tyto vzorky analyzovány na konfokálním řádkovacím mikroskopu. Díky vyhodnocení pórovitosti následně došlo ke zvolení optimálních parametrů pro tisk experimentálních vzorků ocelí H13 a DIEVAR, které jsou uvedeny v Tab. 4.



Obr. 22 Tištěný válečkovitý experimentální vzorek a) umístění výbrusů pro hodnocení pórovitosti b) provedené hodnocení pórovitosti.

Tab. 4 Parametry tisku pro 3D tištěné oceli H13 a DIEVAR.

Výkon laseru, P [W]	350
Skenovací rychlost, v [mm/s]	1042
Objemová energie, E [J/mm ³]	70

Vzorky s optimálně nastavenými parametry tisku určené k testování mechanických vlastností a pro nalezení optimálního tepelného zpracování byly následně tisknuty (Obr. 23) jako válečky s průměrem 6, 9 a 17,5 mm a výškou 75 mm ve směru tisku z, x a y. Dalším tisknutým tvarem byl hranol s velikostí strany 11 mm a výškou 60 mm ve směru tisku z, x a y. Takto vytisknuté experimentální vzorky pak byly následně podrobeny různým druhům tepelného zpracování. Dále byly tyto experimentální vzorky testovány pro nalezení mechanických vlastností a na vybraných vzorcích byl proveden metalografický výbrus a následně analyzována mikrostruktura.

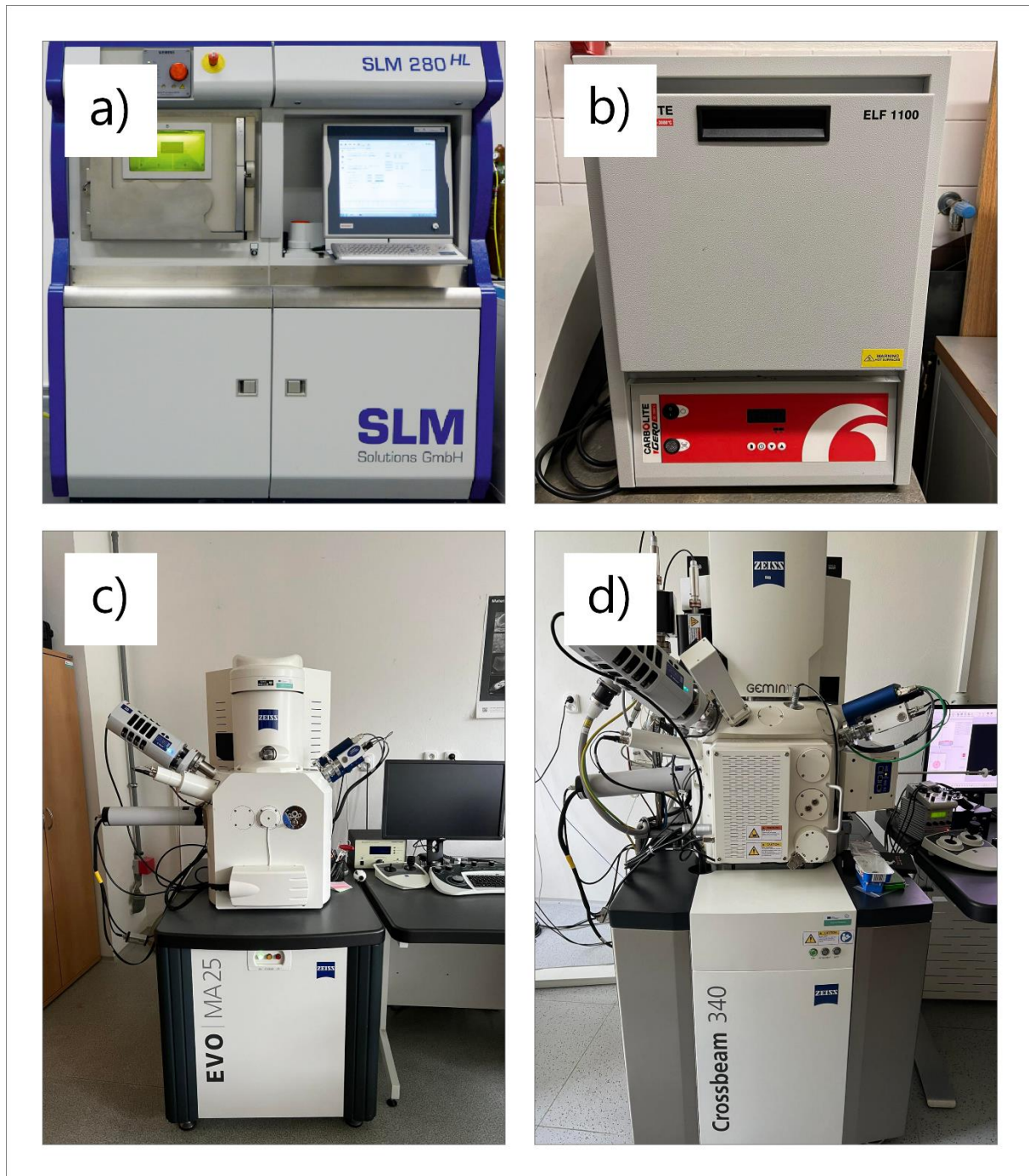


Obr. 23 Vytištěné experimentální vzorky.

3.2 Použité přístroje, zařízení a metody

3D tisk experimentálních vzorků probíhal na Technické univerzitě v Liberci, Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace na zařízení SLM280^{HL} (Obr. 24a). Vytištěné experimentální vzorky byly odebrány z podložky na tištění a následně byly vybrány vzorky tepelně zpracovávané či přímo ve stavu po tisku podrobeny zkouškám pro zjištění mechanických vlastností či dalším analýzám.

Tepelné zpracování vybraných experimentálních vzorků proběhlo v laboratorní peci Carbolite ELF 11/6 (Obr. 24b) v Metalografické laboratoři RTI. Tepelné zpracování bylo provedeno bez ochranné atmosféry, jelikož tento druh pece tuto možnost nenabízí. Pro experimentální vzorky, pro něž bylo zvoleno kalení do oleje, byl použit kalicí olej Ecosond Durixol W25.



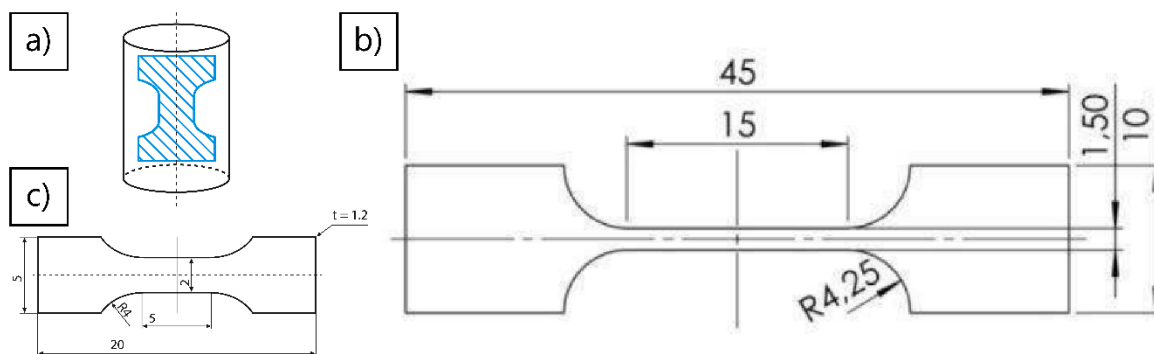
Obr. 24 a) 3D tiskárna SLM280^{HL} použitá k výrobě experimentálních vzorků [58], b) laboratorní pec Carbolite ELF 11/6, c) řádkovací elektronový mikroskop Zeiss EVO MA25, d) řádkovací elektronový mikroskop Zeiss Crossbeam 340.

Pro zhotovení metalografického výbrusu byl experimentální vzorek odebrán pomocí metalografické pily Struers Secotom 50 a následně došlo k zalití vzorku na zalévacím lisu Struers CitoPress 10. Vzorky jsou v tomto stroji zalévány do vodivé hmoty MutliFast při teplotě 180°C. Dále byly vzorky broušeny a leštěny na stroji Struers Tegramin. Broušení probíhalo na brusných kotoučích SiC o velikosti zrna 500-2000 μm . Leštění pomocí diamantových suspenzí probíhalo na leštících kotoučích, a to o zrnitosti suspenze 1-9 μm . Dále byly experimentální vzorky leptány pomocí leptadla Nital o různých procentech koncentrace a různé doby expozice.

Světelná mikroskopie byla provedena na přístroji Olympus GX51 a na konfokálním mikroskopu Olympus LEXT OLS 5000. Jako další metoda pro analyzování vzorků byla použita řádkovací elektronová mikroskopie, pro kterou bylo použito zařízení Tescan VEGA3 a EVO MA25 Zeiss (Obr. 24c). Dále byla také na řádkovacím elektronovém mikroskopu Crossbeam 340 Zeiss (Obr. 24d) zhotovena analýza EBSD pro vybrané vzorky.

Jako další byla provedena fázová analýza pomocí XRD. Tato analýza byla zhotovena společností COMTES FHT a.s. na difraktometru Bruker Discover D8. Fázové složení bylo vyhodnoceno podle standardů databáze COD (Crystallography Open Database). Pro ferit/martenzit byl použit standard COD4113941 a pro austenit COD7204807.

Tahová zkouška byla provedena na strojích Zwick Roell Z250 a Exceed Model E43. Zkušební vzorky pro tahovou zkoušku byly zhotoveny pomocí elektrojiskrového obrábění a následného broušení vzorku na požadovanou tloušťku. Vzorky z tištěného materiálu byly odebrány ve směru tisku, tedy podélném řezu a rozměry těchto vzorků jsou vyobrazeny na Obr. 25. Oba použité stroje vyžadují vzorky pro tahovou zkoušku v jiných rozměrech a tento rozdíl je možno pozorovat na Obr. 25b) a c). Stroj Zwick Roell Z250 využívá vzorky klasických rozměrů (Obr. 25b), v tomto případě větší vzorek a stroj Exceed Model E43 využívá tzv. mini-vzorky (Obr. 25c). Tahová zkouška byla provedena v souladu s normou ČSN EN ISO 6892-1 [50].



Obr. 25 a) Rozložení vzorku pro tahovou zkoušku vzhledem k tištěnému vzorku, b) vzorek na tahovou zkoušku pro stroj Zwick Roell Z250, c) mini-vzorky na tahovou zkoušku pro stroj Exceed Model E43.

Zkouška vrubové houževnatosti byla provedená na vybraných experimentálních vzorcích, a to na stroji Zwick Roell RKP450. Zkouška probíhala za pokojové teploty dle normy ČSN EN ISO 14556 [51] na vzorcích s V-vrubem.

Zkouška tvrdosti probíhala za použití stroje Wolpert 432-SVD podle Vickerse se zátěží 10 kg a dobou zatížení 10 s (HV10).

Pro zjištění odolnosti proti opotřebení byla provedena tribologická zkouška. Tato zkouška byla provedena v Metalografické laboratoři RTI na přístroji Anton Paar TBR3. Pro test opotřebení byla zvolena metoda využívající metodu pin/ball-on-disk v souladu s ASTM G99-17 [52].

Pro měření odolnosti proti opotřebení musí být vzorky nejprve vhodně připraveny. Tato příprava se skládala ze zalisování vzorků do příslušné hmoty, v tomto případě hmoty Multifast a následovalo broušení a leštění. Správně připravený vzorek musí mít dostatečnou jakost povrchu, aby byla vytvořená drážka na vzorku dostatečně dobře měřitelná a pozorovatelná. Zároveň je také potřeba ze vzorku odstranit veškeré nečistoty, které by mohly při měření hmotnosti zkreslit získané hodnoty. Odstranění nečistot probíhalo pomocí ultrazvukové leštičky.

3.3 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování nástrojových ocelí H13 a DIEVAR vyrobených technologií SLM má za cíl dosáhnout optimálních mechanických vlastností a mikrostrukturní stability pro danou vybranou aplikaci. Ze studií obsáhlých v rešerši této práce [21, 35, 41, 42, 43, 44] bylo zjištěno, že konvenčním tepelným zpracováním pro tyto typy ocelí je kalení s následným popouštěním anebo v závislosti na konkrétním typu použití je možno tyto oceli například povrchově kalit. V experimentálním programu této práce budou vzorky podrobeny různým režimům tepelného zpracování s variací parametrů jako teplota a výdrž na těchto teplotách. Konkrétní parametry tepelného zpracování budou rozebrány v následujících odstavcích.

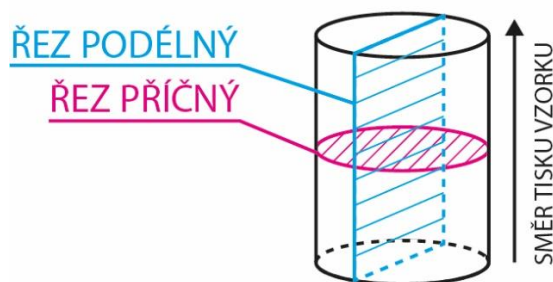
Cílem experimentu bylo zmapovat prostor parametrů tepelného zpracování pro dva typy nástrojové oceli, a to ocel H13 a DIEVAR. Zkoumané oceli byly podrobeny různým druhům tepelného zpracování, a to popouštění ihned po tisku s rozmezím teplot 500-610 °C s výdrží 2 a 4 h na této teplotě. Dalším druhem tepelného zpracování bylo kalení na teplotách 1010 °C a 1025 °C s výdrží na teplotě 45 min a 1 h a s různými chladícími médii a následným jedním nebo dvěma popouštěními v rozmezí teplot 450-610 °C a výdržemi na těchto teplotách 2 nebo 4 h. Pro experimentální program bylo zvoleno celkem 17 vzorků, 8 z nich pro ocel DIEVAR a 9 pro ocel H13. Přehled experimentálních vzorků se zvoleným tepelným režimem je uveden v Tab. 5. Konkrétní hodnoty tepelného zpracování pro experimentální vzorky byly voleny s ohledem na doporučené hodnoty udávané výrobcem pro konvenčně vyrobené materiály [48, 49].

Tab. 5 Experimentální vzorky s jejich režimy tepelného zpracování.

Materiál	Typ výroby	Tepelné zpracování			Vzorek
		Kalení	Kalící médium	Popouštění	
H13	Tištěné pomocí technologie SLM	Bez tepelného zpracování			H13-0
		Bez kalení	540 °C, výdrž 4 h		H13-1
		Bez kalení	2x 540 °C, výdrž 4 h		H13-2
		1010 °C, výdrž 45 min	vzduch	Bez popouštění	H13-3
		1010 °C, výdrž 45 min	vzduch	540 °C, výdrž 4 h	H13-4
		1010 °C, výdrž 45 min	vzduch	2x 540 °C, výdrž 4 h	H13-5
	Konvenčně vyrobené	Bez tepelného zpracování			K-0
		1010 °C, výdrž 45 min	vzduch	Bez popouštění	K-1
		1010 °C, výdrž 45 min	vzduch	540 °C, výdrž 4 h	K-2
DIEVAR	Tištěné pomocí technologie SLM	Bez tepelného zpracování			D-0
		Bez kalení	500 °C, výdrž 2 h		D-1
		Bez kalení	580 °C, výdrž 2 h		D-2
		Bez kalení	2x 610 °C, výdrž 2 h		D-3
		1025 °C, výdrž 1 h	olej	Bez popouštění	D-4
		1025 °C, výdrž 1 h	olej	2x 450 °C, výdrž 2 h	D-5
		1025 °C, výdrž 1 h	olej	2x 580 °C, výdrž 2 h	D-6
		1025 °C, výdrž 1 h	olej	2x 610 °C, výdrž 2 h	D-7

3.4 Mikrostrukturní analýzy

Hodnocení mikrostruktury probíhalo na experimentálních vzorcích tištěných v ose „z“, to je kolmo na stavební plochu 3D tiskárny. Umístění příčného a podélného řezu je vyobrazeno na Obr. 26, kde podélný řez je odebrán v ose tištění a řez příčný je rovnoběžný ke stavební ploše. Vzorky byly před mikrostrukturní analýzou podrobeny metalografickému výbrusu a následně došlo k leptání. Jako leptadlo byl použit Nital, což je kyselina dusičná na alkoholové bázi. Pro ocel DIEVAR byl použit 3 % Nital a pro ocel H13 Nital 3 % a 15 %. Vzorky byly leptadlu vystaveny různou dobu, aby bylo možné mikrostrukturu pozorovat a podrobit vybraným analýzám.



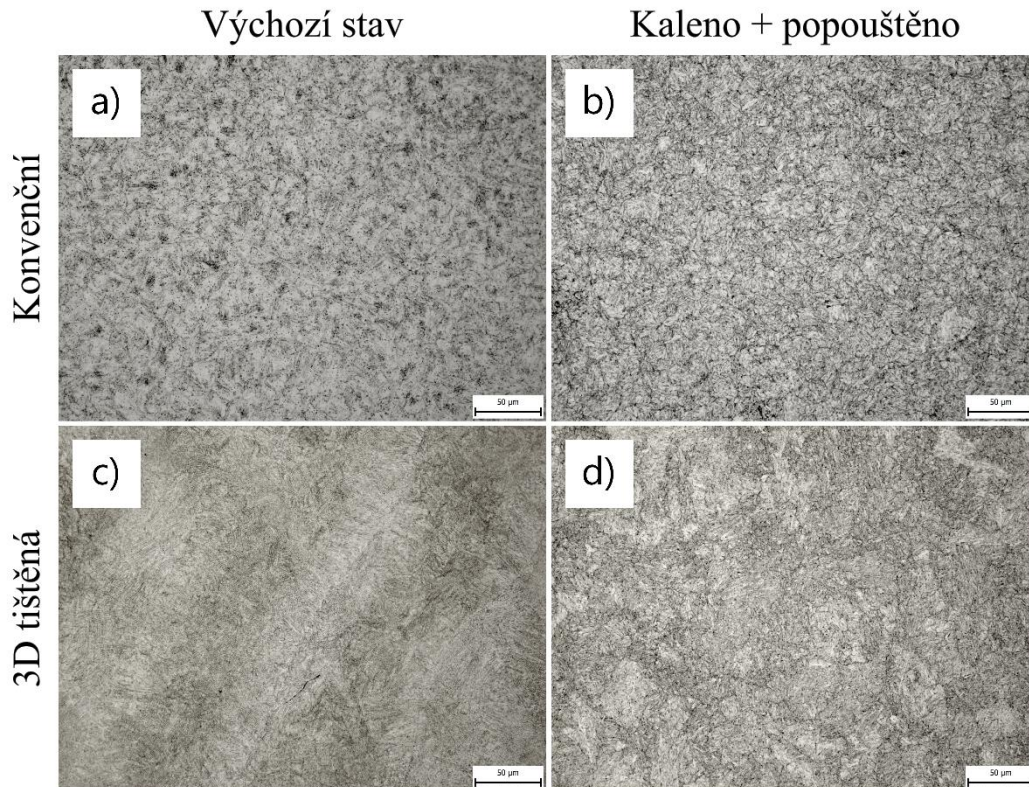
Obr. 26 Rozložení řezů na experimentálním vzorku vzhledem ke směru tisku.

3.4.1 Světelná mikroskopie

Jako první byla v experimentálním programu provedena světelná mikroskopie. V práci jsou uvedené vybrané snímky vzorků, na kterých bude možné pozorovat průběh změny mikrostruktury vzhledem k danému použitému tepelnému zpracování.

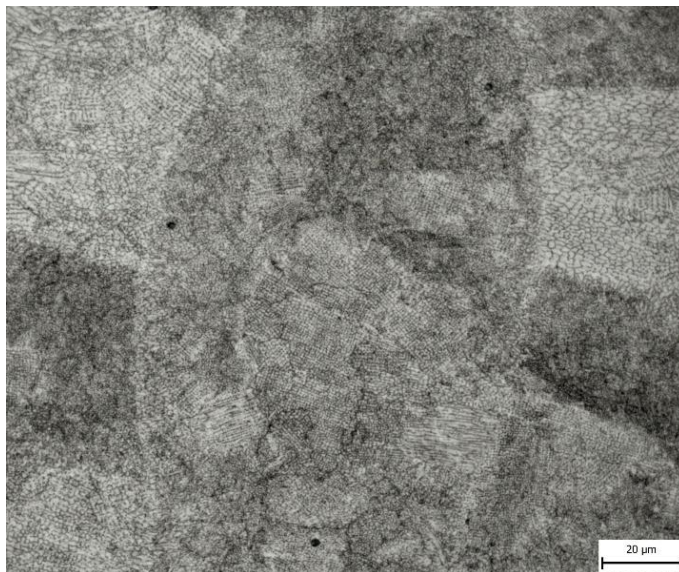
3.4.1.1 Ocel H13

Obr. 27 zachycuje mikrostrukturu oceli H13 pozorované pomocí světelné mikroskopie. Snímky Obr. 27 a) a c) ukazují rozdíl mezi konvenční ocelí H13 a 3D tištěnou ocelí ve výchozím stavu. Ocel konvenční vykazuje feritickou strukturu s jemnými částicemi karbidu, který je rovnoměrně rozptýlen ve feritické matici. Oproti tomu mikrostruktura 3D tištěné oceli ve výchozím stavu vykazuje martenzitickou mikrostrukturu s jasně znatelnými stopy po průchodu laserového paprsku. Na Obr. 27 b) a d) jsou oceli s tepelným režimem, při kterém došlo ke kalení na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na této teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C po dobu 4 h. Konvenční ocel s tímto tepelným zpracováním má velice jemnou martenzitickou strukturu, kterou díky její jemné struktuře nelze plně analyzovat pouze pomocí světelné mikroskopie. 3D tištěný vzorek kalený a následně popouštěný jeví jasnou změnu mikrostruktury oproti výchozímu stavu. Stopy po tisku již nejsou patrné, a kromě martenzitických jehlic se v mikrostruktuře objevuje i popouštěný martenzit a bainit.



Obr. 27 Snímky ze světelné mikroskopie z oceli H13 zpracované konvenční metodou a) a b) a technologií SLM c) a d). Snímky a) a c) jsou ve výchozím stavu a snímky b) a d) jsou kaleny při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C a dobou expozice 4 h.

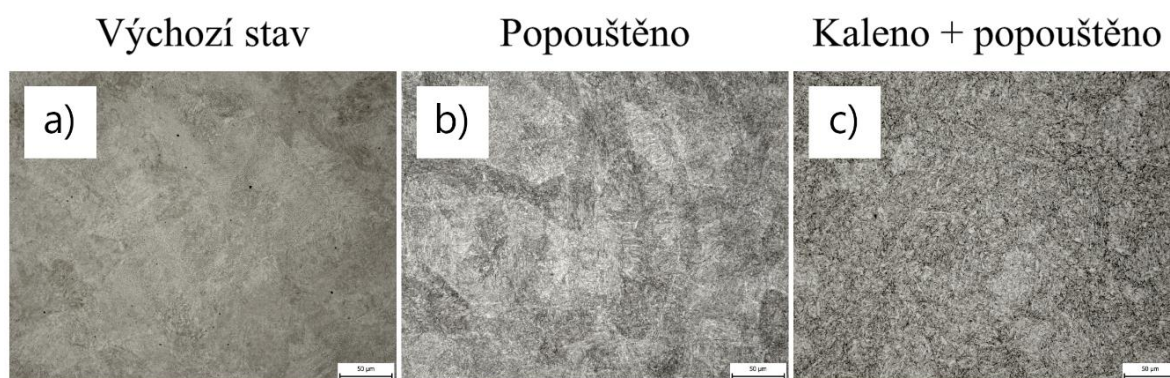
Na snímku Obr. 28 je vyobrazen detail mikrostruktury 3D tištěné oceli H13, která byla ve stavu po tisku popouštěna při teplotě 540 °C s výdrží 4 h na teplotě. Na tomto detailu je možné si všimnout jednotlivých stop po tisku, které obsahují buněčnou morfologii typickou pro 3D tištěnou ocel. Je tedy zřejmé, že teplota 540 °C nebyla dostatečně vysoká na to, aby tato morfologie vymizela z oceli. Buněčná struktura se jeví ve dvou morfologiích, a to kulatých buněk, které se nachází především uprostřed stop a pak protáhlých buněk, které jsou možné pozorovat po hranicích těchto stop. Samotná struktura se pak dá popsat jako jemně martenzitická.



Obr. 28 Detail 3D tištěné oceli H13 ze světelného mikroskopu, která byla po tisku popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží na této teplotě 4 h.

3.4.1.2 Ocel DIEVAR

Obr. 29 obsahuje snímky 3D tištěné oceli DIEVAR ve třech stavech - výchozí stav po tisku (Obr. 29a), po tisku popouštěném při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě (Obr. 29b) a poslední pak vzorek kalený do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C s výdrží 45 min na teplotě s následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C s dobou expozice 2 h (Obr. 29c). Výchozí stav vykazuje jemnou martenzitickou strukturu a jasně znatelné stopy po tisku. Pouze popouštěná ocel se oproti výchozímu stavu projevuje ostřejšími jehlicemi martenzitu, ale stejně jako u oceli H13 není tento typ tepelného zpracování dostatečný pro to, aby byly stopy po tisku odstraněny. Ocel DIEVAR, která byla zakalená a následně popouštěná, pak vykazuje velmi jemnou martenzitickou strukturu. Objevuje se zde také popouštěný martenzit a bainit.



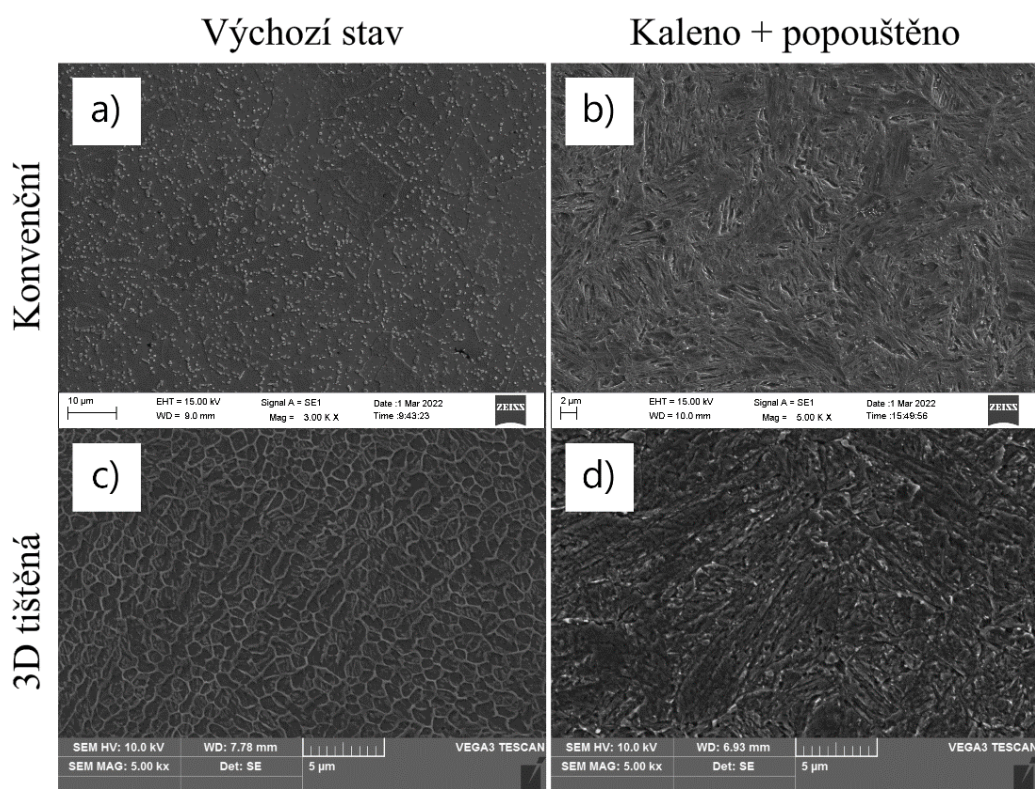
Obr. 29 Snímky 3D tištěné oceli DIEVAR pořízené světelným elektronovým mikroskopem a) ve výchozím stavu, b) po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s výdrží na teplotě 2 h, c) kaleno na teplotě 1025 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C s dobou expozice 2 h.

3.4.2 Řádkovací elektronová mikroskopie

Z výsledků světelné mikroskopie bylo patrné, že většina zkoumaných mikrostruktur je natolik jemná, že k jejich analyzování je samotná světelná mikroskopie nedostatečná. Řádkovací elektronová mikroskopie nabízí možnost dostatečného zvětšení, aby mohlo dojít k přesnější analýze.

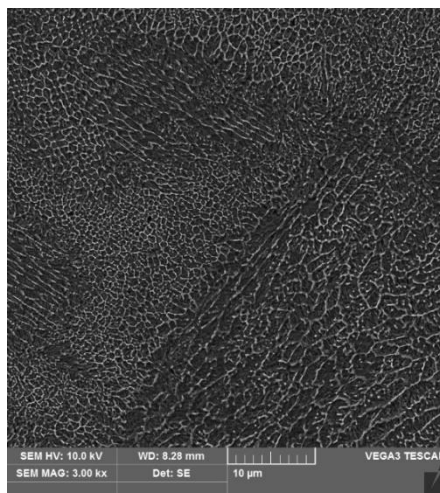
3.4.2.1 Ocel H13

Obr. 30 ukazuje snímky z řádkovacího elektronového mikroskopu pro konvenční a 3D tištěnou ocel H13 a to ve výchozím stavu a ve stavu kaleném na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na této teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C a dobou výdrže 4 h na této teplotě. Při porovnání výchozích stavů obou druhů ocelí je na první pohled jasný rozdíl. Na konvenční oceli (Obr. 30a) jsou znatelná původní austenitická zrna s rovnoměrně rozmístěnými částicemi. Oproti tomu ocel 3D tištěná (Obr. 30c) ukazuje buněčnou morfologii, typickou pro 3D tištěnou ocel. Oba druhy oceli s tepelným režimem, kdy dochází ke kalení a následnému popouštění (Obr. 30b a d), se potom výslednou mikrostrukturou poněkud podobají. U obou těchto ocelí je možné pozorovat laťkový martenzit s drobnými částicemi, které se objevují převážně u hranic těchto látek.



Obr. 30 Snímky z řádkovacího elektronového mikroskopu z oceli H13 zpracované konvenční metodou a) a b) a technologií SLM c) a d). Snímky a) a c) jsou ve výchozím stavu a snímky b) a d) jsou kaleny při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C a dobou expozice 4 h.

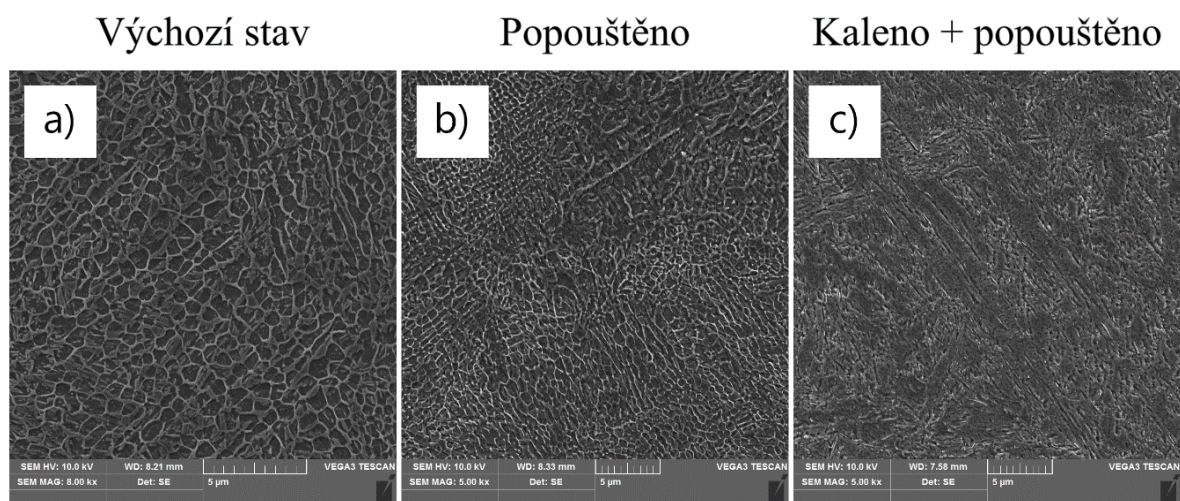
Obr. 31 ukazuje detail 3D tištěné oceli, která byla ve stavu po tisku popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží 4 h na teplotě. Pokud tento snímek porovnáme se snímkem výchozího stavu 3D tištěné oceli (Obr. 30a), je možné pozorovat, že rovnoměrná buněčná struktura výchozího stavu přechází v buňky se slaběji zvýrazněnými hranicemi zrn v popouštěném stavu. K zeslabení hranic buněk dochází z toho důvodu, že v materiálu ve výchozím stavu se na hranicích těchto buněk nachází vyšší zastoupení austenitu a rozdílnému zastoupení segregujících prvků oproti stavu, kdy je materiál po tisku popouštěn.



Obr. 31 Detail 3D tištěné oceli H13 pořízené řádkovacím elektronovým mikroskopem, která byla po tisku popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží na této teplotě 4 h.

3.4.2.2 Ocel DIEVAR

Obr. 32 ukazuje snímky mikrostruktury oceli DIEVAR, na kterých je možné pozorovat vývoj mikrostruktury vzhledem k použitému tepelnému zpracování. Na snímku Obr. 32a je 3D tištěná ocel DIEVAR ve výchozím stavu, Obr. 32b ukazuje mikrostrukturu, kdy byla ocel ve stavu po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě, a pak poslední snímek Obr. 32c ukazuje 3D tištěnou ocel DIEVAR, která byla kalená do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží na této teplotě 45 min s následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C a výdrží 2 h na této teplotě. Snímek výchozího stavu vykazuje buněčnou morfologii srovnatelnou s buněčnou morfologií pozorovanou na 3D tištěné oceli H13 (Obr. 30c). Samotným popouštěním potom dojde ke změně mikrostruktury stejně, jako u 3D tištěné oceli H13. Jasně znatelné hranice buněčné morfologie materiálu ve výchozím stavu přechází v buněčnou strukturu s méně výrazným ohraničením. K tomuto dochází, pokud je materiál ve výchozím stavu pouze popouštěn a příčinou je například menší obsah reverzního austenitu po hranicích zrn. Po kalení a popouštění vykazuje mikrostruktura laťkový martenzit se segregací velmi jemných částic po hranicích těchto buněk.



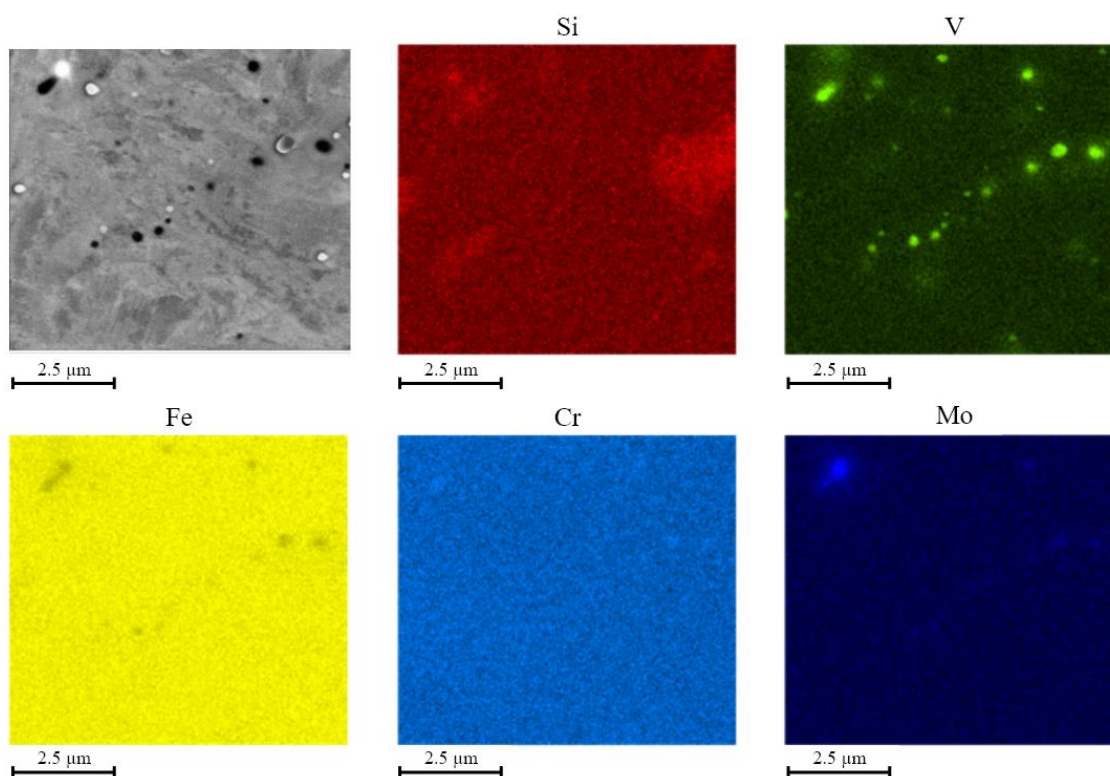
Obr. 32 Snímky 3D tištěné oceli DIEVAR, pořízené řádkovacím elektronovým mikroskopem a) ve výchozím stavu, b) po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s výdrží na teplotě 2 h, c) kaleno na teplotě 1025 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C s dobou expozice 2h.

3.4.3 Energiově disperzní spektrometrie (EDS analýza)

Pro zjištění chemického složení částic, které byly možné pozorovat pomocí SEM analýzy, byla provedena EDS analýza na řádkovacím elektronovém mikroskopu.

3.4.3.1 Konvenční ocel H13 – částice

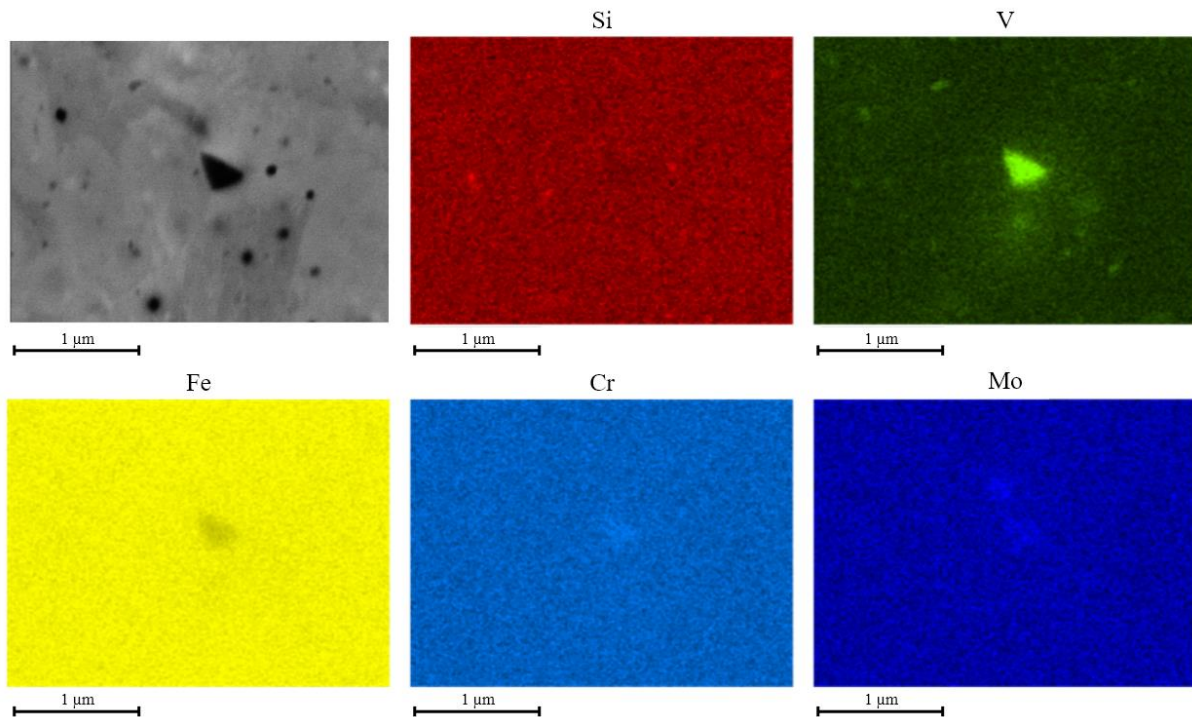
Obr. 33 nabízí objasnění chemického složení pozorovaných částic u konvenční oceli H13. Z výsledků této analýzy lze pozorovat částice, které jsou menší než 1 μm a jsou bohaté na prvky V a Mo. Dále lze také usoudit, že Cr obsažený v této oceli je rovnoměrně rozmístěný v matici. Mimo toto rovnoměrné rozmístění lze také pozorovat několik míst, kde je obsah Cr lehce zvýšený. Tyto částice bohatší na Cr jsou pak bohatší zejména také na Mo. Místa bohatší na obsah Si mohou být nehomogenita způsobena přípravou vzorku.



Obr. 33 Mapová EDS analýza konvenčně zpracované oceli H13, která byla kalená na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 $^{\circ}\text{C}$ a výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 $^{\circ}\text{C}$ a výdrží 4 h na teplotě.

3.4.3.2 3D tištěná ocel H13 – částice

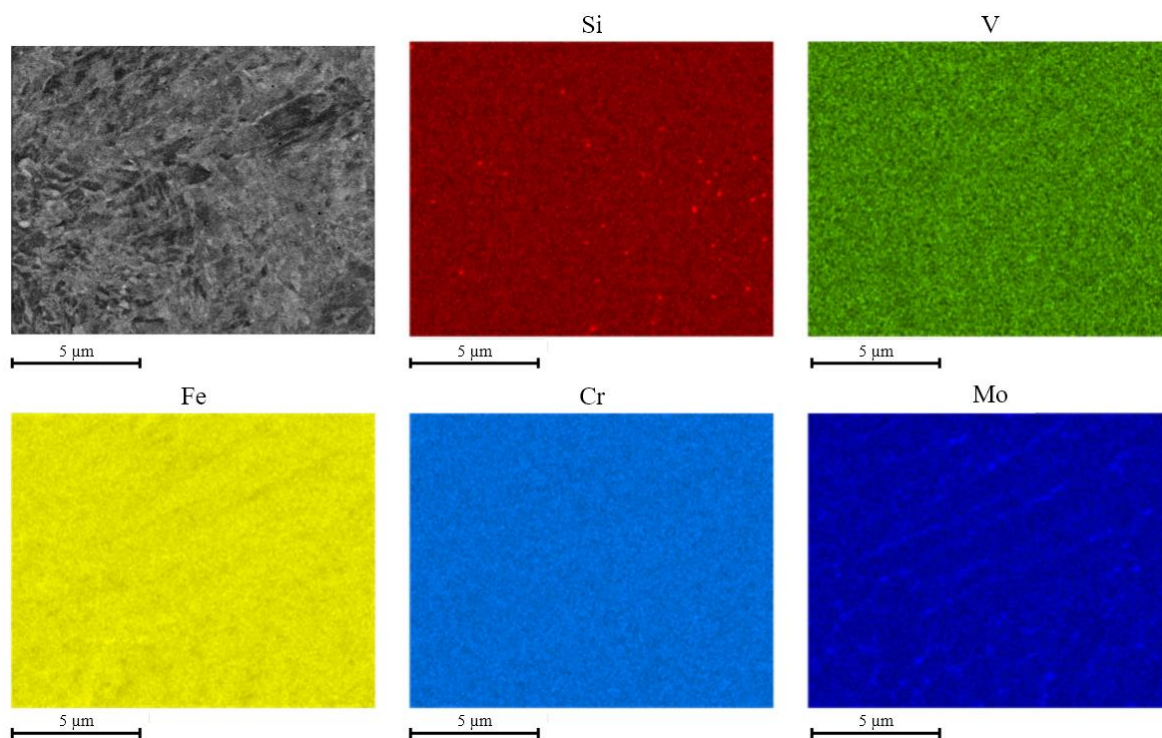
Obr. 34 ukazuje detail 3D tištěné oceli H13, kde se podařilo najít trojúhelníkovou částici o velikosti cca 0,5 μm . Tato trojúhelníková částice je bohatá na prvky V a Mo. Dále z výsledků této analýzy je možné pozorovat velice jemné částice Si. Opět je ale možné, že se jedná pouze o nehomogenitu způsobenou přípravou experimentálního vzorku. Cr je opět stejně jako u konvenční oceli H13 (Obr. 33) pouze rovnoměrně rozmístěn v matici.



Obr. 34 Mapová EDS analýza 3D tištěné oceli H13, která byla kalená na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 $^{\circ}\text{C}$ a výdrží 45 min na teplotě a následným dvojnásobným popouštěním při teplotě 540 $^{\circ}\text{C}$ a výdrží 4 h na teplotě.

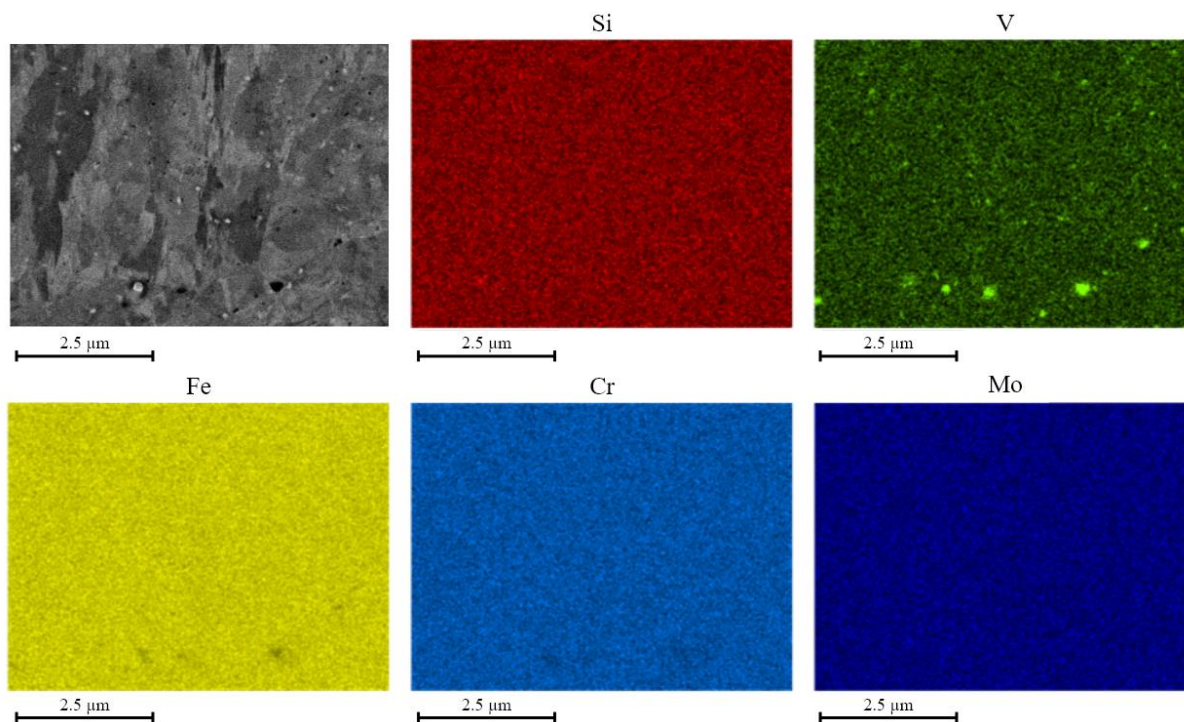
3.4.3.3 3D tištěná ocel DIEVAR – segregace + částice

Obr. 35 nabízí velice zajímavý detail na 3D tištěnou ocel DIEVAR, která byla po tisku popouštěná při teplotě 580 $^{\circ}\text{C}$ s výdrží 2 h na teplotě. Na snímcích z této analýzy lze dobře pozorovat segregaci Mo po hranicích zrn. Ze snímků SEM pro tento typ tepelného zpracování (Obr. 32b) bylo jasně znatelné, že došlo k oslabení viditelnosti hranic buněčné morfologie a z EDS analýzy je nyní pozorovatelná segregace prvků po hranicích těchto buněk. Dále lze pozorovat velice jemné částice menší než 1 μm , které jsou bohaté na Si.



Obr. 35 Mapová EDS analýza 3D tištěné oceli DIEVAR, která byla po tisku popouštěná při teplotě 580 °C s dobou expozice 2 h.

Obr. 36 obsahuje snímky 3D tištěné oceli DIEVAR po tisku kalené při teplotě 1025 °C do oleje. Z výsledku EDS analýzy pro tuto ocel lze pozorovat částice bohaté na V. Tyto částice jsou opět velmi malé, menší než 1 µm. I když by se mohlo zdát, že tyto částice jsou vyloučené podle jakési hranice, ze snímků pozorovaných pomocí SEM lze určit, že umístění těchto částic je náhodné a jsou v matici rozmístěny rovnoměrně.



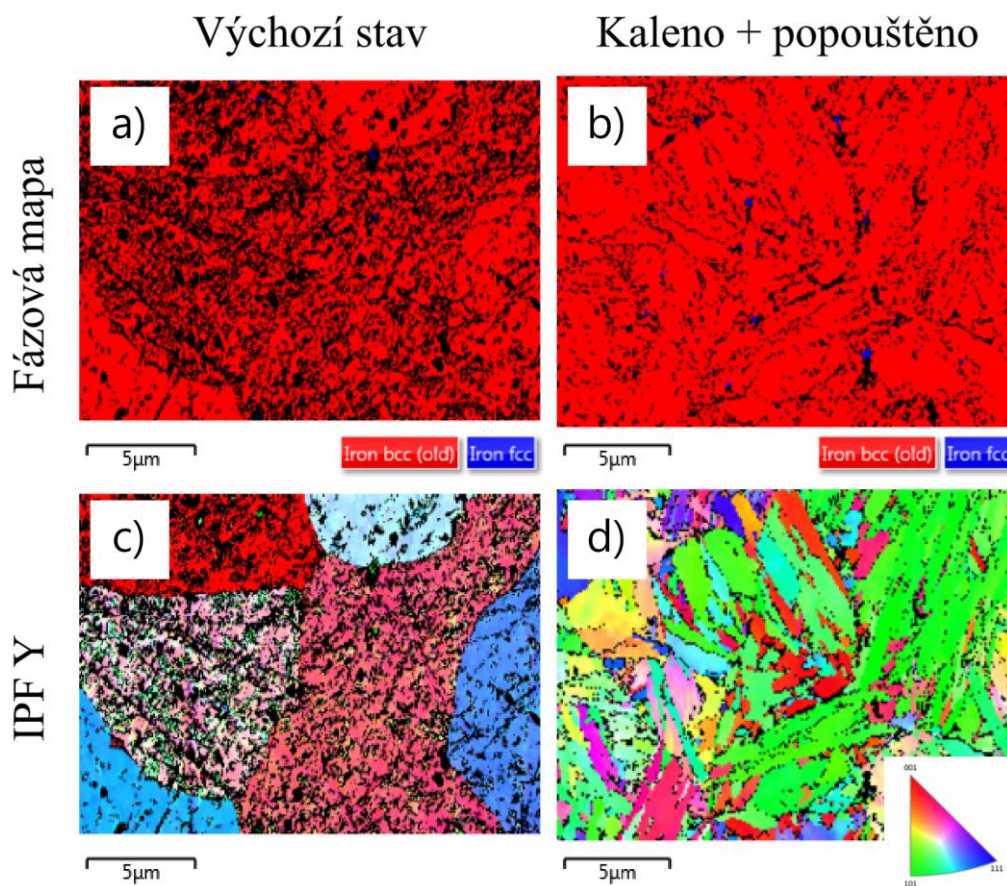
Obr. 36 Mapová EDS analýza 3D tištěné oceli DIEVAR, která byla po tisku kalená v oleji s teplotou austenitizace 1025 °C s dobou výdrže 1 h na teplotě.

3.4.4 EBSD analýza

EBSA analýza poskytuje informaci o podílu fází v materiálu a zároveň ukazuje rozmístění a směr zrn v analyzovaném materiálu. V tomto experimentálním programu byla EBSA provedena, aby bylo možné pozorovat změnu fází a vývoj zrn v analyzovaných ocelích vzhledem k použitému tepelnému zpracování.

3.4.4.1 Konvenční ocel H13

Obr. 37 ukazuje fázovou mapu a obrisy inverzního pole pro konvenční ocel H13 ve výchozím stavu a ve stavu kaleném na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na této teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C s dobou expozice 4 h na této teplotě. Z fázových map viz Obr. 37 a) a c) je možné pozorovat, že konvenční ocel H13 obsahuje především prostorově centrovanou mřížku (bcc) matrice, která je na fázové mapě znázorněná červenou barvou. Pro výchozí stav představuje bcc mřížka ferit a pro ocel kalený a popouštěný martenzit. Modrá barva na fázové mapě ukazuje plošně centrovanou mřížku (fcc), která představuje austenit. V porovnání velikosti zrn pro oba stavy této oceli je zřejmé, že ocel ve výchozím stavu (Obr. 37 c) obsahuje větší, více zaoblená zrna. Oproti tomu ocel kalená a popouštěná (Obr. 37 d) vykazuje ostrá jemná zrna.

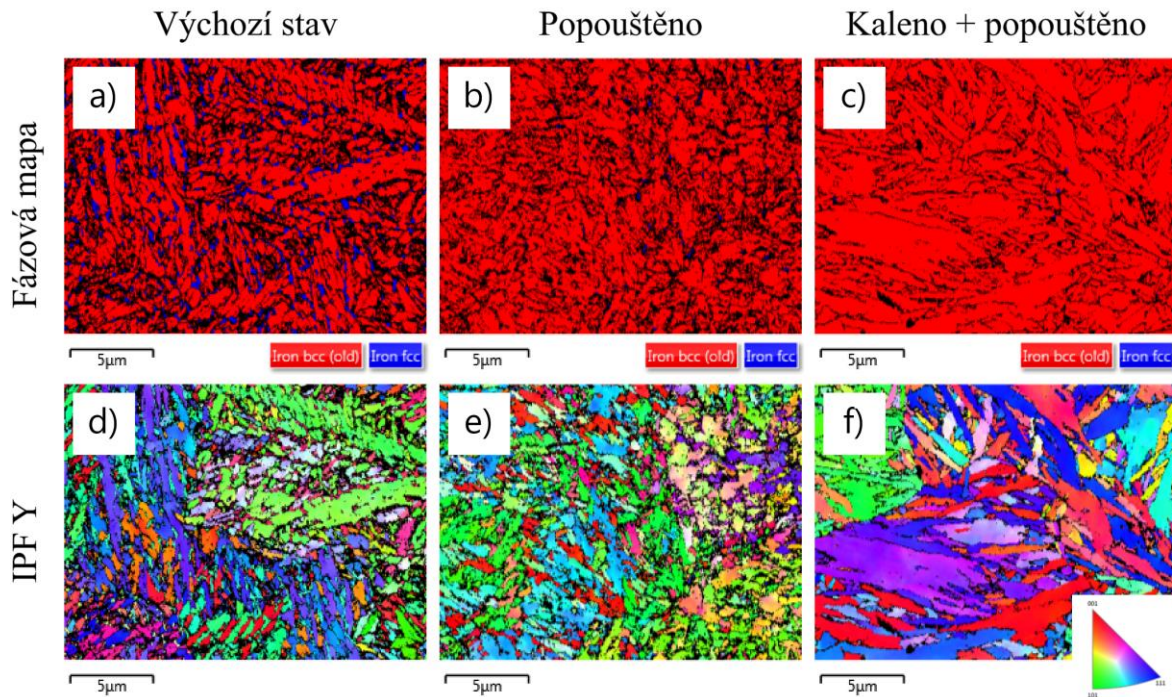


Obr. 37 Fázová mapa a), b) a inverzní pólové obrazce c), d) získané EBSD analýzou pro konvenční ocel H13 ve a) a c) výchozím stavu a b) a d) kalenou při teplotě 1010 °C s výdrží 45 min na teplotě a následným popouštěním při teplotě 540 °C s dobou expozice 4 h.

3.4.4.2 3D tištěná ocel H13

Obr. 38 ukazuje výsledky EBSA analýzy pro 3D tištěnou ocel H13 a to ve výchozím stavu, popouštěném při teplotě 540 °C s výdrží 4 h na teplotě a kaleném na vzduchu s teplotou

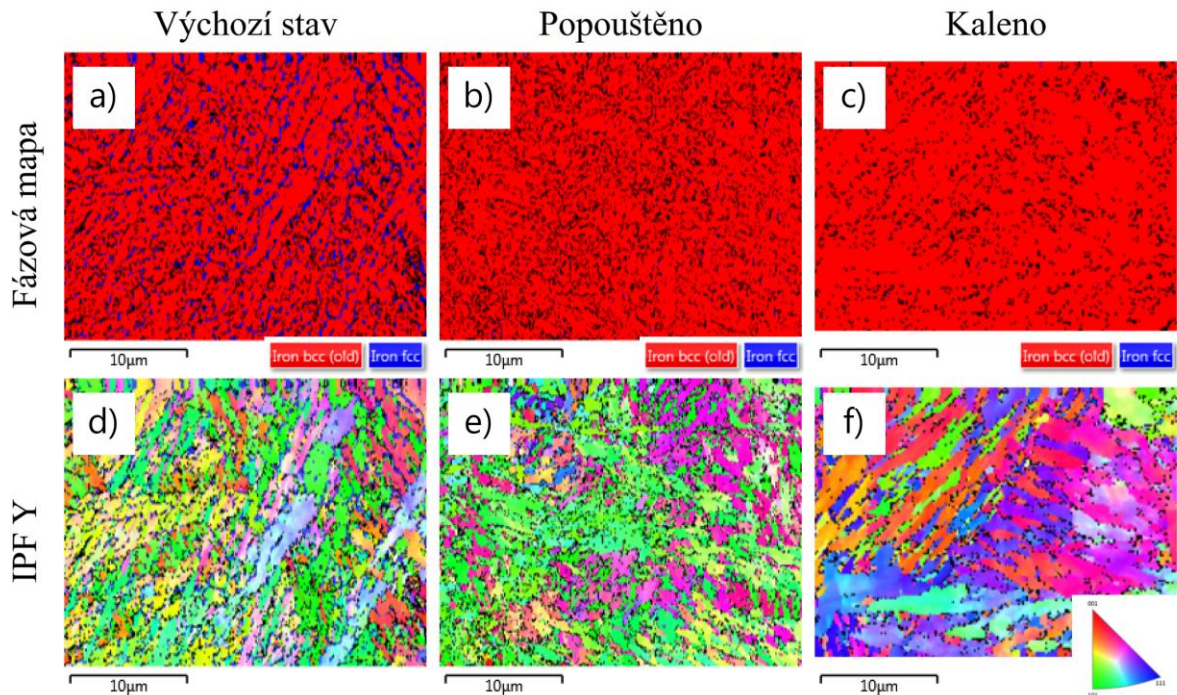
austenitizace 1010 °C a výdrž 45 min na teplotě s následným popouštěním při teplotě 540 °C s výdrž 4 h na teplotě. Z fázových map je možné pozorovat, že výchozí stav vykazuje největší množství modré barvy, tedy mřížky fcc představující zbytkový austenit. U oceli kalené a oceli kalené a popouštěné je výrazně menší obsah mřížky fcc, která by v tomto případě představovala spíše reverzní austenit. Z inverzních pólových obrazců lze pozorovat, že oproti konvenční oceli (Obr. 37) má struktura 3D tištěné oceli velice jemná zrna. Prakticky srovnatelnou velikost zrn jeví ocel ve výchozím stavu a popouštěném po tisku viz Obr. 38d) a e). Pokud je ocel po tisku zakalená a teprve potom popouštěná, má zřetelně větší zrna (Obr. 38f).



Obr. 38 Fázová mapa a), b), c) a inverzní pólové obrazce d), e), f) získané EBSD analýzou pro 3D tištěnou ocel H13 ve a) a d) výchozím stavu, b) a e) po tisku popouštěnou při teplotě 540 °C s výdrž 4 h na teplotě, c) a f) kalenou při teplotě 1010 °C s výdrž 45 min na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 540 °C s dobou expozice 4 h.

3.4.4.3 3D tištěná ocel DIEVAR

Obr. 39 obsahuje výsledky EBSD analýzy pro 3D tištěnou ocel DIEVAR. Tepelné režimy analyzované pro tento typ oceli byly výchozí stav, popouštěno při teplotě 580 °C s výdrž 2 h na teplotě a po tisku kaleno do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C s výdrž 1 h na teplotě. Z fázových map je pozorovatelný podobný trend jako u 3D tištěné oceli H13 (Obr. 38). Ocel DIEVAR ve výchozím stavu (Obr. 39a) má největší obsah fcc fáze, jenž představuje zbytkový austenit. V korelaci s inverzními pólovými obrazci je možné pozorovat, že reverzní austenit se nachází především po hranicích zrn. Pokud byla ocel popouštěná, anebo kalená, nejví pak téměř žádný obsah reverzního austenitu a je tak téměř exkluzivně tvořena mřížkou bcc, jenž představuje v tomto případě martenzit. Velikost zrna oceli ve výchozím stavu a po tisku popouštěné viz Obr. 39 d) a e) je prakticky identická a teprve v porovnání s ocelí po tisku kalenou (Obr. 39 f) lze pozorovat rozdíl. Ocel kalená pak jeví zřetelně hrubší zrna.



Obr. 39 Fázová mapa a), b), c) a inverzní pólové obrazce d), e), f) získané EBSD analýzou pro 3D tištěnou ocel DIEVAR ve a) a d) výchozím stavu, b) a e) po tisku popouštěnou při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě, c) a f) kalenou při teplotě 1025 °C s výdrží 1 h na teplotě.

3.4.5 Fázová analýza (XRD analýza)

Pro přesné vyhodnocení procentuálního zastoupení austenitu ve strukturách vybraných experimentálních vzorků byla zhotovena XRD difrakční analýza. Pro tuto doplňkovou analýzu bylo vybráno celkem deset vzorků. Všechny vybrané vzorky byly z 3D tištěného materiálu a pět z nich bylo z oceli H13 a pět z oceli DIEVAR.

V Tab. 6 jsou uvedeny naměřené procentuální podíly austenitu na vybraných vzorcích. Vzorky 3D tištěného materiálu H13 a DIEVAR ve výchozím stavu obsahovaly největší zastoupení procentuálních podílů austenitu, a to pro ocel H13 26,5 % a ocel DIEVAR 22,5 %. Oproti tomu u vzorků podrobených tepelnému zpracování bylo toto procento značně nižší. Nejnižšího podílu austenitu potom dosahoval vzorek z 3D tištěné oceli DIEVAR, který byl po tisku kalen do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží 1 h na teplotě a následným dvojnásobným popouštěním při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě. Tento vzorek byl vyhodnocen tak, že neobsahuje žádný podíl austenitu v jeho struktuře.

Tab. 6 Podíly austenitu ve vybraných experimentálních vzorcích zjištěných pomocí XRD.

Vzorek	H13-0	H13-1	H13-2	H13-3	H13-4	D-0	D-1	D-2	D-4	D-6
Austenit (obj.%)	26,5	10,7	3,1	6,4	<2	22,5	5,8	6,5	4,6	0

3.5 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti byly analyzovány pomocí zkoušky vrubové houževnatosti provedené v laboratoři Mechanické zkušebny RTI, zkoušky tahem provedené v Laboratoři experimentálního tváření RTI a laboratoři mechanické zkušebny RTI, a nakonec zkoušky tvrdosti dle Vickerse provedené v Metalografické laboratoři RTI.

Všechny provedené zkoušky probíhaly při pokojové teplotě a hodnoty naměřené pomocí provedených zkoušek jsou uvedeny v Tab. 7.

Tab. 7 Hodnoty smluvní meze kluzu v tahu ($R_{p0.2}$), meze pevnosti v tahu (R_m), tažnosti ($A_{5,65}$), vrubové houževnatosti (W) a tvrdosti HV10 naměřené pomocí provedených zkoušek na experimentálních vzorcích.

Vzorek	$R_{p0.2}$ [MPa]	R_m [MPa]	$A_{5,65}$ [%]	W [J]	Tvrdost [HV10]
H13-0	1136±45	1869±34	12±5	-	556±3
H13-1	1710±19	2279±21	3±1	2±1	680±3
H13-2	2015±70	2305±4	4±1	2±1	675±7
H13-3	1407±7	1975±3	8±2	4±1	566±5
H13-4	1697±51	2041±13	7±1	3±1	585±10
H13-5	1675±25	1950±19	7±2	4±1	576±1
K-0	294±5	560±10	40±1	-	172±4
K-1	1509±203	1974±5	5±1	-	570±4
K-2	1734±288	2067±16	4±1	-	615±4
D-0	1106±3	1747±15	20±5	-	535±4
D-1	1210±5	1843±6	20±4	-	550±2
D-2	1591±15	2077±9	15±5	15±1	627±4
D-3	1673±13	1948±29	20±1	9±2	612±6
D-4	1339±4	2089±118	12±2	9±3	601±8
D-5	1382±5	1748±21	20±1	23±3	539±3
D-6	1424±6	1736±31	18±4	15±1	532±3
D-7	1260±3	1497±15	22±1	28±2	466±1

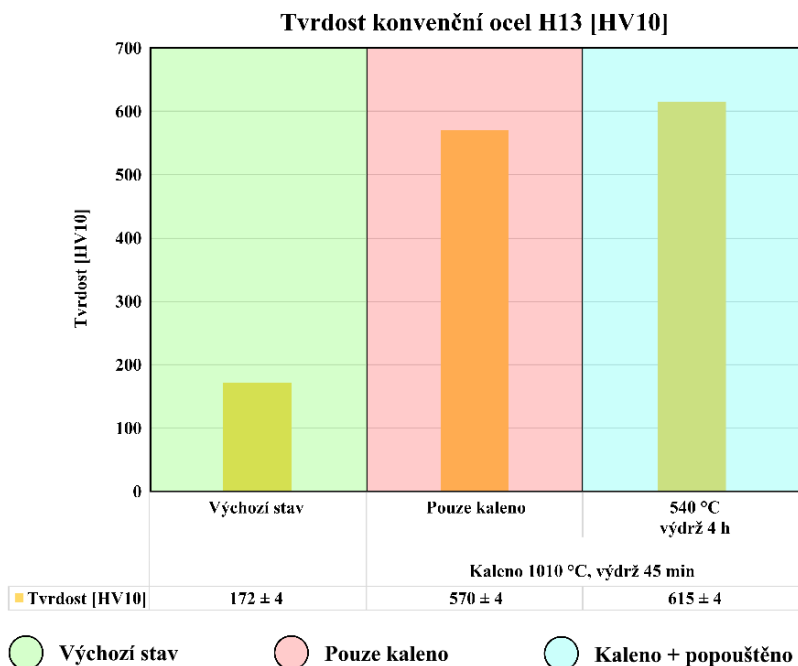
3.5.1 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Jako první z mechanických vlastností byla zkoušena tvrdost, a to tvrdost dle Vickerse HV10. Na všech vzorcích byly provedeny tři vtisky, které byly následně zprůměrovány a došlo k určení směrodatné odchylky.

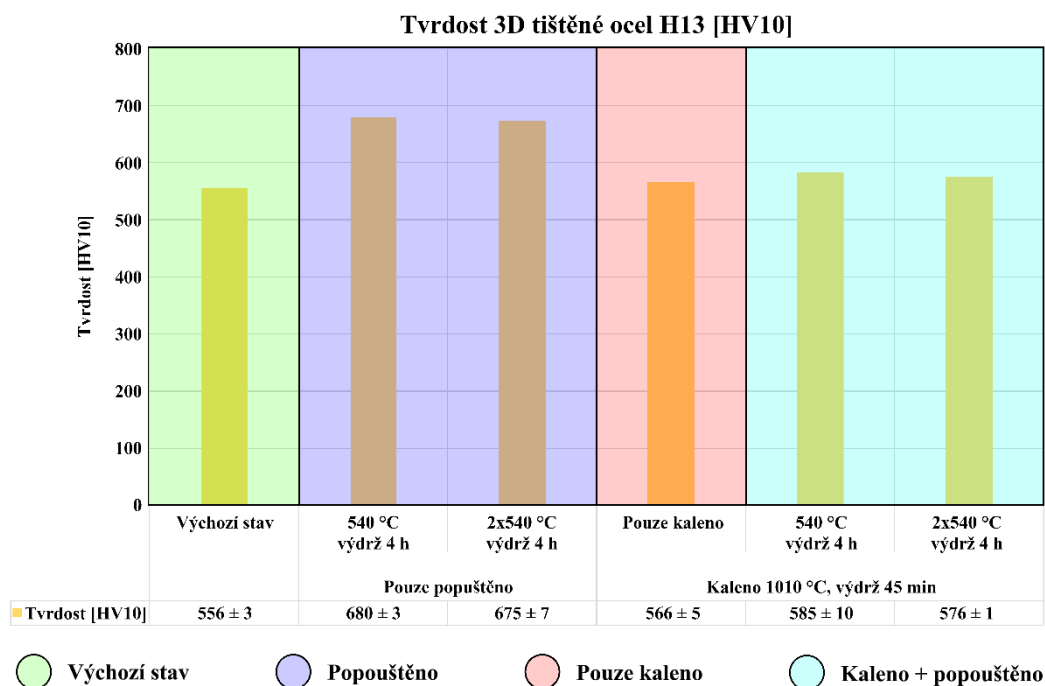
3.5.1.1 Ocel H13

Obr. 40 a Obr. 41 ukazují získané hodnoty tvrdosti včetně směrodatné odchylky. Pro konvenční ocel byl vzorek s nejvyšší naměřenou tvrdostí ten, který byl tepelně zpracován kalením s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na teplotě s následným popouštěním při 540 °C a výdrží 4 h na teplotě. Tento vzorek dosahoval 615±4 HV10. Oproti tomu vzorek

ze série 3D tištěných vzorků oceli H13, jenž dosahoval největší tvrdosti byl ten, který byl ve stavu po tisku popouštěn při teplotě 540 °C po dobu 4 h. Tento vzorek dosahoval 680±3 HV10.



Obr. 40 Získané hodnoty tvrdosti HV10 pro ocel H13 konvenční.

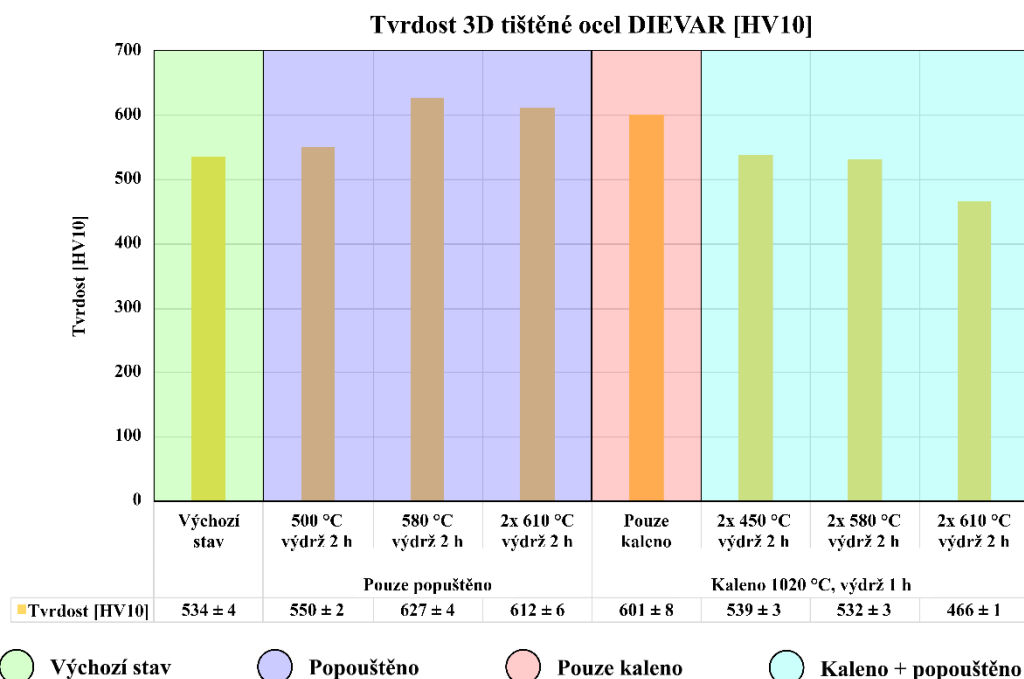


Obr. 41 Získané hodnoty tvrdosti HV10 pro ocel H13 3D tištěnou.

3.5.1.2 Ocel DIEVAR

Získané hodnoty tvrdosti pro 3D tištěnou ocel DIEVAR jsou uvedeny v Obr. 42 a to včetně směrodatné odchylky. Vzorek s nejvyšší tvrdostí 627±4 HV10 pro tento druh oceli byl ten, který byl ve stavu po tisku popouštěn při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě. Vzorky, které byly po tisku kalené a až poté popouštěné postupně se zvýšením popouštěcí teploty

ztrácely dosahovanou tvrdost. Vzorek s nejmenší naměřenou hodnotou tvrdosti byl tedy ten, který byl po tisku kalen do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží 1 h na teplotě a následným dvojnásobným popouštěním při teplotě 610 °C po dobu 2 h. Tento vzorek dosahoval 466±1 MPa.



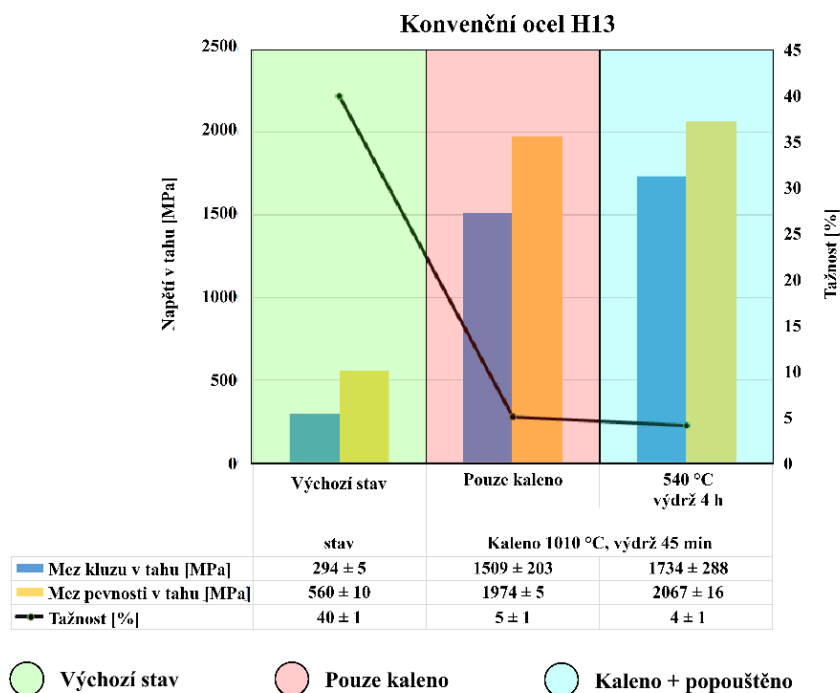
Obr. 42 Získané hodnoty tvrdosti HV10 pro 3D tištěnou ocel DIEVAR.

3.5.2 Tahová zkouška

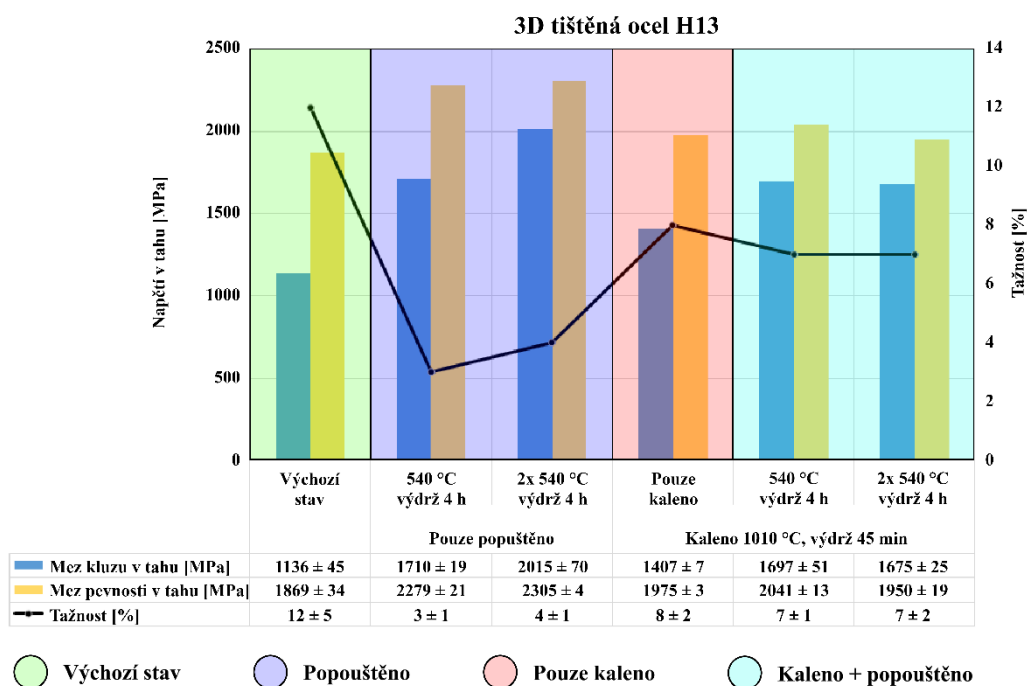
Po naměření tvrdosti byly vzorky podrobeny tahové zkoušce. Byla zjištěna mez kluzu v tahu, mez pevnosti v tahu a tažnost. Aby došlo k zjištění korektních výsledků, byly v každém režimu tepelného zpracování zkoušeny tři vzorky. Následně došlo k zprůměrování výsledků a výpočtu směrodatné odchylky.

3.5.2.1 Ocel H13

Obr. 43 a Obr. 44 obsahují hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro ocel H13, a to jak konvenční, tak 3D tištěnou. Ocel s nejvyšší hodnotou tažnosti byla ocel konvenční ve výchozím stavu. Tato ocel dosáhla tažnosti 40±1 %. Nejvyšší hodnoty meze kluzu a meze pevnosti u konvenční oceli potom dosahovala ocel, která byla kalená na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na teplotě s následným popouštěním při teplotě 540 °C a výdrží 4 h. Tato ocel tedy dosahovala meze kluzu v tahu 1734±288 MPa a meze pevnosti 2067±16 MPa. Oproti tomu ocel 3D tištěná dosahovala větších hodnot meze kluzu a meze pevnosti, ale menších tažností. Nejvyšší tažnosti dosáhla ocel opět ve výchozím stavu, a to 12±5 %. Nejvyšší meze pevnosti a meze kluzu, 2015±70 MPa a 2305±4 MPa, dosáhla ocel, která byla ve stavu po tisku dvakrát popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží 4 h na teplotě.



Obr. 43 Hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro ocel H13 konvenční.

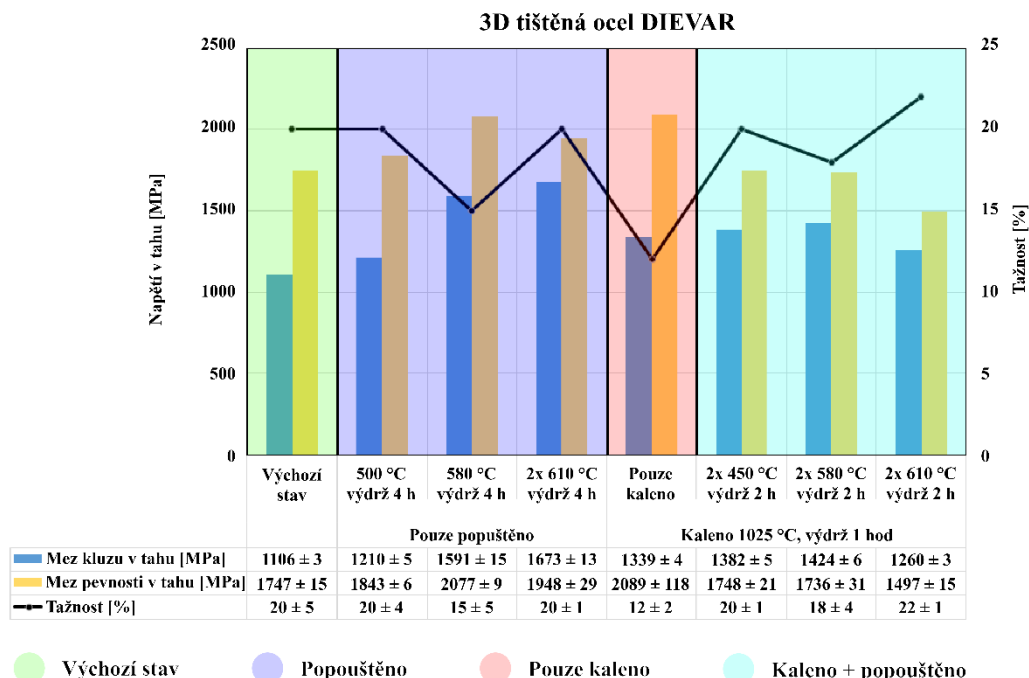


Obr. 44 Hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro ocel H13 3D tištěné.

3.5.2.2 Ocel DIEVAR

Obr. 45 ukazuje získané hodnoty mechanických vlastností, které byly zjištěné při tahové zkoušce pro 3D tištěnou ocel DIEVAR. Nejvyšší tažnosti pro 3D tištěnou ocel DIEVAR dosahovala ocel, která byla po tisku kalená do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží 45 min na teplotě. Hodnota tažnosti pro tuto ocel byla 22±1 %. Nejvyšší meze kluzu a meze

pevnosti dosahovaly u oceli DIEVAR rozdílné vzorky. Hodnoty meze kluzu v tahu 1673 ± 13 MPa dosahovala ocel, jež byla po tisku dvakrát popouštěná při teplotě 610°C s výdrží 2 h na teplotě. Oproti tomu nejvyšší meze pevnosti v tahu dosahoval vzorek, který byl po tisku pouze kalen do oleje s teplotou austenitizace 1025°C a výdrží 1 h na teplotě. Hodnota meze pevnosti pro tento vzorek byla 2089 ± 118 MPa.



Obr. 45 Hodnoty získané pomocí tahové zkoušky pro 3D tištěnou ocel DIEVAR.

3.5.3 Zkouška vrubové houževnatosti

Další ze zkoušek mechanických vlastností byla zkouška vrubové houževnatosti. Tato zkouška proběhla pouze na vybraných experimentálních vzorcích. Stejně jako u předchozích zkoušek, došlo ke zkoušení tří vzorků, aby pak mohlo dojít k zprůměrování naměřených hodnot a výpočtu směrodatné odchylky.

V Tab. 8 jsou uvedeny hodnoty získané zkouškou vrubové houževnatosti pro vybrané vzorky. Pro tuto zkoušku byly vybrány pouze některé experimentální vzorky, a to pouze z 3D tištěných sad ocelí H13 a DIEVAR. Nejmenší hodnoty práce nutné na šíření trhliny dosahovala 3D tištěná ocel H13 a to ve dvou stavech. Ve stavu po tisku popouštěném při teplotě 540°C , a to jednou popouštěným a i dvakrát popouštěným. Tato hodnota byla 2 ± 1 J. Největší hodnota práce nutné pro šíření trhliny dosahovala 3D tištěná ocel DIEVAR, která byla po tisku kalena do oleje s teplotou austenitizace 1025°C s výdrží 1 h na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 610°C a výdrží 2 h na teplotě.

Tab. 8 Hodnoty práce nutné na šíření trhliny získané pomocí zkoušky vrubové houževnatosti pro vybrané experimentální vzorky z 3D tištěné oceli H13 a DIEVAR.

Vzorek	H13-1	H13-2	H13-3	H13-4	H13-5	D-2	D-3	D-4	D-5	D-6	D-7
W [J]	2±1	2±1	4±1	3±1	4±1	15±1	9±2	9±3	23±3	15±1	28±2

3.5.4 Tribologie

Pro zjištění odolnosti proti opotřebení byla provedena tribologická zkouška. Tato zkouška byla opět provedena pouze na vybraných experimentálních vzorcích. Pracovní parametry tribometru jsou uvedeny v Tab. 9.

Tab. 9 Pracovní parametry tribometru.

Pracovní těleso	Kulička o průměru 6 mm, materiál Al ₂ O ₃
Zátěž [N]	10
Počet cyklů [-]	10 000
Otáčky motoru [rpm]	300
Rádus [mm]	3

Měření probíhalo na vybraných experimentálních vzorcích pomocí dvou metod, a to metodou hmotnostního úbytku a objemu drážky (měření šířky drážky). Díky velmi malým hodnotám odebrané hmotnosti, které se pohybovaly v tisícinách gramu a tím pádem mohlo dojít k chybě vážení, lze usoudit, že metoda měření šířky drážky bude přesnější metodou. Stále lze ale metodu hmotnostního úbytku brát jako orientační a porovnat mezi sebou výsledky obou metod. Kompletní výsledky jsou potom uvedeny v Obr. 46.

3.5.4.1 Metoda hmotnostního úbytku

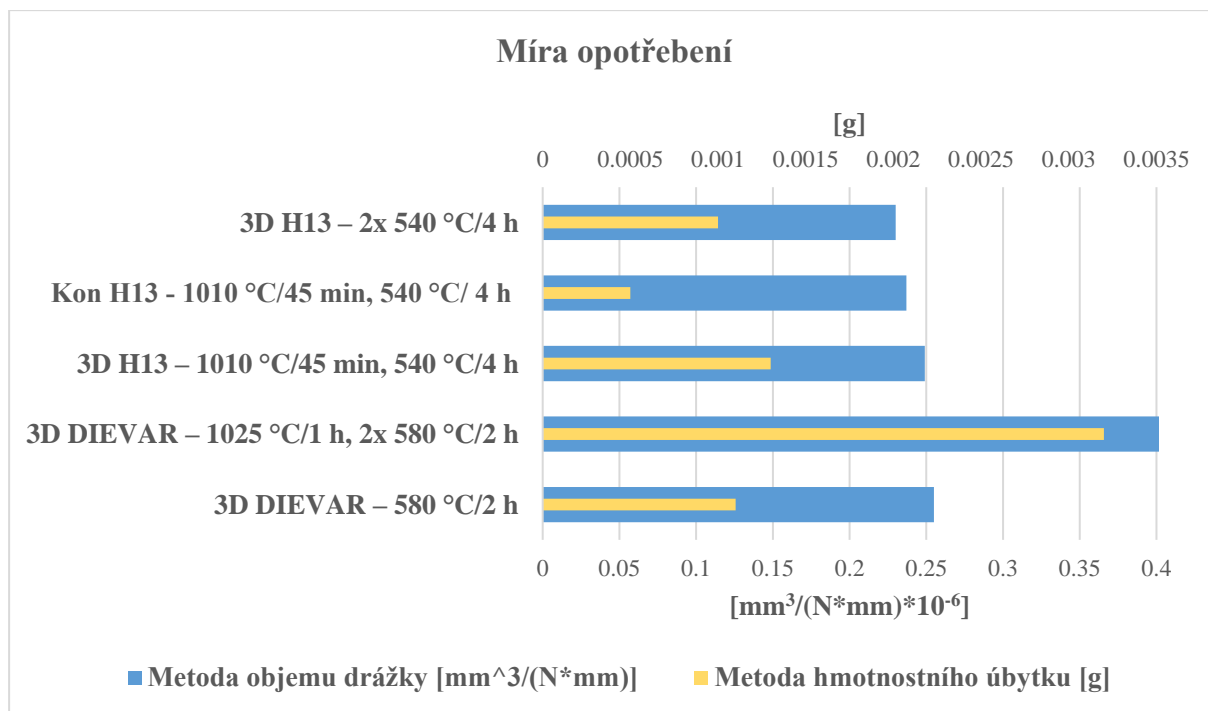
Jak z názvu této metody vypovídá, dochází při ní k porovnání úbytku hmotnosti experimentálního vzorku před a po tribologické zkoušce. V Tab. 10 jsou uvedeny naměřené hodnoty hmotnostního úbytku pro vybrané experimentální vzorky.

3.5.4.2 Metoda objemu drážky (měření šířky drážky)

Při této metodě se vzniklá drážka ve tvaru mezikružní měří celkem na 8 místech po 45°. Následně se pomocí naměřených hodnot určí odebraný objem, ze kterého následně dochází k výpočtu míry opotřebení. Vypočtené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 10.

Tab. 10 Hodnoty hmotnostního úbytku a míry opotřebení pomocí hodnot získaných při tribologické zkoušce.

Vzorek	Úbytek [g]	W [mm ³ /(N*mm)]
3D DIEVAR – 580 °C, 2 h	0,0011	1,35511E-07
3D DIEVAR –1025 °C/1 h, 2x 580 °C/2 h	0,0032	2,31222E-07
3 D H13 – 1010 °C/45 min, 540 °C/4 h	0,0013	1,31924E-07
Kon H13 - 1010 °C/45 min, 540 °C/4 h	0,0005	1,25525E-07
3 D H13 – 2x 540 °C/4 h	0,0010	1,21931E-07



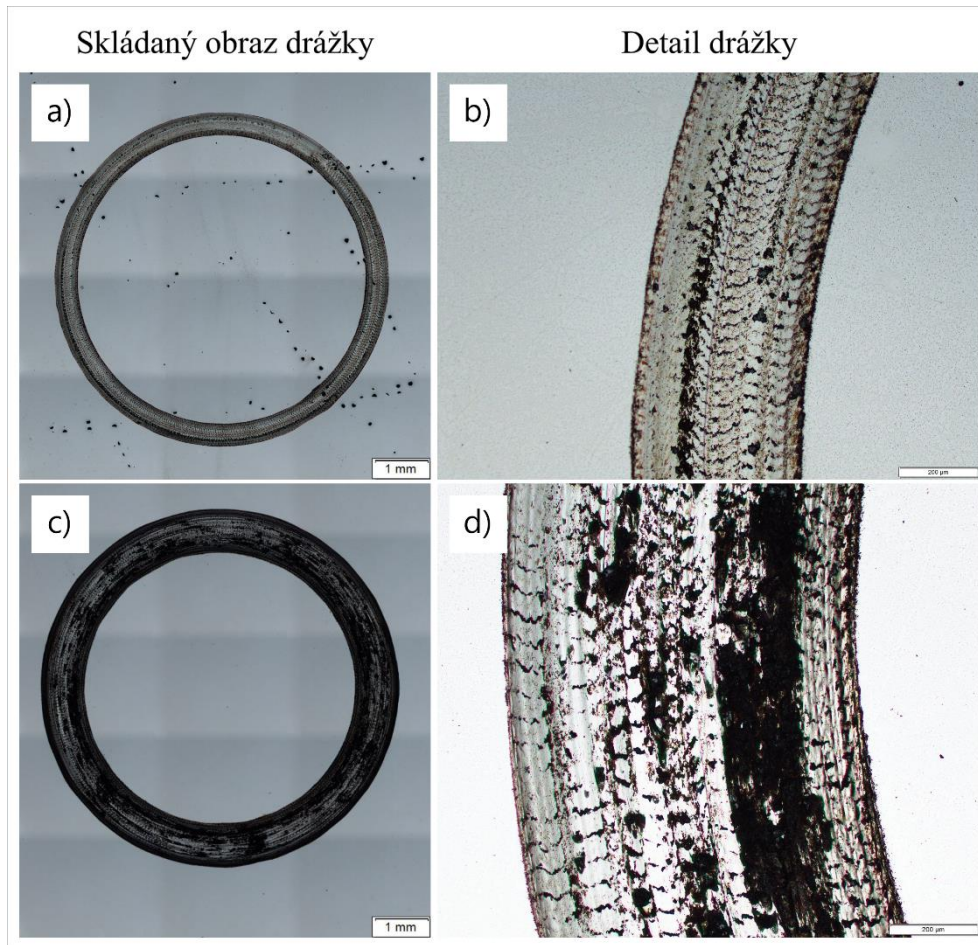
Obr. 46 Míra opotřebení vybraných experimentálních vzorků.

Z experimentálních vzorků bylo vybráno celkem pět na provedení zkoušky pro zjištění odolnosti proti opotřebení. Mezi vybrané vzorky patří tři vzorky z oceli H13 a z toho dva tištěné a jeden konvenční. Další dva vzorky byly z oceli DIEVAR. Experimentální vzorky byly vybrány tak, aby bylo možné porovnat vzorky, které byly z výchozího stavu kaleny s následným popouštěním anebo pouze popouštěny.

Jako první lze porovnat ocel H13 aditivně a konvenčně zpracovanou, kdy tyto oceli byly prvně kaleny při teplotě 1010 °C s dobou výdrže 45 min a následně popouštěny při teplotě 540 °C s dobou expozice 4 h. Oceli s tímto tepelným režimem mají velmi podobné výsledky míry opotřebení. Oproti tomu aditivně zpracovaná ocel H13, která byla podrobena stejnému režimu popouštění, ale bez předchozího kalení, jeví ze všech zkoumaných vzorků nejnižších hodnot míry opotřebení.

Pro ocel DIEVAR byl vybrán vzorek, který je popouštěný při teplotě 580 °C s dobou expozice 2 h, a jako druhý režim takový, kdy před tímto popouštěním byl vzorek ještě zakalen při teplotě 1025 °C s dobou výdrže na teplotě 1 h. Rozdíl v míře opotřebení u těchto dvou vzorků je poměrně markantní. Experimentální vzorek, který byl zakalen před popouštěním, vykazuje téměř 3x vyšší opotřebení oproti vzorku pouze popouštěnému.

Ke každému z vybraných experimentálních vzorků byl pořízen skládaný obraz se vzniklou drážkou viz Obr. 47 a) a c) a snímek s detailem drážky viz Obr. 47 b) a d).



Obr. 47 Skládaný obraz a detail drážky pro a) a b) 3D tištěnou ocel H13, která byla po tisku dvakrát popouštěná při teplotě 540 °C s výdrží 2 h na teplotě, c) a d) 3D tištěnou ocel DIEVAR, která byla po tisku kalená do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží 1 h na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C a výdrží 2 h na teplotě.

4 Shrnutí a diskuse výsledků

V rámci diplomové práce byla provedena mikrostrukturní analýza a vybrané zkoušky mechanických vlastností pro dva druhy ocelí pro výrobu nástrojů pro práci za tepla, a to ocel H13 a ocel DIEVAR. Ocel H13 byla zkoumaná v konvenčním stavu a stavu 3D tištěném pomocí aditivní technologie SLM. Ocel DIEVAR pak byla zkoumána pouze ve 3D tištěném stavu, vyrobená stejnou technologií jako ocel H13. Dané experimentální vzorky byly zkoumány buďto ve výchozím stavu, anebo po tepelném zpracování, které bylo v rámci experimentálního programu odzkoušeno.

Pro mikrostrukturní analýzy experimentálních vzorků byla nejdříve provedena světelná mikroskopie, po které následovalo zkoumání vzorků na řádkovacím elektronovém mikroskopu. Díky SEM technologii byly také pořízeny EDS a EBSD analýzy umožňující detailnější popis mikrostruktury. Po zhotovení všech požadovaných mikrostrukturních analýz byly vzorky zkoušeny pro zjištění jejich mechanických vlastností. Jako první byla provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse, následovaná zkouškou tahem, zkouškou vrubové houževnatosti a v závěru práce byla provedena tribologie pro zjištění odolnosti proti opotřebení.

Úvodem experimentálního programu došlo k charakterizaci vstupního materiálu. Pro 3D tisk je vstupním materiálem ocelový prášek, na kterém byla provedena analýza chemického složení a určení velikosti zrna. Zjištěné chemické složení vzorků z 3D tištěných ocelí H13 a DIEVAR odpovídalo údajům udávaným výrobcem. Velikost prášku udávaná výrobcem je v rozmezí 10–45 μm [48]. Naměřená průměrná velikost zrna prášku pro ocel DIEVAR byla 24 μm . Pro 3D tištěnou ocel H13 to pak bylo 29 μm . Konvenční ocel H13 byla dodána ve formě tyče. Dalším krokem byla optimalizace parametrů tisku. Tato optimalizace proběhla pomocí hodnocení pórovitosti tištěných vzorků. Parametry tisku pro sadu vzorků, která jevila pórovitost nejmenší, pak byly použity pro všechny experimentální vzorky. Hodnocení pórovitosti probíhalo v Metalografické laboratoři RTI a samotný tisk experimentálních vzorků potom na Technické univerzitě v Liberci, Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace. Jako optimální parametry tisku pro obě tištěné oceli byl zvolen výkon laseru 350 W, skenovací rychlost 1042 mm/s a objemovou energii 70 J/mm³. Tyto parametry jsou odlišné od parametrů použitých ve studii [29], kde byla ocel H13 tištěna na stejném zařízení. Ovšem v případě této práce byly jako optimální parametry zvoleny výše uvedené, a to bez zjevné příčiny pro tuto odlišnost.

S optimalizovanými parametry tisku potom došlo k vytištění, odebrání experimentálních vzorků a jejich tepelnému zpracování. Režimy tepelného zpracování byly voleny vzhledem k režimům, které byly zkoumané v rešerši této práce [23, 35, 36]. 3D tištěné vzorky obou ocelí pak byly tepelně zpracovávány buďto několikanásobným popouštěním ihned ve výchozím stavu, a to v rozsahu teplot 500-610 °C a různou dobou výdrže na těchto teplotách. Dále kalením na vzduchu nebo do oleje s teplotou austenitizace 1010 °C a 1025 °C, a nebo kalením ve zmíněných teplotách s následnými několika popouštěními v rozsahu teplot 450-610 °C a různou dobou expozice. Konvenční ocel zkoumaná v této diplomové práci byla ve výchozím stavu, ve kterém byla obdržena od dodavatele (žiháno na 167-170 HBW), kalena na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C, anebo kalena se zmíněnou teplotou a popouštěna při 540 °C s výdrží 4 h na teplotě.

Jako první z mikrostrukturních analýz byla provedena světelná mikroskopie. Ze snímků ze světelného mikroskopu bylo patrné, že 3D tištěné oceli H13 a DIEVAR ve výchozím stavu jeví typickou buněčnou strukturu po tisku, kterou je možné pozorovat v mnoha studiích [30, 43, 44, 55], kde se objevují 3D tištěné oceli vyrobené technologií SLM. Příčinu vzniku této buněčné morfologie popisuje například studie Wang a kol. [56]. Tato studie uvádí, že díky rychlému

tuhnutí dochází k segregaci těžkých prvků jako Cr, Mo a V na hranici roztavené lázně a díky tomu dochází k tvorbě buněčné struktury. Zároveň je možné potvrdit výsledky této studie ze získaných výsledků EDS analýzy, kdy byly na 3D tištěné oceli DIEVAR jasné znatelné hranice zrn, které byly obohacené o Mo. Ze snímků pořízených pomocí SEM lze určit, že tyto martenzitické buňky jsou velké přibližně 1 μm . Pomocí EBSD analýzy bylo také možné pozorovat, že po hranicích těchto buněk se vyskytuje reverzní austenit. Takto vyloučený austenit podél hranice těchto buněk má plošně centrovanou kubickou mřížku (fcc), přičemž zbytek matrice, jež tvoří většinu materiálu má prostorově centrovanou kubickou mřížku (bcc). Prostorově centrovaná kubická mřížka v tomto případě představuje martenzit. Obecně ve studiích [55, 56], které sledují množství reverzního austenitu se ho nachází kolem 10-15 %. V této práci jsme pozorovali znatelně menší podíl, a to kolem 1-2 %. Tento fakt může být hlavně z důvodu velkého množství tzv. „zero solutions“, tedy míst, které se nepovedlo EBSD analýzou určit. Tato špatně určitelná místa jsou v materiálu díky jeho velice jemné mikrostruktuře a přesnější metoda na určení podílu reverzního austenitu, oproti EBSD analýze, by byla rentgenová difrakční analýza. Tato analýza potom proběhla v další části experimentálního programu. Výchozí stav 3D tištěných ocelí H13 a DIEVAR lze porovnat s výchozím stavem konvenční oceli H13. Konvenční ocel ve výchozím stavu jevila na snímcích z elektronového mikroskopu feritickou strukturu s velice jemnými a rovnoměrně rozmístěnými karbidy. Tyto karbidické částice se pak na výsledcích z EDS analýzy jevily jako bohaté na prvky V a Mo. Z EBSD analýzy bylo možné pozorovat hrubá zrna v mikrostruktuře oproti velice jemné mikrostruktuře 3D tištěné oceli.

Dalšími vzorky, které byly porovnány u 3D tištěných ocelí, byly ty pouze popouštěné po tisku. Tyto experimentální vzorky opět obsahovaly velmi podobné úkazy u obou zkoumaných aditivně připravených ocelí. Ze snímků získaných světelnou mikroskopií lze pozorovat, že laťky martenzitu jsou poněkud ostřejší. Původní buněčná morfologie výchozího stavu, jež měla buňky vesměs stejnoměrné geometrie a orientace, přechází v protáhlejší buněčnou morfologii, a to hlavně po hranicích stop, které vznikly po průchodu laserového paprsku. V některých částech byl pozorován epitaxní růst buněk. Popis změny mikrostruktuře pro 3D tištěnou ocel H13 nabízí například studie Chen a kol. [43]. Tato studie říká, že pokud je teplota popouštění do 450 °C, nedochází k žádným velkým pozorovatelným změnám. Pokud se však ale teplota popouštění zvýší na 550-650 °C, uhlík se vysráží z matrice a reaguje s legujícími prvky za tvorby několika karbidů jako například Mo_2C , VC a Cr_7C_3 . Z výsledků EBSD analýzy lze pozorovat, že mikrostruktura materiálu zůstala velmi jemná a reverzní austenit, který se nacházel ve výchozím stavu, vymizel.

Dalším tepelným režimem, který byl proveden pro oba typy zkoumaných tištěných ocelí a též pro ocel H13 v konvenčním stavu, je kalení s následným popouštěním. Tento způsob tepelného zpracování je doporučován výrobcí obou těchto ocelí [48, 49]. V rámci této diplomové práce bylo provedeno kalení s austenitizační teplotou 1010 °C pro ocel H13 a 1025 °C pro ocel DIEVAR. Tyto teploty jsou lehce nižší, než udává výrobce, ale dle práce Shirai a kol. [44] nemá nižší teplota austenitizace pro 3D tištěnou ocel DIEVAR nijak velký vliv. Tato studie tento fakt připisuje tomu, že vysoce stabilní karbidy nedostaly šanci se zformovat v teplotách okolo 1020 °C. Snímky ze světelného mikroskopu jsou pro všechny zkoumané vzorky s tímto režimem tepelného zpracování velice podobné. Mikrostruktura je velmi jemná a obsahuje popouštěný martenzit s určitým obsahem bainitu. Snímky získané pomocí SEM nám dále ukazují jemné laťky martenzitu a kompletní anihilaci buněčné morfologie u 3D tištěných vzorků u obou typů ocelí. Mikrostruktura 3D tištěných vzorků je tedy srovnatelná s ocelí konvenčně vyrobenou. Na snímcích z EDS analýzy 3D tištěné oceli H13 s tímto režimem tepelného zpracování lze pozorovat velice jemné částice bohaté na vanad, které mají velikost menší než 1 μm . U oceli DIEVAR lze kromě částic bohaté na V také ještě jemnější částice,

kteří ukazují zvýšený obsah Si. Způsob tvoření karbidů u oceli DIEVAR popisuje studie Xie a kol. [45]. Výsledky této studie jdou v souladu s výsledky provedených EDS analýz na této oceli, jelikož dochází k závěru, že na hranicích zrn dochází díky segregaci k tvoření karbidů prvků Mo a Cr.

Poslední doplňkovou analýzou zhotovenou v rámci hodnocení mikrostruktury byla XRD analýza. Ta měla za úkol přesné vyhodnocení procentuálního podílu austenitu ve vybraných experimentálních vzorcích. 3D tištěné vzorky ocelí H13 a DIEVAR obsahovaly ve výchozím stavu největší podíl navráceného austenitu a to 26,5 % pro ocel H13 a 22,5 pro ocel DIEVAR. Důvod, proč výchozí stav těchto 3D tištěných ocelí obsahuje největší procento austenitu, popisují studie [43, 61]. Tyto studie připisují tento fakt tomu, že při procesu přeměny martenzitu může být část austenitu stabilizována difuzí uhlíku s uhlíkem přesyceného martenzitu do austenitu. Z dalších výsledků této analýzy je pak možné sledovat úbytek podílu austenitu vzhledem k použitému tepelnému zpracování. Nejmenší podíl austenitu byl pak pozorován u vzorku z oceli DIEVAR, který byl po tisku kalen do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrží 1 h na teplotě a následným dvojnásobným popouštěním při teplotě 580 °C s výdrží 2 h na teplotě. Podle výsledků XRD analýzy tento vzorek neobsahoval žádný austenit v jeho mikrostruktuře.

Další náplní této diplomové práce bylo stanovit mechanické vlastnosti experimentálních vzorků. Ze zkoušek mechanických vlastností proběhla zkouška dle Vickerse, tahová zkouška, zkouška vrubové houževnatosti a závěrem proběhla zkouška tribologická, která měla za úkol zjistit odolnost materiálu proti opotřebení.

Zkouška tvrdosti proběhla dle Vickerse a nabízí porovnání oceli H13 konvenční a 3D tištěné. Ocel konvenční dosahovala tvrdosti 570±4 HV10 pro experimentální vzorek, který byl kalen na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrží 45 min na teplotě. Vzorek 3D tištěný se stejným režimem tepelného zpracování jevil téměř stejnou tvrdost, a to 566±5 HV10. Experimentální vzorek, který byl po kalení dále ještě popouštěn při teplotě 540 °C s výdrží 4 h na teplotě potom vykazoval hodnotu 588±10 HV10 pro ocel 3D tištěnou a 615±4 HV10 pro ocel konvenční. Lze tedy konstatovat, že pokud ocel 3D tištěná i konvenční podstoupí stejnému tepelnému zpracování, dosahuje pak podobných hodnot tvrdostí. Vyšších tvrdostí ale dosahuje 3D tištěná ocel H13, která byla ve stavu po tisku popouštěná. Pokud byla tato ocel po tisku popouštěná při teplotě 540 °C po dobu 4 hodin, má 680±3 HV10. K tomuto jevu dochází z důvodu precipitace několika karbidů, jak je popsáno ve studii Chen a kol. [43] (viz výše). Výsledky této studie ukazují, že vrchol tvrdosti mají vzorky zpracované při teplotách 550 °C. Se zvyšující se teplotou poté tvrdost klesá. Tato studie sice popisovala výsledky na 3D tištěné oceli H13, ale získané výsledky tvrdosti pro 3D tištěnou ocel DIEVAR tyto výsledky opisují. Vrchol tvrdosti zde vykazuje vzorek, který byl po tisku popouštěn při teplotě 580 °C a se zvyšující se teplotou potom tvrdost klesá. Pokud porovnáme výsledky tvrdosti pro 3D tištěnou ocel H13 a ocel DIEVAR, ocel H13 dosahuje o přibližně 50 HV10 víc pro experimentální vzorky se stejným tepelným režimem. Mohlo by se zdát, že bude hrát vliv kalícího média, jelikož pro ocel DIEVAR byl jako kalící médium použit olej, zatímco pro ocel H13 vzduch. To ale vyvrací studie Taljat a kol. [35], která sleduje vliv kalícího média na tvrdost oceli a zjistila, že rozdíl je velice zanedbatelný. Dále by se tedy nabízelo vysvětlení, které popisuje studie Schwam a kol. [26]. Tato studie zkoumala zastoupení karbidů v obou ocelích a ocel H13 vykazuje značně vyšší počet karbidů ve struktuře. Tento fakt by mohl mít za následek vyšší hodnoty tvrdosti pro ocel H13.

Výsledky tahové zkoušky ukazují podobný trend jako zkoušky tvrdosti, pokud porovnáme ocel H13 3D tištěnou a konvenční. Obě tyto oceli dosahují podobných mechanických vlastností, pokud byly podrobeny stejným tepelným režimům. Vezmeme-li

například ocel, která byla kalená na vzduchu s teplotou austenitizace 1010 °C a výdrž 45 min s následným popouštěním při teplotě 540 °C a výdrž 2 h na této teplotě, mez kluzu v tahu pro ocel konvenční je 1734±288 MPa a mez pevnosti v tahu 2067±16 MPa. Pro 3D tištěnou ocel se stejným tepelným režimem je mez kluzu v tahu 1697±51 MPa a mez pevnosti v tahu 2041±13 MPa. Navzdory velmi podobným pevnostním hodnotám však vykazují odlišné tažnosti. 3D tištěná ocel dosahuje téměř dvakrát vyšších hodnot tažnosti při stejném tepelném režimu. Pro výše zmíněný režim tepelného zpracování je tažnost u konvenční oceli 4±1 % a pro ocel 3D tištěnou 7±2 %. Při srovnání 3D tištěných ocelí H13 a DIEVAR lze dojít k závěru, že ocel H13 dosahuje vyšších mezí kluzu a pevnosti při stejných režimech. Znatelným rozdílem jsou ale výsledky tažnosti. Tento fakt by mohl být z důvodu toho, že 3D tištěná H13 byla zkoušena na standardních vzorcích oproti 3D tištěné oceli DIEVAR, která byla zkoušena na mini-vzorcích. V závislosti na geometrii zkušební tělesa je známým faktem, že standardní vzorky mají mírně vyšší hodnoty pevnosti a nižší hodnoty tažnosti. Nadhodnocení tažnosti však představuje problém především u materiálů s výraznější plastickou deformací.

Vyšších hodnot výsledků mezí kluzu a mezí pevnosti dosahovaly u 3D tištěných ocelí experimentální vzorky, které byly po tisku popouštěné oproti těm, které byly popouštěné až po kalení. Pro 3D tištěnou ocel H13 se meze kluzu v tahu pohybovaly v rozpětí 1710-2015 MPa a mez pevnosti v tahu 2279-2305 MPa. Pro 3D tištěnou ocel DIEVAR tyto hodnoty byly 1210-1673 MPa pro mez kluzu a 1843-1948 MPa pro mez pevnosti. Tažnost pak byla pro 3D tištěnou ocel H13 3-4 % a pro ocel DIEVAR 15-20 %. Oproti těmto výsledkům stojí 3D tištěné vzorky, které byly před popouštěním kaleny a tyto vzorky dosahují menších hodnot mezí kluzu a mezí pevnosti, ale zato vyšších hodnot tažnosti. Pro 3D tištěnou ocel H13 jsou hodnoty tažnosti až dvakrát vyšší. To může být z důvodu toho, pokud je 3D tištěný vzorek před popouštěním zakalený, dojde ke snížení vnitřního pnutí v materiálu, které se v materiálu nachází po tisku. Vliv tepelného zpracování na vnitřní napětí u oceli vytištěné pomocí technologie SLM popisuje například studie Becker a kol. [57]. Závěr této studie je, že použité tepelné zpracování má velký vliv na výsledné vnitřní napětí 3D tištěné oceli.

Z výsledků získaných zkouškou vrubové houževnatosti vyplynulo, že hodnoty pro 3D tištěnou ocel H13 jsou menší, než by se dalo očekávat vzhledem ke studiím [41, 43], ve kterých se také objevila tato zkouška. Konkrétně se tyto hodnoty pohybují kolem 2-10. Pro konvenční ocel H13 a 3D tištěnou ocel DIEVAR jsou zjištěné hodnoty v souladu s očekáváním [12, 44] a nejvyšších hodnot vrubové houževnatosti pak dosahuje vzorek z 3D tištěné oceli DIEVAR, který byl kalen do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C a výdrž 1 h na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 610 °C s výdrž 2 h na teplotě. U tohoto vzorku byla práce nutná na šíření trhliny 28±2 J.

Poslední provedenou zkouškou byla tribologie. Tato zkouška měla za úkol zjistit odolnost proti opotřebení materiálu. Pro zkoušku byl vybrán jeden vzorek z konvenční oceli H13, dva vzorky 3D tištěné oceli H13 a dva vzorky 3D tištěné oceli DIEVAR. Tribologická zkouška proběhla pomocí dvou metod, a to metodou hmotnostního úbytku a metodou objemu drážky. Díky velmi malým hodnotám odebrané hmotnosti, které se pohybovaly v tisícinách gramu, a tím pádem mohlo dojít k chybě vážení, lze usoudit, že metoda měření šířky drážky je v tomto případě přesnější metodou. Stále lze ale metodu hmotnostního úbytku brát jako orientační a porovnat mezi sebou výsledky obou metod. Obě metody vykazovaly stejné výsledky, a to nejlepší odolnost proti opotřebení u 3D tištěného vzorku oceli H13, který byl po tisku dvakrát popouštěn při teplotě 540 °C s výdrž 4 h na teplotě. Oproti tomu 3D tištěný vzorek z oceli DIEVAR, který byl kalen do oleje s teplotou austenitizace 1025 °C s výdrž 1 h na teplotě a následným dvojitým popouštěním při teplotě 580 °C a výdrž 2 h na teplotě, vykazoval nejmenší odolnost proti opotřebení. Hodnoty odolnosti proti opotřebení jsou v korelaci s hodnotami tvrdosti. Vzorek s nejvyšší odolností proti opotřebení (3D tištěná ocel H13 po tisku

pouze popouštěná) měl nejvyšší hodnotu tvrdosti ze všech zkoušených vzorků a to 680 ± 3 HV10 a experimentální vzorek s nejnižší odolností proti opotřebení (3D tištěná ocel DIEVAR kalená a popouštěná) měl nejnižší hodnotu tvrdosti ze vzorků vybraných pro tribologickou zkoušku. Hodnota tvrdosti pro tento vzorek byla 532 ± 3 HV10.

5 Závěr

Cílem experimentálního programu diplomové práce bylo zjištění vlivu různých režimů tepelného zpracování na 3D tištěnou ocel H13 a DIEVAR. Aby mohlo dojít k porovnání s konvenčně vyrobenou ocelí, byla do práce zařazena konvenční ocel H13.

Pro dosažení cílů experimentálního programu proběhla detailní mikrostrukturní analýza experimentálních vzorků, které byly buďto ve výchozím stavu, anebo podrobeny různým režimům tepelného zpracování. Režimy tepelného zpracování, které byly použity na experimentální vzorky byly buďto popouštění vzorků ve výchozím stavu, kalení vzorků ve výchozím stavu, anebo kalení s následným popouštěním. Pro další porovnání zkoumaných vzorků byly provedeny zkoušky pro zjištění mechanických vlastností.

Mezi zjištěné výsledky získané mikrostrukturní analýzou patří například zjištění, o které prvky jsou obohaceny částice, které byly zachyceny pomocí SEM. Následuje popsání změny velikosti zrna a změření podílu obsahu mřížek fcc a bcc vzhledem k použitému tepelnému zpracování. Částice zachycené na 3D tištěných ocelích H13 a DIEVAR byly obohaceny stejnými prvky, a to V a Mo. Co se pak týče velikosti těchto částic, tak u 3D tištěné oceli H13 dosahovaly téměř 1 μm a u 3D tištěné oceli DIEVAR pak byly tyto částice zhruba o polovinu menší. Z EBSD analýzy bylo zjištěno, že největší zastoupení fcc mřížky (reverzního austenitu) mají vzorky ve výchozím stavu. Následným tepelným zpracováním pak tato fáze mizí a mikrostruktura je složena pouze z bcc mřížky (pro výchozí stav ferit, tepelně zpracované vzorky martenzit). Dále došlo k pozorování velikosti a tvaru zrna vzhledem k tomu, v jakém stavu se zkoumaná ocel nacházela. Výchozí stav 3D tištěných ocelí a vzorky po tisku pouze popouštěné jeví podobná ostrá jemná zrna. Pokud byly experimentální vzorky před popouštěním kaleny, zrno bylo sice znatelně větších rozměrů, ale stále stejných ostrých tvarů.

Z mechanických vlastností bylo potom zjištěno, že nejvyšších hodnot smluvní meze kluzu a meze pevnosti v tahu dosahuje experimentální vzorek z 3D tištěné oceli H13, který byl po tisku dvakrát popouštěn při teplotě 540 $^{\circ}\text{C}$ s výdrží 4 h na teplotě. Konkrétně pak tyto hodnoty jsou 2015 \pm 70 MPa smluvní meze kluzu v tahu a 2305 \pm 4 MPa meze pevnosti v tahu. Nejvyšší hodnoty tažnosti dosahoval vzorek z konvenční oceli H13 a to 40 \pm 1 %. Jako poslední byla zjištěna odolnost proti opotřebení materiálu, kdy nejvyšších hodnot odolnosti dosahoval opět vzorek z 3D tištěné oceli H13, který byl po tisku dvakrát popouštěn při teplotě 540 $^{\circ}\text{C}$ s výdrží 4 h na teplotě. Tento výsledek přímo koresponduje s tím, že tento vzorek vykazoval také velmi vysoké hodnoty tvrdosti a to 675 \pm 7 HV10.

Díky všem získaným výsledkům pak bylo možné experimentální vzorky porovnat a zajistit tak úspěšné dosažení všech cílů diplomové práce, kterými bylo popsáno obecně chování 3D tištěných ocelí H13 a DIEVAR vzhledem k použitému režimu tepelného zpracování.

Seznam použitých zdrojů

- [1] *Aluminum Pressure Die Casting, Most Economical Solution for Metal Parts* [online]. Kunshan [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://www.sunrise-metal.com/aluminum-pressure-die-casting/>.
- [2] *Aluminium die casting process* [online]. [cit. 2022-11-30]. Dostupné z: diecasting.com/blog/aluminum-die-casting-process/.
- [3] *Aluminum Die Casting: A Comprehensive Guide on Die-Cast Aluminum Process* [online]. Shenzhen, 2022 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: https://www.rapidirect.com/blog/aluminum-die-casting/#Whats_the_Aluminum_Die_Casting_Process.
- [4] NORWOOD, A. J., P. M. DICKENS, R. C. SOAR a R. A. HARRIS. Surface temperature of tools during the high-pressure die casting of aluminium. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture* [online]. 2007, **221**(12), 1659-1664 [cit. 2023-03-30]. ISSN 0954-4054. Dostupné z: doi:10.1243/09544054JEM745.
- [5] *Aluminum casting temperature* [online]. [cit. 2022-11-30]. Dostupné z: <https://vietnamcastiron.com/aluminum-casting-temperature/>.
- [6] CHEN, Z.W. Formation and progression of die soldering during high pressure die casting. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2005, 397(1-2), 356-369 [cit. 2023-03-30]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2005.02.057.
- [7] *DIE CASTING COOLING SYSTEMS WITHIN THE DIE CASTING PROCESS* [online]. Houston: Marrone, 2021 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://waterchillers.com/blog/post/die-casting-cooling-systems>.
- [8] How to Extend the Life of Die-Cast Die Components with Proprietary Black Nitride Treatment [online]. Malnati, 2021 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://www.moldmakingtechnology.com/articles/how-to-extend-the-life-of-die-cast-die-components-with-proprietary-black-nitride-treatment>.
- [9] NUNES, V., F.J.G. SILVA, M.F. ANDRADE, R. ALEXANDRE a A.P.M. BAPTISTA. *Increasing the lifespan of high-pressure die cast molds subjected to severe wear. Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, 332, 319-331 [cit. 2023-03-30]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2017.05.098.
- [10] *Aluminum die casting features - die life considerations* [online]. [cit. 2023-11-30]. Dostupné z: <https://diecasting.com/blog/aluminum-die-casting-features-die-life-considerations/>.
- [11] NAIMI, S. a S. M. HOSSEINI. Tool Steels in Die-Casting Utilization and Increased Mold Life. *Advances in Mechanical Engineering* [online]. 2015, **7**(1) [cit. 2023-03-30]. ISSN 1687-8140. Dostupné z: doi:10.1155/2014/286071.
- [12] HANSSON, P. Modern Prehardened Tool Steels in Die-Casting Applications. *Materials and Manufacturing Processes* [online]. 2009, **24**(7-8), 824-827 [cit. 2023-03-30]. ISSN 1042-6914. Dostupné z: doi:10.1080/10426910902841753.
- [13] KLOBČAR, D., L. KOSEC, B. KOSEC a J. TUŠEK. Thermo fatigue cracking of die casting dies. *Engineering Failure Analysis* [online]. 2012, **20**, 43-53 [cit. 2023-03-30]. ISSN 13506307. Dostupné z: doi:10.1016/j.engfailanal.2011.10.005.

- [14] JHAVAR, S., C.P. PAUL a N.K. JAIN. Causes of failure and repairing options for dies and molds: A review. *Engineering Failure Analysis* [online]. 2013, **34**, 519-535 [cit. 2023-03-30]. ISSN 13506307. Dostupné z: doi:10.1016/j.engfailanal.2013.09.006.
- [15] ABDULHADI, H. A., S.N. AQIDA, M. ISHAK, G.R. MOHAMMED, S.A. CHE GHANI, A. ALIAS, R. MAMAT a Md. M. RAHMAN. Thermal Fatigue of Die-Casting Dies: An Overview. *MATEC Web of Conferences* [online]. 2016, **74** [cit. 2023-03-30]. ISSN 2261-236X. Dostupné z: doi:10.1051/matecconf/20167400032.
- [16] KOUTIRI, I., D. BELLETT, F. MOREL, L. AUGUSTINS aj. ADRIEN. High cycle fatigue damage mechanisms in cast aluminium subject to complex loads. *International Journal of Fatigue* [online]. 2013, **47**, 44-57 [cit. 2023-03-30]. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2012.07.008.
- [17] *Complete Simulation of High Pressure Die Casting Process* [online]. Finland: Sirviö, 2002 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/228951441_Complete_Simulation_of_High_Pressure_Die_Casting_Process.
- [18] MICHNA, Štefan. *Encyklopedie hliníku*. Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005. ISBN 8089041884.
- [19] *How To Choose Steel For Die Casting Molds* [online]. Shenzhen [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://www.cameldie.com/how-to-choose-steel-for-die-casting?fbclid=IwAR06CeCEu23xPHuu916ZUfChKGIgkJoy91fQmfhGx8BxCP6bS1JbRutqlc>.
- [20] HANSSON, P. Modern Prehardened Tool Steels in Die-Casting Applications. *Materials and Manufacturing Processes* [online]. 2009, **24**(7-8), 824-827 [cit. 2023-03-30]. ISSN 1042-6914. Dostupné z: doi:10.1080/10426910902841753.
- [21] *UDDEHOLM DIEVAR®* [online]. Uddeholm, 2015 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://www.uddeholm.com/files/dievar-english.pdf>.
- [22] SJÖSTRÖM, Johnny. *Chromium martensitic hot-work tool steels*. Karlstad: Karlstad University, 2004. ISBN 91-85335-21-5.
- [23] QAMAR, Sayyad. Effect of heat treatment on mechanical properties of H11 tool steel. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* [online]. 2009, **35**(2) [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/42368472_Effect_of_heat_treatment_on_mechanical_properties_of_H11_tool_steel/citations.
- [24] KLOBČAR, D., J. TUŠEK a B. TALJAT. Thermal fatigue of materials for die-casting tooling. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2008, **472**(1-2), 198-207 [cit. 2023-03-30]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2007.03.025.
- [25] CORNACCHIA, G., M. GELFI, M. FACCOLI a R. ROBERTI. Influence of aging on microstructure and toughness of die-casting die steels. *International Journal of Microstructure and Materials Properties* [online]. 2008, **3**(2/3) [cit. 2023-03-30]. ISSN 1741-8410. Dostupné z: doi:10.1504/IJMMP.2008.018727.
- [26] SCHWAM, D., W. JOHN a S. BIRCEANU. *Die Materials for Critical Applications and Increased Production Rates* [online]. 2002 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: doi:10.2172/806823
- [27] *Uddeholm Dievar* [online]. [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://www.uddeholm.com/czech/cs/products/uddeholm-dievar/>.

- [28] *Toolox® 44* [online]. Bučovice: JKZ Bučovice [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: https://www.jkz.cz/fileadmin/Dokumenty/Pdf/toolox_44_45719.pdf.
- [29] YAN, J. J., D. L. ZHENG, H. X. LI, X. JIA, J. F. SUN, Y. L. LI, M. QIAN a M. YAN. Selective laser melting of H13: microstructure and residual stress. *Journal of Materials Science* [online]. 2017, **52**(20), 12476-12485 [cit. 2023-03-30]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-017-1380-3.
- [30] KUČEROVÁ, L., I. ZETKOVÁ, Š. JENÍČEK, a K. BURDOVÁ. Hybrid parts produced by deposition of 18Ni300 maraging steel via selective laser melting on forged and heat treated advanced high strength steel. *Additive Manufacturing* [online]. 2020, **32** [cit. 2023-03-30]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2020.101108.
- [31] BROOKS, H. a K. BRIGDEN. Design of conformal cooling layers with self-supporting lattices for additively manufactured tooling. *Additive Manufacturing* [online]. 2016, **11**, 16-22 [cit. 2023-03-30]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2016.03.004.
- [32] MAZUR, M., M. LEARY, M. MCMILLAN, J. ELAMBASSERIL a M. BRANDT. SLM additive manufacture of H13 tool steel with conformal cooling and structural lattices. *Rapid Prototyping Journal* [online]. 2016, **22**(3), 504-518 [cit. 2023-03-30]. ISSN 1355-2546. Dostupné z: doi:10.1108/RPJ-06-2014-0075.
- [33] BRANDL, E., U. HECKENBERGER, V. HOLZINGER a D. BUCHBINDER. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design* [online]. 2012, **34**, 159-169 [cit. 2023-03-30]. ISSN 02613069. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2011.07.067.
- [34] MIYAUCHI, H., H. MATSUMOTO a K. YOKOTA. Selective laser melting with changing input energy periodically for production of partially hardened laminate structure in H13 steel. *Journal of Manufacturing Processes* [online]. 2022, **73**, 839-848 [cit. 2023-03-30]. ISSN 15266125. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmapro.2021.11.028.
- [35] TALJAT, B., J. TUSEK, D. KLOBAČAR a P. BOSCAROL. *HEAT AND SURFACE TREATMENT OF HOT WORK TOOL STEELS FOR OPTIMUM IN-SERVICE PERFORMANCE*. [online]. 2n. 1. [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/242204383_HEAT_AND_SURFACE_TREATMENT_OF_HOT_WORK_TOOL_STEELS_FOR_OPTIMUM_IN-SERVICE_PERFORMANCE.
- [36] JASPERSON, H. Influence of the heat treatment on the toughness of some hot-work tool steel grades. *La Metallurgia Italiana* [online]. 2013, **XCIII**(2), 29-37 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/284988288_Influence_of_the_heat_treatment_on_the_toughness_of_some_hot-work_tool_steel_grades.
- [37] GUANGHUA, Y., H. XINMIN, W. YANQING, Q. XINGGUO, Y. MING, C. ZUOMING a J. KANG. Effects of heat treatment on mechanical properties of h13 steel. *Metal Science and Heat Treatment* [online]. 2010, **52**(7-8), 393-395 [cit. 2023-03-30]. ISSN 0026-0673. Dostupné z: doi:10.1007/s11041-010-9288-4.
- [38] BAHRAMI, A., S.H. M. ANIJAN, M.A. GOLOZAR, M. SHAMANIAN a N. VARAHRAM. Effects of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 tool steel. *Wear* [online]. 2005, **258**(5-6), 846-851 [cit. 2023-03-30]. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2004.09.008.

- [39] WANG, H., J. LI, Ch. SHI, J. LI a B. HE. Evolution of Carbides in H13 Steel in Heat Treatment Process. *MATERIALS TRANSACTIONS* [online]. 2017, **58**(2), 152-156 [cit. 2023-03-30]. ISSN 1345-9678. Dostupné z: doi:10.2320/matertrans.M2016268.
- [40] *Heat treatment of 3D printed metal components has a big impact* [online]. HÄMEENLINNA: Delva, 2020 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://delva.fi/en/heat-treatment-of-3d-printed-metal-components-has-a-big-impact/>.
- [41] MAISTRO, G., Ch. OIKONOMOU, S. b. HOSSEINI a S. BRORSON. Quenching and Hot Isostatic Pressing of Additively Manufactured Tool Steel. *SSRN Electronic Journal* [online]. 2015 [cit. 2023-03-30]. ISSN 1556-5068. Dostupné z: doi:10.2139/ssrn.3785874.
- [42] ÅSBERG, M., G. FREDRIKSSON, S. HATAMI, W. FREDRIKSSON a P. KRAKHMALOV. Influence of post treatment on microstructure, porosity and mechanical properties of additive manufactured H13 tool steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2019, **742**, 584-589 [cit. 2023-03-30]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2018.08.046.
- [43] CHEN, Ch., K. YAN, L. QIN, M. ZHANG, X. WANG, T. ZOU a Z. HU. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Laser Additively Manufactured AISI H13 Tool Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance* [online]. 2017, **26**(11), 5577-5589 [cit. 2023-03-30]. ISSN 1059-9495. Dostupné z: doi:10.1007/s11665-017-2992-0.
- [44] SHIRAI, T. T. *The Effect of Heat Treatments on the Microstructure and Hardness of Hot-Work Chromium Tool Steel Manufactured by Wire Arc Additive Manufacturing* [online]. 2022 [cit. 2023-03-30]. Dostupné z: <https://www.proquest.com/docview/2768124810/fulltextPDF/9BC5D8EADC5D4CF6PQ/1?accountid=14965>. Disertace. University of California.
- [45] XIE, Y., X. CHENG, J. WEI a R. LUO. Characterization of Carbide Precipitation during Tempering for Quenched Dievar Steel. *Materials* [online]. 2022, **15**(18) [cit. 2023-03-30]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15186448.
- [46] GOPALSAMY, B. M., B. MONDAL, S. GHOSH, K. ARNTZ a F. KLOCKE. Experimental investigations while hard machining of DIEVAR tool steel (50 HRC). *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2010, **51**(9-12), 853-869 [cit. 2023-03-30]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-010-2688-1.
- [47] ZHANG, Z., D. DELAGNES a G. BERNHART. Microstructure evolution of hot-work tool steels during tempering and definition of a kinetic law based on hardness measurements. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, **380**(1-2), 222-230 [cit. 2023-03-30]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2004.03.067.
- [48] *Tool Steel 1.2344 / A681 H13 / H13* [online]. Germany [cit. 2023-05-01]. Dostupné z: https://www.slm-solutions.com/fileadmin/Content/Powder/MDS/MDS_Fe-Alloy_H13_0219_EN.pdf.
- [49] *UDDEHOLM DIEVAR®* [online]. 2019 [cit. 2023-05-01]. Dostupné z: https://www.uddeholm.com/app/uploads/sites/49/2017/09/dievar-eng_p_1903-e12.pdf.pdf.
- [50] ČSN EN ISO 6892-1 (420310). *Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2021, 74 s. Třídící znak 420310.

- [51] ČSN EN ISO 14556 (420380). *Kovové materiály - Zkouška rázem v ohybu na kyvadlovém kladivu tyčí Charpy s V-vrubem - Instrumentovaná zkušební metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2017, 23 s. Třídící znak 420380.
- [52] Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus [online]. *ASTM International*. Dostupné z: doi:10.1520/g0099-17.
- [53] *Konformní chlazení* [online]. 2015 [cit. 2023-05-01]. Dostupné z: <https://www.innomia.cz/konformni-chlazení>.
- [54] MITTERER, C., F. HOLLER, F. ÜSTEL a D. HEIM. Application of hard coatings in aluminium die casting — soldering, erosion and thermal fatigue behaviour. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2000, **125**(1-3), 233-239 [cit. 2023-05-01]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(99)00557-5.
- [55] OLIVEIRA, A. P., L. H.Q.R. LIMA, B. C.A. FELIPE, C. BOLFARINI, R. T. COELHO a P. GARGARELLA. Effect of microstructure and defect formation on the bending properties of additive manufactured H13 tool steel. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2021, **15**, 3598-3609 [cit. 2023-05-01]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2021.10.011.
- [56] WANG, J., S. LIU, Y. FANG a Z. HE. A short review on selective laser melting of H13 steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2020, **108**(7-8), 2453-2466 [cit. 2023-05-01]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-020-05584-4.
- [57] HERMANN BECKER, T. a D. DIMITROV. The achievable mechanical properties of SLM produced Maraging Steel 300 components. *Rapid Prototyping Journal* [online]. 2016, **22**(3), 487-494 [cit. 2023-05-01]. ISSN 1355-2546. Dostupné z: doi:10.1108/RPJ-08-2014-0096.
- [58] *Selective laser melting (SLM)* [online]. 2023 [cit. 2023-05-09]. Dostupné z: <https://matca.cz/technologie/aditivni-technologie/selective-laser-melting/>.
- [59] PRŮBĚŽNÁ ZPRÁVA PROJEKTU FW03010609: *Výzkum a vývoj tvarových forem z materiálu H-13 a DIEVAR pro tlakové lití hliníkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací, za rok 2021*. ze souboru: Rocni_zprava_FW03010609_cast_2_final_2021_Final.pdf z ista.tacr.cz. České Budějovice: MOTOR JIKOV Fostron a.s., k 31.1.2022.
- [60] PRŮBĚŽNÁ ZPRÁVA PROJEKTU FW03010609: *Výzkum a vývoj tvarových forem z materiálu H-13 a DIEVAR pro tlakové lití hliníkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací, za rok 2022*. ze souboru: Zprava_MJF_ZCU_TUL_2022_cast_01_final.pdf z ista.tacr.cz. České Budějovice: MOTOR JIKOV Fostron a.s., k 31.1.2023.
- [61] WANG, M., Y. WU, Q. WEI a Y. SHI. Thermal Fatigue Properties of H13 Hot-Work Tool Steels Processed by Selective Laser Melting. *Metals* [online]. 2020, **10**(1) [cit. 2023-05-16]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met10010116.