

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N0715A270014 - Materiálové inženýrství a výrobní technologie

Studijní specializace: Bez specializace

DIPLOMOVÁ PRÁCE

3D tištěná ocel M789 a její tepelné zpracování

Autor: Bc. Andrea MÁLKOVÁ

Vedoucí práce: prof. Ing. Ludmila KUČEROVÁ, Ph.D.

Akademický rok 2023/2024

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2023/2024

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Andrea MÁLKOVÁ**
Osobní číslo: **S23N0023K**
Studijní program: **N0715A270014 Materiálové inženýrství a výrobní technologie**
Téma práce: **3D tištěná ocel M789 a její tepelné zpracování**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

- Úvod do problematiky 3D tisku kovových materiálů
- Popis současného stavu 3D tisku ocelí
- Tepelné zpracování 3D tištěné bez-kobaltové oceli typu M789
- Popis experimentu
 - Materiál
 - Použité přístrojové vybavení
 - Režimy tepelného zpracování
- Výsledky
 - Metalografie
 - Mechanické vlastnosti
- Shrnutí výsledků a diskuse
- Závěr

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

Seznam doporučené literatury:

Guo, L., et al. Additive manufacturing of 18% nickel maraging steels: Defect, structure and mechanical properties: A review. *Journal of Materials Science & Technology*. 2022, 120, 227-252, <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.10.056>.

NONG, X. D., et al. A novel low-cost ultra-strong maraging steel by additive manufacturing. *Materials Science & Engineering A*. 2023, 887, 145747, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145747>.

TIAN, Y., et al. Laser powder bed fusion of M789 maraging steel on Cr-Mo N709 steel: Microstructure, texture, and mechanical properties. *Materials Science & Engineering A*. 2022, 839, 14827. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.14827>.

TIAN, Y., et al. The effect of heat treatments on mechanical properties of M789 steel fabricated by laser powder bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021, 885, 161033. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161033>.

TIAN, Y., et al. Microstructural evolution and mechanical properties of a newly designed steel fabricated by laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*. 2020, 36, 101495. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101495>.

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

Konzultant diplomové práce: **RNDr. Iveta Čena, Ph.D.**
Regionální technologický institut

Datum zadání diplomové práce: **16. října 2023**
Termín odevzdání diplomové práce: **24. května 2024**

L.S.

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

Prof. Ing. Ludmila Kučerová, 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 vypracovala samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

Tímto bych chtěla poděkovat vedoucí diplomové práce prof. Ing. Ludmile Kučerové Ph.D. za její vedení, odborné rady a motivaci při psaní této práce. Dále bych ráda poděkovala konzultantce diplomové práce RNDr. Ivetě Cheně, Ph.D. za odborné konzultace a za pomoc s organizováním celé práce a s plněním jednotlivých úkolů. Mé velké díky patří také Metalografické laboratoři a Mechanické zkušebně Regionálního technologického institutu za možnost provedení všech experimentů a odbornou pomoc při jejich provádění. V poslední řadě bych ráda poděkovala mému příteli a rodině, kteří mi byli podporou v průběhu celého studia.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Málková	Jméno Andrea	
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	3D tištěná ocel M789 a její tepelné zpracování		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2024
---------	---------	---------	-----	-------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	70	TEXTOVÁ ČÁST	54	GRAFICKÁ ČÁST	
--------	----	--------------	----	---------------	--

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce obsahuje analýzu vlivu zvolených režimů tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli M789.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	aditivní výroba, M789, vysocelegovaná ocel, 3D tisk oceli, tepelné zpracování, mechanické vlastnosti

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Málková	Name Andrea	
STUDY PROGRAMME	N0715A270017 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	3D printed steel M789 and its heat treatment		

FACULTY	FST	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2024
----------------	-----	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	70	TEXT PART	54	GRAPHICAL PART	
----------------	----	------------------	----	-----------------------	--

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The diploma thesis contains an analysis of the influence of selected heat treatment modes on the microstructure and mechanical properties of 3D printed M789 steel.
KEY WORDS	additive technology, M789, high-alloy steel, 3D printing of steels, heat treatment, mechanical properties

Obsah

Přehled použitých zkratk a symbolů.....	8
Seznam obrázků	9
Seznam tabulek	11
Úvod.....	12
1 Rešerše současného stavu.....	13
1.1 Aditivní výroba ocelí	13
1.2 Technologie aditivní výroby.....	15
1.2.1 Powder bed fusion (PBF)	15
1.2.2 Direct energy deposition (DED)	18
1.3 Kovové materiály pro aditivní technologie	19
1.3.1 Austenitické nerezové oceli	19
1.3.2 Nástrojové oceli.....	20
1.3.3 Martenziticky vytvrditelné oceli	21
1.4 Ocel M789	22
1.5 Tepelné zpracování 3D tištěné oceli typu M789	24
2 Experimentální program.....	31
2.1 Charakteristika vstupního materiálu	31
2.2 Použitá zařízení a metody.....	35
2.3 Tepelné zpracování.....	37
2.3.1 Vytvrzení	37
2.3.2 Rozpouštěcí žíhání	44
2.3.3 Rozpouštěcí žíhání + vytvrzení	48
2.4 Fraktografie	54
2.5 EDS analýza	57
2.6 EBSD analýza.....	60
3 Shrnutí a diskuze výsledků.....	62
4 Závěr.....	65
Seznam použitých zdrojů	66

Přehled použitých zkratk a symbolů

BD	směr tisku (building direction)
CAT	kryogenní zpracování a vytvrzování
CO ₂	oxid uhličitý
CoCr	slitina kobaltu a chromu
DAT	přímé vytvrzování
DED	přímé nanášení (direct energy deposition)
EBM	tavení laserovým paprskem (electron beam melting)
EBSD	elektronová difrakce
EDS	Energiově disperzní spektroskopie
FST	Fakulta strojní
HRC	Tvrdost dle Rockwella
HV	Tvrdost dle Vickerse
MnS	sulfid manganatý
MPa	mega-pascal
μm	mikrometr
nm	nanometr
PA	polyamid
PBF	spékání v práškovém loži (powder bed fusion)
SAT	rozpuštěcí žihání a vytvrzování
SCAT	rozpuštěcí žihání, kryogenní zpracování a vytvrzování
SLM	selektivní laserové tavení (selective laser melting)
SLS	selektivní laserové slinování (selective laser sintering)
STEM-EDS	spojení technik transmisní elektronové mikroskopie a disperzní spektroskopie
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
TD	rovina tisku, směr kolmý na směr tisku (transverse direction)
TiAl	intermetalická sloučenina titanu a hliníku
TZ	tepelné zpracování
UV	ultrafialové záření
ZČU	Západočeská univerzita v Plzni

Seznam obrázků

Obr. 1: Schéma procesu tavení laserem v práškovém loži [7]	16
Obr. 2: Závislost tvrdosti oceli M789 na teplotě vytvrzování a době výdrže na teplotě,	24
Obr. 3: Mikrostruktura materiálu M789, podélný výbrus, a) po tisku, b) vytvrzování 500 °C/2 hod, c) rozpouštěcí žíhání 1000 °C/1 hod, d) rozpouštěcí žíhání + vytvrzování 1000 °C/1 hod + 500 °C/2 hod. [11].....	27
Obr. 4: Snímky TEM a STEM, žíhané a vytvrzené vzorky,	28
Obr. 5: Fraktografické snímky lomů u vzorků materiálu M789, a) d) g) po tisku, b) e) h) přímé vytvrzování 500 °C 2 hod, c) f) i) rozpouštěcí žíhání 1000 °C 1 hod + vytvrzování 500 °C 2 hod. [11]	29
Obr. 6: Tvrdost materiálů M789 a AISI 1040 po režimech tepelného zpracování SAT, SCAT, DAT a CAT. [10]	30
Obr. 7: Částice prášku oceli M789 na snímcích z elektronového mikroskopu,.....	32
Obr. 8: a) Znázornění směru Z [27] – upraveno, b) rozměry vzorku pro tahové zkoušky.	33
Obr. 9: Vyobrazení příčného řezu vzhledem ke směru tisku. [24]	34
Obr. 10: Snímek mikrostruktury oceli M789 po tisku ze světelného mikroskopu [24].....	34
Obr. 11: Snímek mikrostruktury oceli M789 po tisku z elektronového mikroskopu [24].....	35
Obr. 12: Vzorky oceli M789 po tisku [24].....	36
Obr. 13: Hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ po tepelném zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C.....	38
Obr. 14: Velikost R_m a $R_{p0,2}$ v závislosti na délce TZ při teplotě 520 °C	39
Obr. 15: Závislost tažnosti A [%] na režimu tepelného zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C.....	40
Obr. 16: Snímky lomové plochy vzorku po režimu 480 °C/2 hod, se zvětšením elektronového mikroskopu:.....	41
Obr. 17: Závislost tvrdosti HV10 na režimu tepelného zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C.....	41
Obr. 18: Tvrdost HV10 v závislosti na teplotě a době výdrže tepelného zpracování	42
Obr. 19: Snímek mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez,	43
Obr. 20: Snímky mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez,	43
Obr. 21: Snímky mikrostruktury z elektronového mikroskopu, příčný řez, u režimu TZ 520 °C/3hod,	44
Obr. 22: Hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ po tepelném zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C	45
Obr. 23: Závislost tažnosti A [%] na režimu tepelného zpracování při teplotách 900 °C –1100 °C.....	46
Obr. 24: Závislost tvrdosti HV10 na režimu tepelného zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C.....	46

Obr. 25: Snímky mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez, pro režim 1000 °C/1 hodina,	47
Obr. 26: Snímky mikrostruktury z elektronového mikroskopu, příčný řez,	48
Obr. 27: Mechanické vlastnosti po dvoukrokovém tepelném zpracování,	50
Obr. 28: Hodnoty tažnosti A [%] po dvoukrokovém tepelném zpracování.....	51
Obr. 29: Hodnoty tvrdosti HV10 po dvoukrokovém tepelném zpracování	51
Obr. 30: Snímky mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez, režim 1000 °C/0,5h + 500 °C/3h,	52
Obr. 31: Snímky mikrostruktury z elektronového mikroskopu, příčný řez, režim 1000 °C/1h + 500 °C/3h,	52
Obr. 32: Snímky z elektronového mikroskopu, mikrostruktura na lomu po tepelném zpracování v režimu 520 °C/3h při zvětšení el. mikroskopu a) 100x, b) 500x, c) 1000x a d) 3000x.	54
Obr. 33: Snímky z elektronového mikroskopu, mikrostruktura na lomu po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h při zvětšení el. mikroskopu a) 65x, b) 500x, c) 1000x a d) 3000x.	55
Obr. 34: Snímky z elektronového mikroskopu, mikrostruktura na lomu po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h + 500 °C/3h při zvětšení el. mikroskopu a) 41x, b) 500x, c) 1000x a d) 3000x.	56
Obr. 35: EDS analýza, snímek z elektronového mikroskopu pro režim 500 °C/3h.....	57
Obr. 36: EDS analýza vzorku 900 °C/ 1 hod.	58
Obr. 37: EDS analýza vzorku 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/ 3 hod.....	59
Obr. 38: EBSD analýza vzorku 900 °C/ 1 hod,.....	60
Obr. 39: EBSD analýza vzorku 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod,	61
Obr. 40: Hodnoty meze pevnosti a meze kluzu, porovnání s literaturou: A [2], B [6], C [11].	64

Seznam tabulek

Tab. 1: Chemické složení oceli 316L [14]	19
Tab. 2: Mechanické vlastnosti oceli 316L při výrobě PBF procesem a při konvenční výrobě [14]	20
Tab. 3: Chemické složení oceli 18Ni-300 [14]	21
Tab. 4: Mechanické vlastnosti oceli 18Ni-300.....	22
Tab. 5: Chemické složení oceli M789 uvedené výrobcem [20].....	23
Tab. 6: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování uvedené výrobcem [20] .	23
Tab. 7: Mechanické vlastnosti oceli M789, technologie výroby SLM, tepelné zpracování v režimu rozpouštěcí žíhání 1000 °C, 1 hod + vytvrzování 500 °C, 2 hod [6]	25
Tab. 8: Mechanické vlastnosti materiálu M789 po tepelném zpracování [2]	26
Tab. 9: Mechanické vlastnosti materiálu M789, technologie výroby DED [11]	28
Tab. 10: Chemické složení uvedené výrobcem [20]	31
Tab. 11: Parametry tisku vzorků [24].....	32
Tab. 12: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tisku [24].....	33
Tab. 13: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C.....	37
Tab. 14: Naměřené hodnoty tažnosti pro vzorek s tepelným zpracováním 480 °C/2 hod.....	40
Tab. 15: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C.....	45
Tab. 16: Mechanické vlastnosti oceli M789 po dvoukrokovém tepelném zpracování.....	49
Tab. 17: Chemické složení (wt. %) oxidického vměstku v oceli M789 po tepelném zpracování 500 °C/3h	58
Tab. 18: Mechanické vlastnosti u vzorku po tisku a po režimech TZ: 7 – 520 °C/3h, 21 – 1000 °C/0,5h + 500 °C/3h, 22 – 1000 °C/1h + 500 °C/3h.....	63
Tab. 19: Porovnání mechanických vlastností oceli M789 a 18Ni-300	64

Úvod

Technologie aditivní výroby kovů je v současné době na vzestupu a hraje klíčovou roli v oblasti výroby a inovací. Neustále probíhá výzkum nových technologií aditivní výroby a inovace procesních parametrů u technologií již využívaných. Velký význam má také výzkum nových materiálů, které budou vhodné pro využití v této oblasti a budou poskytovat mechanické vlastnosti lepší nebo srovnatelné s konvenční výrobou.

Dominantou aditivní výroby je „neomezená“ geometrie výrobků. Z toho důvodu je ideální například při výrobě forem na tváření kovů a vstřikování plastů. Díky sestavování formy vrstvu po vrstvě můžeme vytvořit výrobek protkaný chladícími kanály, které by konvenční výrobou nebylo možné vytvořit. Ovšem aditivní výroba má také svoje úskalí, a tím je například velké vnitřní pnutí uvnitř výrobků, které vzniká vlivem rychlého ochlazení během procesu výroby. Další nevýhodou je struktura vytvořená tiskem, která má odlišné vlastnosti v různých směrech působení sil. Výrobky po procesu aditivní výroby podléhají ve většině případů tepelnému zpracování, aby byla zajištěna homogenizace struktury a sjednocení mechanických vlastností v celém objemu výrobku.

Tato diplomová práce se zaměřuje na systematický a hloubkový pohled na tepelné zpracování 3D tištěné oceli M789. Hlavním cílem je prozkoumat vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti této oceli. Práce bude postavena na přehledu současné literatury v oblasti 3D tisku kovů a tepelného zpracování ocelí. V experimentální části budou testovány zvolené režimy tepelného zpracování a analyzovány jejich dopady na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti této oceli.

1 Rešerše současného stavu

1.1 Aditivní výroba ocelí

Současná situace na trhu klade stále více požadavků na kvalitu výrobků, snížení nákladů výroby, ale zároveň také zrychlení celé výroby produktů. Vedle neustálé optimalizace konvenčních procesů se tyto požadavky snaží plnit také technologie aditivního zpracování. Aditivní výroba způsobila revoluci na trhu, neboť umožnila rychlou výrobu geometricky složitých produktů, kterých by v některých případech ani nebylo možné konvenční výrobou dosáhnout, případně by výroba byla výrazně nákladnější. Důvodem rozvoje aditivních technologií je také to, že celý proces aditivního zpracování je v porovnání s konvenční výrobou podstatně rychlejší. V současné době se technologie aditivní výroby aplikuje zejména na kovy a plasty a procesy aditivní výroby přijalo již nespočet odvětví, jako je například průmysl automobilový, energetický, letecký, nebo potravinářský. S produkty aditivní výroby se můžeme setkat také ve zdravotnictví. [1] [2]

Aditivní výroba funguje na principu sestavování trojrozměrného dílu vrstvu po vrstvě, kdy se celý proces řídí podle přesného digitálního modelu. Díky tomu je finální výrobek produktem pouze jedné technologie bez potřeby dalších úprav, čímž se výrazně snižuje doba výroby v porovnání s konvenční technologií, kdy by do výroby dílu byla zahrnuta celá řada technologií. [2]

Na výchozím digitálním modelu je možné simulovat celý proces a následné využívání produktu v praxi. Díky těmto simulacím je možné identifikovat a opravit případné vady ještě před samotnou výrobou, což velmi urychluje celkový vývoj produktu. Oproti konvenční výrobě zde není potřeba žádných forem ani nástrojů, proto jsou zde téměř neomezené možnosti složitosti geometrie. Výhodou aditivních technologií je také možnost snadno kombinovat materiály, což otevírá dveře dalšímu výzkumu a vývoji v této oblasti. [1]

Nevýhodou aditivních technologií je jejich cena. Cena strojů i materiálů určených k aditivní výrobě je vyšší v porovnání s konvenčními technologiemi, z toho důvodu není optimální snažit se aplikovat aditivní procesy na veškerou výrobu. Aditivní technologie je ideálním řešením pro výrobu produktů s velmi složitou geometrií, které by nebylo možné docílit jinými technologiemi. Cena aditivní výroby je ovlivněna dobou výroby produktu, náklady na stroj a jeho údržbu, náklady na práci operátora, cenou materiálu a náklady na následné zpracování a čištění. [1]

I přes to, že zpracování plastů pomocí aditivních technologií je velmi rozšířené, bude vzhledem k tématu zbytek diplomové práce zaměřen výhradně na aditivní zpracování kovových materiálů. Aditivní technologie byly již úspěšně aplikovány na ocele, hliník a titan. [3]

Samotné sestavování výrobku spočívá ve spékání materiálu vrstvu po vrstvě. Materiál je v případě aditivní výroby kovových dílů nejčastěji ve formě prášku nebo drátu. [3] Významný vliv na fyzikální a technologické vlastnosti prášku má způsob výroby kovového prášku. V oblasti výroby prášku rozlišujeme čtyři hlavní metody: mechanickou, chemickou, fyzikálně-chemickou a fyzikálně-mechanickou. [4]

Mechanická výroba, zejména drcení a mletí, představuje nejjednodušší způsob výroby prášku, který je vhodný zejména pro křehké materiály. Pro výrobu prášku z houževnatých materiálů, jako je titan, je často nutná předchozí hydrogenace a dehydrogenace.

Chemická výroba prášku spočívá v redukci kovu pomocí pevného nebo plynného redukčního činidla, přičemž pevná fáze eliminuje znečištění kovů struskou, avšak následně je nutné prášek rafinovat.

Fyzikálně-chemický způsob výroby využívá zejména elektrolýzy vodných roztoků pro kovy s nízkou afinitou ke kyslíku, jako je měď a nikl, a elektrolýzy v roztavených solích pro vysoce reaktivní kovy.

Fyzikálně-mechanická výroba kovových prášků zahrnuje metody atomizace a rozstříkávání taveniny, což je nejrozšířenější metoda. Tato technika využívá stlačeného plynu a působení proudu kapaliny a odstředivé síly na tekutý kov. Kapky následně tuhnou v důsledku rychlého ochlazování v rozstříkovacím médiu. Vlastnosti vytvořených částic jsou ovlivněny teplotou taveniny, viskozitou, povrchovým napětím taveniny, podmínkami ochlazování a atomizace. Tímto způsobem lze dosáhnout jemné a homogenní struktury prášku, přičemž velikost částic klesá se zvyšujícím se přehřátím a mechanickou energií a stoupá s teplotou. Rychlé ochlazení přispívá k vytvoření jemné struktury prášku.

1.2 Technologie aditivní výroby

1.2.1 Powder bed fusion (PBF)

Při technologii spékání v práškovém loži (powder bed fusion PBF) je nanášen kovový prášek na připravenou výrobní platformu a následně je spékán vrstvu po vrstvě pomocí zvoleného zdroje energie (například laser, elektronový paprsek). Mimo kovových prášků je možné použít technologii PBF také na prášky polymerů nebo keramiky. [1] [5]

Podle zvoleného zdroje energie se rozlišují čtyři druhy PBF technologie: EBM (electron beam melting), SLM (selective laser melting), SLS (selective laser sintering), a MJF (multi jet fusion). Všechny technologie PBF pracují v ochranné atmosféře, aby byla omezena oxidace během procesu, což také umožňuje opětovné použití kovového prášku. [1]

Tato technologie umožňuje výrobu kovových součástí se složitou geometrií prostřednictvím selektivního tavení a tuhnutí kovového prášku po vrstvách. Výhodou oproti konvenčním metodám je přesný tvar součásti, možnost vytvoření komplikovaného designu, a následné zpracování (obrábění, řezání) už většinou není nutné. [6]

Stroj pro technologii PBF se obvykle skládá z nádrže na prášek, ze které jsou částice nanášeny rovnoměrně na základní platformu, kde dochází ke spékání pomocí zvoleného zdroje energie vrstvu po vrstvě. U technologií využívající laserový a elektronový paprsek se jedná o selektivní tavení a vznikají tak stopy taveniny. U novější technologie MJF dochází ke spékání celé vrstvy najednou pomocí UV záření, čímž jsou stopy taveniny eliminovány. Software stroje je nastaven vždy individuálně pro každý proces. [1]

Proces PBF byl již úspěšně aplikován na slitiny niklu, titanu, hliníku, mědi a zejména na martenziticky vytvrditelné oceli. [5]

1.2.1.1 Selective laser melting (SLM)

Při technologii SLM (selective laser melting) dochází ke spékání práškového kovu na práškovém loži pomocí laseru. Tato technologie je v současné době nejrozšířenější technologií v oblasti aditivní výroby kovů.

Distribuce částic prášku je u této technologie velmi jemná (velikost částic obvykle v rozmezí 15 – 65 μm) a tím i tloušťka nanášené vrstvy je malá, v důsledku toho vzniká výrobek s malou drsností povrchu a vysokou relativní hustotou. Nevýhodou procesu jsou v porovnání s technologií EBM malé výrobní rychlosti a také vyšší náklady na vstupní materiál. [1]

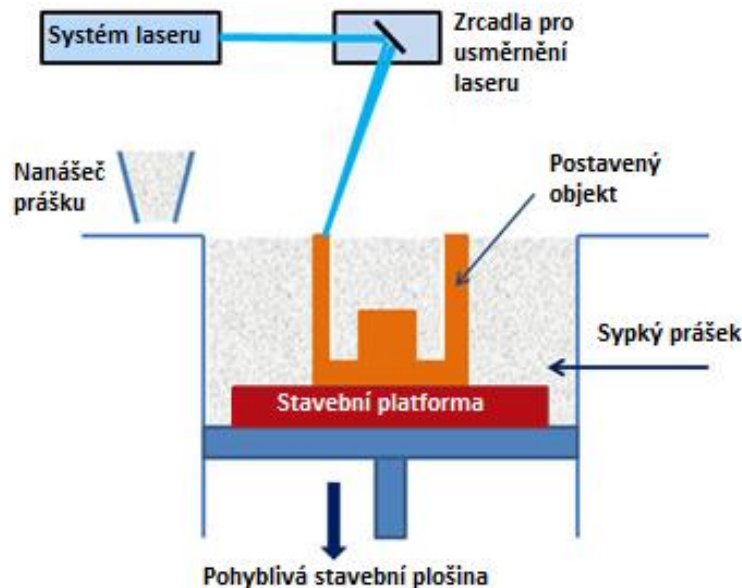
Celý proces probíhá v ochranné atmosféře, nejčastěji argonu nebo dusíku. Neprobíhá zde přehřívání prášku ani komory, případně pouze na nízké teploty (do 400 °C). Z toho důvodu u výrobků vyrobených technologií SLM vzniká velké vnitřní pnutí a je nutné provádět následné tepelné zpracování, aby bylo eliminováno. [1]

Sestava pro technologii SLM se skládá z následujících komponentů:

- Stroj pro 3D tisk – jádro procesu,
- systém obnovy prášku – recyklace prášku použitého při výrobě,
- ochranná plynová nádrž/generátor – zásobárna inertního plynu pro vytvoření ochranné atmosféry.

Stroj pro 3D tisk se skládá z uzavřené komory, ve které se nachází pohyblivá stavební plošina fungující jako podklad pro tisk výrobků. Uvnitř komory se nacházejí také nádrže na prášek a nanášecí prášku, který prášek rozhrnuje rovnoměrně po plošině. Většina strojů určených pro

technologii SLM disponuje vláknovým laserem, který pracuje na vlnové délce 1064 nm (tato hodnota je zvolena z důvodu, že většina materiálů dobře absorbuje energii o této vlnové délce). Tímto laserem je možné zpracovávat například nerezové oceli (316L), martenziticky vytvrditelné oceli, titanové slitiny, inconely, měděné slitiny nebo hliník. Nicméně pro speciální materiály je možné použít i lasery o jiné vlnové délce například zelený laser (s vlnovou délkou 505 nm). Celý proces se nastavuje vždy specificky pro konkrétní výrobek. Je možné upravovat rychlost skenování, frekvenci laseru, zda bude laser pracovat v pulzním režimu či nikoli, skenovací strategii a mnoho dalších parametrů. [1] [7] Zjednodušené schéma procesu je patrné na Obr. 1.



Obr. 1: Schéma procesu tavení laserem v práškovém loži [7]

U metody SLM se můžeme setkat s problémem tzv. balling efektu, neboli se spojováním částic prášku do kuliček a netvoření souvislé homogenní vrstvy. K tomu dochází v případě, kdy je nedostatečná síla laseru nebo jeho příliš velké rozptýlení. Velký vliv na tvorbu kuliček má také kvalita výchozího prášku. [1]

Při samotném procesu dochází k tavení prášku naneseného na stavební platformě pomocí laseru podle zvolené skenovací strategie. Laser selektivně nataví vrstvu prášku, čímž vznikne stopa taveniny a následně ještě roztaví stopy mezi sebou, aby došlo ke dostatečnému spojení materiálu a tvorbě výrobku s vysokou relativní hustotou. Tím je do jisté míry potlačen problém pórovitosti materiálu, díky čemuž roste také jeho životnost. Procesní parametry musí být však nastaveny správně, aby opakovaným natavováním stop nedošlo k degradaci materiálu. [8] [9]

Vzhledem k úzkému paprsku laseru je tavná lázeň velmi malá a rychlost ochlazování díky tomu velmi vysoká, teplo je tedy ze svaru odebíráno materiálem a prostředím v dostatečné rychlosti, což způsobuje vznik martenzitické struktury. Procesem vznikají rovnoosá sloupcová zrna se vzdáleností mezi zrny menší než 1 μm , která vlivem rychlého ochlazení nemají dostatek času na růst, což napomáhá k získání lepších mechanických vlastností výrobků. [8]

Během procesu SLM dochází k segregaci prvků. U molybdenu a titanu je rozpustnost v pevné látce nižší než v kapalinách, proto při rychlém ochlazení dojde k jejich přesunutí do zóny taveniny a následně segregují na hranicích zrn. Jak zrna rostou, jejich hranice se střetnou

a vzniká tak rozhraní bohaté na molybden a titan. Při rozpouštěcím žíhání vlivem vysoké teploty mají prvky dostatek času a energie, aby mohly difundovat do vnitřku zrn. [8]

Po procesu SLM je v materiálu velké množství zbytkového pnutí, což brání pohybu dislokací a zvyšuje se tím pevnost a tvrdost materiálu, ale zároveň výrazně snižuje jeho houževnatost. Vlivem rozpouštěcího žíhání dojde k uvolnění napětí, martenzit vzniklý procesem SLM se změní na lištovitý, což by mělo zvýšit pevnost a tvrdost materiálu, ale v tomto případě dojde také k rozpuštění segregovaných prvků a k jejich přesunu dovnitř zrn. Dislokace tím získají více prostoru pro pohyb a výrazně tak sníží celkovou pevnost materiálu. Tyto dva efekty tak působí proti sobě, což má vliv na výslednou pevnost materiálu. [8]

1.2.1.2 *Electron beam melting (EBM)*

Technologie EBM využívá jako zdroj energie vysokoenergetický paprsek elektronů. Celý proces probíhá v atmosféře vakua, což umožňuje snížit obsah kyslíku v taveném materiálu, což zlepšuje mechanické vlastnosti výsledného výrobku. Výrobní rychlosti jsou u technologie EBM výrazně vyšší než u SLM, neboť je větší rychlost paprsku a zároveň také větší tloušťka vrstvy (kvůli většímu rozptylu částic). Před samotným procesem spékání částic prášku dochází k nahřívání stavební plošiny a částic prášku, aby byl zmírněn tepelný šok při spékání a tím i eliminováno vnitřní napětí u výrobku. Velikost částic prášku pro proces EBM není tak přísně ohraničena jako u procesu SLM, díky čemuž je vstupní surovina levnější, ale výrazně se tím zvyšuje povrchová drsnost výrobku. [1]

Sestava pro technologii EBM se skládá z následujících komponentů:

- stroj pro 3D tisk – jedná se o komoru, ve které dochází k samotnému tisku výrobku, o elektronovou pistoli a o ovládací jednotku, kde jsou nastavovány parametry procesu (jako je rychlost skenování, zaostření, posun stavební platformy, teplota procesu a tloušťka vrstvy),
- dvě nádrže na skladování prášku, které mohou obsahovat až 80 kg prášku,
- systém obnovy prášku – po každém procesu je nutné odstranit prášek, který se přivářil k částem stroje a tento prášek se následně využívá pro další výrobu,
- vakuový čistič – během procesu zachycuje prášek a prosívá ho, aby bylo možné jeho následné využití.

Elektronová pistole se skládá z několika druhů čoček, kterými je ovlivňován průměr paprsku při dopadu, díky čemuž je možné upravovat hustotu energie, která působí při procesu tavení na prášek. Jak je patrné z výše uvedených částí sestavy, při technologii je kladen velký důraz na recyklaci prášku. [1]

Materiálů zpracovávaných technologií EBM je celá řada. Existují specifické stroje pro konkrétní materiály, jako jsou titanové slitiny (TiAl) nebo kobaltové slitiny (CoCr). Nicméně proces je možné nastavit i pro nestandardní materiály, jako je například čistá měď nebo niklem legované superslitiny. [1]

Samotný proces začíná vytvořením počítačového 3D modelu výrobku. Před začátkem tisku probíhá nahřívání prášku a stavební platformy a následně je elektronovým paprskem prášek selektivně spékán vrstvu po vrstvě. Nahřívání platformy probíhá neustále v průběhu celého procesu, aby bylo co nejvíce eliminováno vnitřní pnutí ve výrobku. Po natisknutí poslední vrstvy prášku probíhá řízené ochlazování v komoře. Až po ochlazení je z komory vyňat polotovár, který se skládá ze svařeného výrobku, který je obklopen z části nataveným práškem. Tento přebývající prášek je následně nutné odstranit stříkáním písku. [1]

1.2.1.3 *Selective laser sintering (SLS)*

Metoda SLS pracuje také s laserem jako zdrojem energie jako metoda SLM, ale v tomto případě se jedná o slinování materiálů, tedy částečné natavení a spékání, nikoli o svařování. Tato technologie byla jednou z prvních technologií vyvinutých v oblasti aditivní výroby a byla aplikována na celou řadu materiálů. V současné době se využívá zejména na zpracování polymerů, především polyamidů. [1]

Celý proces funguje obdobně jako u technologie SLM. Stroj se skládá z komory, ve které dochází k natavování prášku na stavební plošině pod ochrannou atmosférou (nejčastěji dusíku) za pomoci laseru. Prášek s velikostí částic 20–80 μm je uložen v nádržích a pomocí nanášeče ukládán na stavební plošinu. Nejčastěji se zde využívá CO₂ laser o vlnové délce 10 600 nm. Technologie SLS se od SLM odlišuje využitím předehřevu stavební platformy i prášku, čímž jsou minimalizovány deformace. [1]

Před samotným procesem musí být stroj důkladně očištěn od zbytků prášku z předchozí výroby. Použitý prášek může být z části recyklován pomocí systému obnovy prášku, kde je použitý prášek prosíván, čímž dojde k odstranění kontaminovaného prášku a nekontaminovaný prášek je možné znovu využít. Následně dojde k uzavření komory a k jejímu naplnění inertním plynem. Komora spolu se stavební plošinou a práškem v zásobárnách se začne ohřívat na zvolenou teplotu. Poté začíná samotný proces tisku výrobku, kdy je nanášečem umístěn prášek rovnoměrně po stavební plošině a selektivně spékán pomocí laseru. Po spečení všech vybraných částí vrstvy podle počítačového modelu dojde k nanesení další vrstvy prášku a proces se opakuje. Až po nanesení a spečení poslední vrstvy prášku je proces hotov. Následuje řízené chlazení pomalou rychlostí, aby nevznikaly deformace výrobku. [1]

Není zapotřebí zařazovat podpory dílu, neboť celý výrobek je obklopen zbytkovým nespéčeným práškem. Nevýhodou této technologie je velká citlivost procesu na výkyvy teplot, neboť již při malé změně teploty může dojít k deformaci dílů. Nevýhodou je také vysoká spotřeba materiálu, protože při procesu je teplem ovlivněno velké množství prášku a ten již není možné při výrobě znovu využít. Mezi výhody technologie patří možnost výroby velkých dílů a také možnost zpracování vysokopevnostních polymerů. [1]

1.2.2 **Direct energy deposition (DED)**

Direct energy deposition (DED) je technologie, při které dochází k nanášení kovového prášku a současně k jeho tavení pomocí laseru vrstvu po vrstvě. Při procesu DED dochází k nanášení prášku z hlavičky a zároveň k jeho tavení pomocí laseru, který je rovněž zaveden v hlavičce. Vlivem rychlého ohřevu působením laseru a následného rychlého ochlazení vzniká specifická struktura, typická sloupcovitými zrny orientovanými ve směru stopy laseru. Oproti metodě PBF neprobíhá tisk materiálu v uzavřené komoře, ale kdekoli na pracovní ploše. Proto je možné vyrábět výrobky velkých rozměrů a zároveň navařovat prášek na výrobky, které jsou již v procesu, což umožňuje jejich efektivní opravu a další využití. Tisk tedy neprobíhá v ochranné atmosféře, ale ochranný plyn může být zaveden v trysce, která nanáší prášek, čím dochází k částečné ochraně svarové lázně. Nevýhodou v tomto případě je skutečnost, že tento ochranný plyn se vlivem tryskání může dostat do materiálu a tvořit plynové póry. Výhodou metody DED je možnost určit si, v jaké hustotě bude prášek nanášen a ovlivňovat tak strukturu a vlastnosti materiálu. Mezi další výhody, stejně jako u SLM procesu, patří přesný rozměr součásti bez nutnosti dalšího zpracování a úzká tepelně ovlivněná oblast. Proces DED byl již úspěšně aplikován na slitiny titanu, niklu, hliníku a železa. [10]

Metody DED a PBF se liší parametry laserového procesu a následného ochlazování struktury, proto se dá předpokládat, že se výrobky budou lišit svými vlastnostmi a mikrostrukturou. [10]

Výkon laseru a rychlost skenování musí být optimálně nastaveny, aby bylo dosaženo žádané struktury. Při příliš vysokém výkonu laseru dochází k rozstříkávání taveniny, je větší pravděpodobnost tvorby dutin v materiálu a zároveň může docházet k ucpávání trysky. Naopak při nízkém výkonu laseru nebo vysoké rychlosti skenování dochází k nedostatečnému roztavení prášku a tím k nedostatečnému metalurgickému spojení, což má za následek vznik fúzních pórů ve struktuře. Ty mají oproti kulovitým plynovým pórům (které ve struktuře vznikají v důsledku plynu, který je zachycen na částicích prášku) nepravidelný tvar. [11]

1.3 Kovové materiály pro aditivní technologie

Neustále dochází k vývoji nových technologií aditivní výroby tak, aby bylo možné je využívat na co největší množství materiálů. Již v současné době existuje celá řada kovových materiálů, které je možné zpracovávat aditivními technologiemi a dosahovat mechanických vlastností srovnatelných s vlastnostmi výrobků vyrobených konvenčními technologiemi. Patří mezi ně například oceli austenitické, duplexní, martenzitické a precipitačně zpevněné nerezové oceli, martenziticky vytvrditelné oceli, uhlíkové nástrojové oceli, TRIP oceli (s transformačně indukovanou plasticitou, při deformaci schopnost absorbovat velké množství mechanické energie [12]) a TWIP oceli (s indukovanou plasticitou vlivem dvojčatění, s velkou mírou deformačního zpevnění stejně jako TRIP oceli [13]).

Na oceli je kladeno mnoho požadavků, aby bylo možné jejich využití v různých oblastech, jako je stavebnictví, strojírenství, lékařství, automotive a další. Je nutné, aby byla zaručena dobrá korozní odolnost pro aplikace v náročných přírodních podmínkách. Také je kladen důraz na dostatečnou pevnost, tvrdost a houževnatost ocelí a dobrou odolnost proti otěru. A samozřejmě klíčovou roli hraje také cena materiálu a cena výrobního procesu. Všechna tato specifika je nutné brát v úvahu a dbát na to, aby materiál splňoval tyto požadavky i v případě jeho aditivního zpracování. [14]

1.3.1 Austenitické nerezové oceli

Austenitické nerezové oceli splňují požadavek dobré odolnosti v náročných podmínkách vnějšího prostředí. Hlavním zástupcem této kategorie je ocel AISI 316L, která se využívá v celé řadě aplikací, zejména tam, kde se předpokládá, že bude působit silné korozní prostředí při středních teplotách. Ocel 316L se chemickým složením velmi podobá oceli M789, která je předmětem této diplomové práce. Chemické složení oceli 316L je uvedeno v Tab. 1. [14]

Tab. 1: Chemické složení oceli 316L [14]

%	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
316L	< 0,03	16-18	10-14	2,0-2,5	< 2	< 0,75

Ocel 316L má velmi dobrou korozní odolnost díky vysokému obsahu chromu ve struktuře. Vzhledem k velkému množství niklu je při konvenční výrobě dosaženo plně austenitické struktury. Při aditivní výrobě je po procesu PBF (konkrétně SLM) dosaženo také austenitické struktury se zrný jemnějšími než po konvenční výrobě. Při technologii DED je ve struktuře

navíc malé množství feritu, vlivem mikrosegregace chromu a molybdenu po hranicích taveniny. Ocel 316L dosahuje vyšší hodnoty pevnosti v případě výroby procesem PBF než v případě konvenční výroby. To je způsobeno optimálním nastavením procesních parametrů při výrobě, díky čemuž vznikne jemnozrnná hierarchicky uspořádaná struktura s velkým množstvím dislokací. V následující tabulce (Tab. 2) jsou uvedeny mechanické vlastnosti oceli 316L v závislosti na metodě výroby. [14]

Tab. 2: Mechanické vlastnosti oceli 316L při výrobě PBF procesem a při konvenční výrobě [14]

	Pevnost v tahu (R_m) [MPa]	Mez kluzu ($R_{p0,2}$) [MPa]
PBF	480-800	350-600
Konvenční výroba	580-590	230-290

Po samotné výrobě aditivní technologií je vhodné výrobky podrobit tepelnému zpracování. Vzhledem k tomu, že procesem PBF se do materiálu dostane velké množství vnitřního pnutí, je ideálním tepelným zpracováním na snížení vnitřního pnutí žihání při teplotě 600 °C. [15]

Vzhledem k tomu, že při procesu PBF vznikají prodloužená zrna ve směru tuhnutí taveniny, vznikají tak i odlišnosti v mechanických vlastnostech výrobků v různých směrech působení sil a s tím spojené také odlišné únavové vlastnosti. Při zatěžování výrobku ve směru kolmo na protáhlá zrna vzniká zakřivená trhlinka s velmi pomalým růstem, zatímco při zatěžování výrobku ve směru paralelním s podélným růstem zrn vzniká trhlinka roste velmi rychle a prochází neomezeně materiálem. Problémem je také vysoká drsnost výrobků vyrobených PBF procesem, kvůli které existuje na povrchu velké množství zárodků trhlín, to je však možné eliminovat vhodnou povrchovou úpravou. [14]

Zárodkem koroze u konvenčně zpracované oceli 316L bývají oblasti inkluzí MnS, které ochuzují své okolí o chrom. Množství těchto inkluzí je výrazně nižší u struktury po procesu PBF, díky čemuž vykazuje ocel 316L vyrobená aditivní technologií výrazně lepší korozní vlastnosti v porovnání s konvenční výrobou. Lepší korozní odolnosti přispívá také lamelární struktura po tisku. [14]

1.3.2 Nástrojové oceli

Nástrojové oceli se využívají pro výrobu forem a nástrojů pro konvenční výrobu a je u nich vyžadována vysoká tvrdost, mez pevnosti a dobrá odolnost vůči otěru. Díky postupnému tisku formy vrstvu po vrstvě při aditivní výrobě je možné vytvořit uvnitř formy chladicí kanálky, které by konvenční technologií nebylo možné vytvořit. Právě proto je v této oblasti využití technologií aditivní výroby ideální. Nástrojové oceli mají vysoký obsah uhlíku, díky čemuž dosahují vysoké pevnosti a tvrdosti, ale omezuje to jejich další zpracování. Z toho důvodu se dnes začaly využívat martenziticky vytvrditelné oceli, u kterých je dosahováno obdobné pevnosti a tvrdosti, a díky nízkému obsahu uhlíku jsou snadno zpracovatelné. [14]

1.3.3 Martenziticky vytvrditelné oceli

Martenziticky vytvrditelné oceli (v angličtině maraging steels) jsou nízko uhlíkové oceli, které se v současné době využívají ve velké míře v oblasti aditivních technologií. Důvodem je právě jejich nízký obsah uhlíku, díky čemuž mají výbornou svařitelnost a je možné je využívat v extrémních podmínkách aditivní výroby. Patří sem například 18Ni-300 nebo M789. Využívají se zejména na formy pro vysokotlaké lití a vstřikování, neboť dobře odolávají extrémním podmínkám. Dále nachází uplatnění také v kosmickém, leteckém a jaderném průmyslu. [5] [11] [14] [16]

Vlivem procesu výroby vznikne v oceli martenzitická fáze, která má ale relativně nízkou pevnost a tvrdost, neboť nedochází k zpevnování pomocí uhlíku. Ovšem po vhodném tepelném zpracování mají tyto oceli vysokou pevnost, která se odvíjí od množství, disperzity a druhu precipitátů, které ve struktuře vzniknou a vytvoří drobné intermetalické fáze, které inhibují pohyb dislokací, čímž dojde k precipitačnímu zpevnění materiálu. [8] [10]

Tyto oceli jsou typicky tepelně zpracovávány ve dvou stupních, prvním je rozpouštěcí žíhání pro homogenizaci struktury a následuje proces vytvrzování, při kterém ve struktuře vznikají precipitáty potřebné pro zpevnění materiálu. Většinu ocelí z kategorie martenziticky vytvrditelných ocelí je možné zpracovat konvenčními technologiemi výroby (kování, tváření, obrábění atd.), ale zároveň jsou na trhu k dispozici i ve formě prášku pro využití v aditivních technologiích. Struktura materiálu po aditivním zpracování se výrazně liší od té po konvenčním zpracování, což výrazně ovlivňuje také mechanické vlastnosti konečných výrobků. Způsob výroby oceli ovlivňuje také volbu optimálního tepelného zpracování. Při konvenčním zpracování těchto ocelí je vhodné zahrnout žíhání pro přípravu homogenní martenzitické matrice, kde budou moci následně vzniknout rovnoměrně rozptýlené precipitáty, které omezí pohyb dislokací, čímž dojde ke zpevnění materiálu. V případě zpracování oceli pomocí aditivní technologie je martenzitická matrice vytvořena již samotným procesem díky rychlému ochlazení. V tomto případě je možné dosáhnout vysokých hodnot pevnosti a tvrdosti i bez procesu žíhání, což by mohlo vést k výrazné finanční a časové úspoře. [5] [8]

Velkou nevýhodou většiny martenziticky vytvrditelných ocelí je nízká korozivzdornost, což omezuje možnosti jejich využití, jejich využití není vůbec možné například v lodním průmyslu, a tím se snižuje i jejich konkurenceschopnost na trhu. Tento problém řeší materiál M789, který byl vyvinut právě za účelem zvýšení korozivzdornosti těchto ocelí. Důvodem vyšší korozivzdornosti je nahrazení kobaltu ve struktuře chromem, čímž ocel získává vlastnosti nerezových ocelí. [5] [10] [17]

Významným zástupcem martenziticky vytvrditelných ocelí je 18Ni-300 (X3NiCoMoTi18-9-5). I přes to, že se chemickým složením (viz Tab. 3) liší od oceli M789, tak vytvrzovací mechanismus precipitačním zpevněním je stejný, proto budou vlastnosti této oceli následně porovnány s vlastnostmi zkoumané oceli M789. Ocel 18Ni-300 je (spolu s 316L) jednou z nejpoužívanějších pro aditivní výrobu. Její nevýhodou však je nízká korozní odolnost z důvodu nedostatku chromu. [2]

Tab. 3: Chemické složení oceli 18Ni-300 [14]

%	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Ti	Al	Co
18Ni-300	< 0,03	< 0,5	17 - 19	4,5 - 5,2	< 0,1	< 0,1	0,6 - 0,8	0,05 - 0,15	8,5-9,5

V Tab. 4 jsou uvedeny mechanické vlastnosti oceli 18Ni-300 po tisku, po TZ 480 °C/5 hod, a po TZ 850 °C/1 hod + 490°C/6 hod. Z výsledků je patrné, že při zvoleném režimu tepelného zpracování dochází k precipitačnímu zpevnění, kdy je možno dosáhnout meze pevnosti až 2217 ± 73 MPa, a tvrdosti až 58 ± 0,1 HRC. V případě, kdy je zahrnuto také rozpouštěcí žíhání jsou hodnoty pevnosti a tvrdosti nižší.

Tab. 4: Mechanické vlastnosti oceli 18Ni-300

	Pevnost v tahu R_m [MPa]	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrdost HRC
Po tisku [18]	1290 ± 114	1214 ± 99	13,3 ± 1,9	39,9 ± 0,1
480 °C/5h [18]	2217 ± 73	1998 ± 32	1,6 ± 0,26	58 ± 0,1
850 °C/1h + 490 °C/6h [16]	2106 ± 2	2055 ± 11	8 ± 2	53 ± 3

1.4 Ocel M789

M789 je komerční označení pro prášek pro aditivní výrobu nabízený výrobcem BÖHLER, voestalpine BÖHLER Edelstahl GmbH & Co KG, který působí na poli práškové metalurgie a nabízí až 250 druhů plynem atomizovaných prášků, které je schopný dodat ve velikosti částic 15 - 150 μm. Tento nově vyvinutý prášek s označením M789 se využívá zejména pro jeho velmi dobré mechanické vlastnosti již po samotném tisku a v kombinaci s vhodným tepelným zpracováním dosahuje tvrdosti kolem 52 HRC. Využívá se zejména pro svou vysokou korozní odolnost, pevnost, mikro-čistotu a výbornou leštitelnost. Ocel M789 se zpracovává pouze aditivní technologií, od čehož se odvíjí také jaké využití. Nejvýznamnější uplatnění oceli M789 je pro výrobu vysokopevných forem a nářadí s vysokou odolností proti korozi. Ocel M789 byla navržena speciálně pro výrobu tvářecích nástrojů s vysokou odolností proti cyklické únavě. Vzhledem ke skutečnosti, že se jedná o nový materiál a stále probíhá výzkum, zatím nejsou známy jeho vlastnosti v konkrétních aplikacích. V budoucnu má tato ocel potenciál se uplatnit kdekoli, kde je zapotřebí vysoká korozní odolnost, pevnost a odolnost proti cyklické únavě. Může se jednat o automotive, formy na vstřikování plastů, případně větrné či jaderné elektrárny. [19] V současné době je výzkum soustředěn zejména na optimalizaci tepelného zpracování této oceli, aby bylo dosaženo co nejvyšší meze pevnosti, meze kluzu a tvrdosti materiálu. Studium únavových vlastností oceli M789 je zatím pouze v začátcích.

Výrobcem doporučené tepelné zpracování je rozpouštěcí žíhání na 1000 °C s výdrží 1 hodinu s ochlazením na vzduchu a následně vytvrzování na 500 °C a výdrží 3 hodiny s ochlazením na vzduchu. [20]

Chemické složení deklarované výrobcem je uvedeno v Tab. 5. Je patrné, že se jedná o nízkouhlíkovou ocel s obsahem uhlíku do 0,02 % a zároveň vysocelegovanou ocel s obsahem chromu 12,2 %. Takto vysoký podíl chromu ve struktuře je důsledkem výzkumu v oblasti martenziticky vytvrzitelných ocelí, kdy byla snaha zejména o zlepšení jejich korozní odolnosti. Právě nízká korozní odolnost těchto ocelí omezuje jejich aplikaci například v námořnictví nebo pobřežních aplikacích. Tento problém by do jisté míry měla řešit nově vytvořená ocel M789,

u které byl kobalt nahrazen chromem, aby bylo dosaženo korozních vlastností obdobných jako u nerezových ocelí. [11] [20]

Tab. 5: Chemické složení oceli M789 uvedené výrobcem [20]

%	C	Cr	Mo	Ni	Ti	Al
M789	< 0,02	12,20	1	10	1	0,6

Stejně jako u ostatních martenziticky vytvrditelných ocelí se nejedná o uhlíkové zpevnění materiálu (jako u konvenčního zpracování materiálu zakalením), neboť množství uhlíku v oceli M789 je pod hodnotou 0,02 %, ale o precipitační zpevnění. U M789 je proto velmi důležitá přítomnost substitučních prvků, zejména titanu a hliníku, díky kterým dosahuje ocel po tepelném zpracování vysokých hodnot tvrdosti a pevnosti. Druhotné fáze a karbidy jsou v tomto případě v oceli relativně bezvýznamné. Přítomnost molybdenu v bezkobaltových ocelích způsobuje vznik Lavesovy fáze (kovová intermetalická fáze s obecným vzorcem AB_2). Všechny vzniklé precipitáty efektivně omezují pohyb dislokací materiálem, což zvyšuje jeho pevnost. Největší význam má v materiálu titan, který interaguje s maticí bohatou na nikl a tvoří intermetalické fáze Ni_3Ti . Tyto precipitáty jsou v materiálu dominantní, jsou hlavním důvodem jeho zpevnění a zároveň omezují nukleaci austenitu v pozdějších fázích vytvrzování. V materiálu vznikají také precipitáty Ni_3Al . Oba tyto druhy precipitátů mají u martenziticky vytvrditelných ocelí vlastní zpevňující efekt, nicméně v literatuře je můžeme nalézt pod souhrnným označením jako $ETA-Ni_3(Ti,Al)$. [5] [6] [21] Precipitáty hliníku a titanu v materiálu fungují jako překážka pro dislokace, kdy dislokace interaguje s precipitátem tím, že jej obteče a vytvoří tzv. Orowanovu smyčku. Samotné smyčky v materiálu působí jako další překážky pro dislokace a podporují tak zpevňování materiálu. [11] [22] Díky velmi nízkému obsahu uhlíku je ocel M789 velmi dobře svařitelná, díky čemuž je vhodná pro využití v oblasti aditivní výroby. [6] [23]

Výrobce Voestalpine BÖHLER Edelstahl dodává materiál M789 ve formě prášku o velikosti částic 18 – 50 μm a hustotě 3,5 g/cm^3 . [20] Mechanické vlastnosti po doporučeném tepelném zpracování uváděné výrobcem jsou uvedeny v Tab. 6.

Tab. 6: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování uvedené výrobcem [20]

M789	Pevnost v tahu (R_m) [MPa]	Mez kluzu ($R_{p0,2}$) [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrdost HRC	Houževnatost [J]
1000 °C/1h + 500 °C/3h	1800 – 1900	1670 – 1770	4 - 8	51 - 53	6 – 14

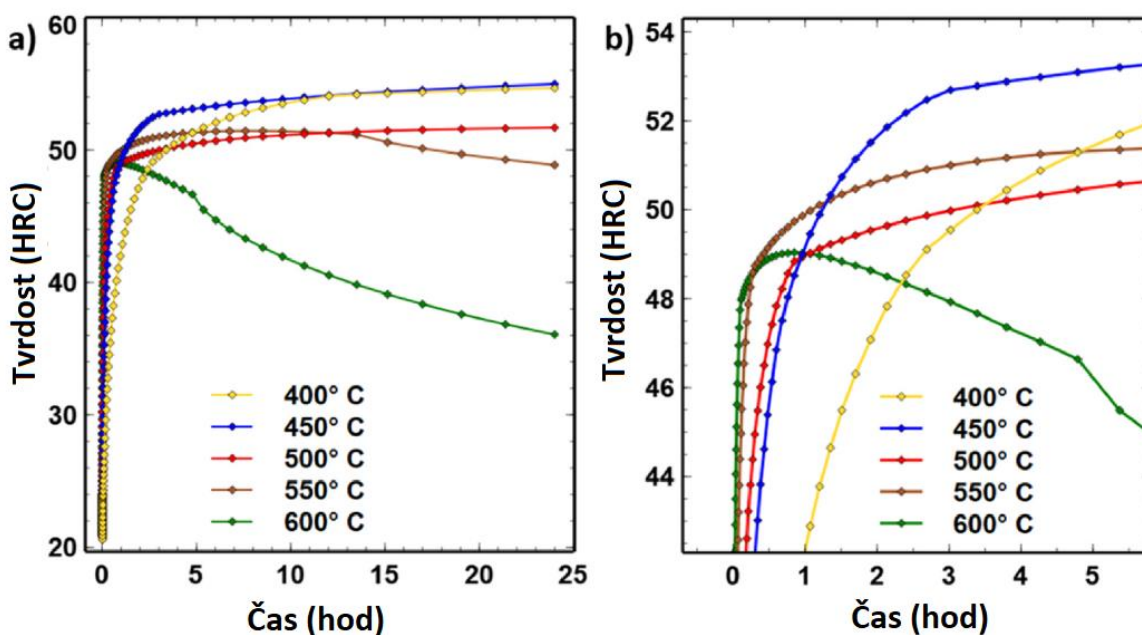
Počáteční struktura materiálu po tisku vykazuje sloupcová zrna protáhlá ve směru tisku, což je běžným znakem struktury po zpracování aditivní technologií. V materiálu po tisku byla pozorována plně martenzitická struktura, která je způsobena rychlým ochlazením při PBF procesu. Tímto procesem bylo v materiálu také generováno velké množství dislokací. [5]

1.5 Tepelné zpracování 3D tištěné oceli typu M789

Aby bylo dosaženo vysokých hodnot pevnosti a tvrdosti materiálu M789 je nutné zvolit vhodné tepelné zpracování, které následuje po procesu aditivní výroby, tedy po tisku výrobku. Optimální tepelné zpracování uváděné výrobcem materiálu M789 Voestalpine BÖHLER Edelstahl GmbH & Co KG je dvoustupňové – v prvním kroku je rozpouštěcí žíhání při teplotě 1000 °C po dobu 1 hodiny s následným ochlazením na vzduchu a v druhém kroku následuje vytvrzování při teplotě 500 °C po dobu 3 hodin s ochlazením také na vzduchu. [20]

Na výrobcem doporučené tepelné zpracování, tedy rozpouštěcí žíhání na 1000 °C, výdrž 1 hodinu, ochlazení na vzduchu a následně vytvrzování na 500 °C, výdrž 3 hodiny a ochlazení na vzduchu, navázali autoři Tian a kol. [6], kteří provedli studii vlivu změny teploty a doby výdrže fáze vytvrzování na výslednou pevnost a tvrdost materiálu, kterou připisují precipitačnímu zpevnění. Z toho důvodu sledovali také velikost, tvar, distribuci a typ precipitátů pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Cílem práce bylo zjistit, jakým způsobem se mění struktura a vlastnosti materiálu, když dojde k variaci teploty nebo času při procesu vytvrzování. Metodou aditivní výroby byla zvolena technologie SLM.

Bylo prokázáno, že k nejvyššímu nárůstu tvrdosti materiálu dochází po prvních 2 hodinách vytvrzování, viz Obr. 2. Při vyšších teplotách (600 °C) docházelo vlivem času k opětovnému poklesu tvrdosti, zatímco u nižších teplot (450 °C a 500 °C) tvrdost neustále v čase rostla, nicméně nepatrně oproti prvním 2 hodinám. Stejný trend sledovala také pevnost materiálu. Pokles pevnosti a tvrdosti při vyšších teplotách tepelného zpracování po dobu 2 hodin je způsoben vznikem austenitu. Zatímco při 500 °C je v materiálu zanedbatelné množství austenitu, při 600 °C je v materiálu přítomno již 9 % austenitu a při 855 °C dochází ke kompletní austenizaci struktury. Při zvyšující se teplotě dochází k transformaci metastabilního martenzitu na termodynamicky stabilní austenit a k rozpadu precipitátů Ni_3Ti . Tím dochází k výraznému poklesu pevnosti a tvrdosti, ale zvýšení houževnatosti a tažnosti materiálu.



Obr. 2: Závislost tvrdosti oceli M789 na teplotě vytvrzování a době výdrže na teplotě,

a) 0-25 hod, b) 0-5 hod. [6]

Jako optimální tepelné zpracování z výsledků experimentu bylo zvoleno vytvrzování při teplotě 500 °C po dobu 2 hodin, neboť během experimentu bylo v tomto režimu dosaženo nejvyšších hodnot pevnosti a tvrdosti, a proto autoři podrobněji sledovali strukturu právě takto zpracovaného vzorku. V materiálu došlo k přeměně původních sloupcovitých zrn, která byla ve struktuře po tisku, na deskovitou náhodně orientovanou strukturu. Martenzitická fáze byla po tisku i po tepelném zpracování ve struktuře dominantní. Velkou výhodou oproti jiným martenziticky vytvrditelným ocelím (například Ni18-300) je, že ve struktuře po tepelném zpracování není patrný téměř žádný zbytkový austenit, což výrazně zlepšuje výslednou pevnost materiálu. Významnou roli po tepelném zpracování mají precipitáty, které způsobují precipitační zpevnění materiálu.

Mechanické vlastnosti byly před a po optimálním tepelném zpracování pozorovány ve dvou směrech, BD (building direction) – směr tisku a TD (transverse direction) – směr kolmý na směr tisku, neboť pro vzorek vytvořený pomocí aditivní technologie je typický rozdíl ve vlastnostech v různých směrech. Naměřené hodnoty ukazuje Tab. 7. Je patrné, že před tepelným zpracováním měl materiál výrazně vyšší tažnost, zatímco po tepelném zpracování došlo k nárůstu pevnosti a tvrdosti materiálu. Nejvyšší hodnoty pevnosti a tvrdosti byly naměřeny po tepelném zpracování ve směru tisku BD. Pevnost v tahu po TZ dosahovala hodnot až 1798 ± 4 MPa, mez pevnosti hodnot 1714 ± 13 MPa a tvrdost $52,4 \pm 0,7$ HRC.

Tab. 7: Mechanické vlastnosti oceli M789, technologie výroby SLM, tepelné zpracování v režimu rozpouštěcí žíhání 1000 °C, 1 hod + vytvrzování 500 °C, 2 hod [6]

	Pevnost v tahu (R_m) [MPa]	Mez kluzu ($R_{p0,2}$) [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrdost HRC
Po tisku (BD)	1019 ± 13	843 ± 17	16 ± 2	$31,3 \pm 1,4$
Po tisku (TD)	1070 ± 34	795 ± 32	17 ± 3	$30,6 \pm 0,8$
1000 °C/1h + 500 °C/2h (BD)	1798 ± 4	1714 ± 13	9 ± 2	$52,4 \pm 0,7$
1000 °C/1h + 500 °C/2h (TD)	1784 ± 2	1674 ± 2	11 ± 1	$51,6 \pm 0,5$

Problematické tepelného zpracování oceli M789 se věnují také autoři Brytan a kol. [2] V této studii byla ocel M789 vyrobená technologií SLM podrobena následujícím režimům TZ: a) 1000 °C/1h + 500 °C/3h, b) 1000 °C/1h + 500 °C/6h, c) 1000 °C/1h + 500 °C/9h.

Výsledky ukázaly, že nejlepší mechanických vlastností bylo dosaženo po režimu b), tedy s vytvrzováním po dobu 6 hodin, nicméně rozdíl oproti mechanickým vlastnostem režimu a), kde bylo vytvrzování po dobu 3 hodin, byl velmi malý, proto se režim b) jeví jako neekonomický. Vytvrzováním po dobu 3 hodin je dosaženo vyhovujících vlastností. Doba vytvrzování 9 hodin vedla ke zhoršení mechanických vlastností, jak ukazuje Tab. 8.

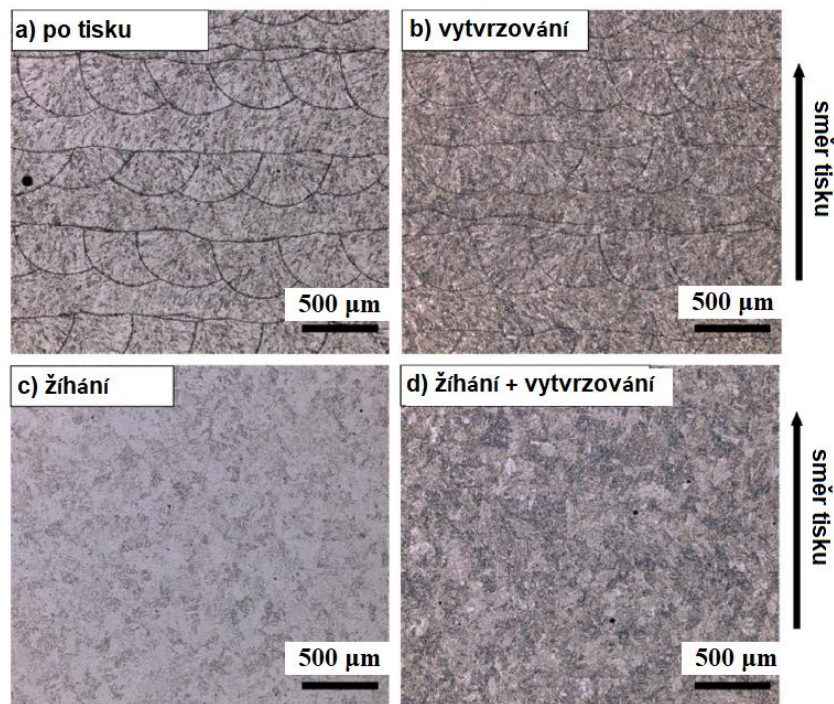
Tab. 8: Mechanické vlastnosti materiálu M789 po tepelném zpracování [2]

	Pevnost v tahu (R_m) [MPa]	Mez kluzu ($R_{p0,2}$) [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrдость HRC
a) 1000 °C/1h	968 ± 11	869 ± 8	3,5 ± 0,6	41 ± 4,5
b) 1000 °C/1h + 500 °C/3h	1610 ± 28	1607 ± 26	2,1 ± 0,1	52 ± 4,9
c) 1000 °C/1h + 500 °C/6h	1617 ± 45	1602 ± 39	2,0 ± 0,2	53 ± 2,7
d) 1000 °C/1h + 500 °C/9h	1553 ± 34	1520 ± 22	1,8 ± 0,4	52 ± 3,3

V rámci studie byla provedena EDS analýza a byla prokázána zvýšená koncentrace hliníku a titanu na hranicích laserových stop. Jedná se o oxidické vměstky typu TiO_2 a Al_2O_3 . Tyto vměstky spolu s póry a neroztavenými částicemi prášku ve struktuře působí jako místa pro iniciaci trhliny. V důsledku těchto vlivů je i po tepelném zpracování malá tažnost materiálu (< 3 %). Rentgenová difrakční analýza odhalila silné píky martenzitické fáze a slabé píky austenitu γ . U vzorků po samotném rozpouštěcím žihání a po rozpouštěcím žihání + vytvrzování po dobu 3 hodin bylo zjištěno 6 % zbytkového austenitu, u vzorků s vytvrzováním po dobu 6 a 9 hodin bylo změřeno 8 % zbytkového austenitu.

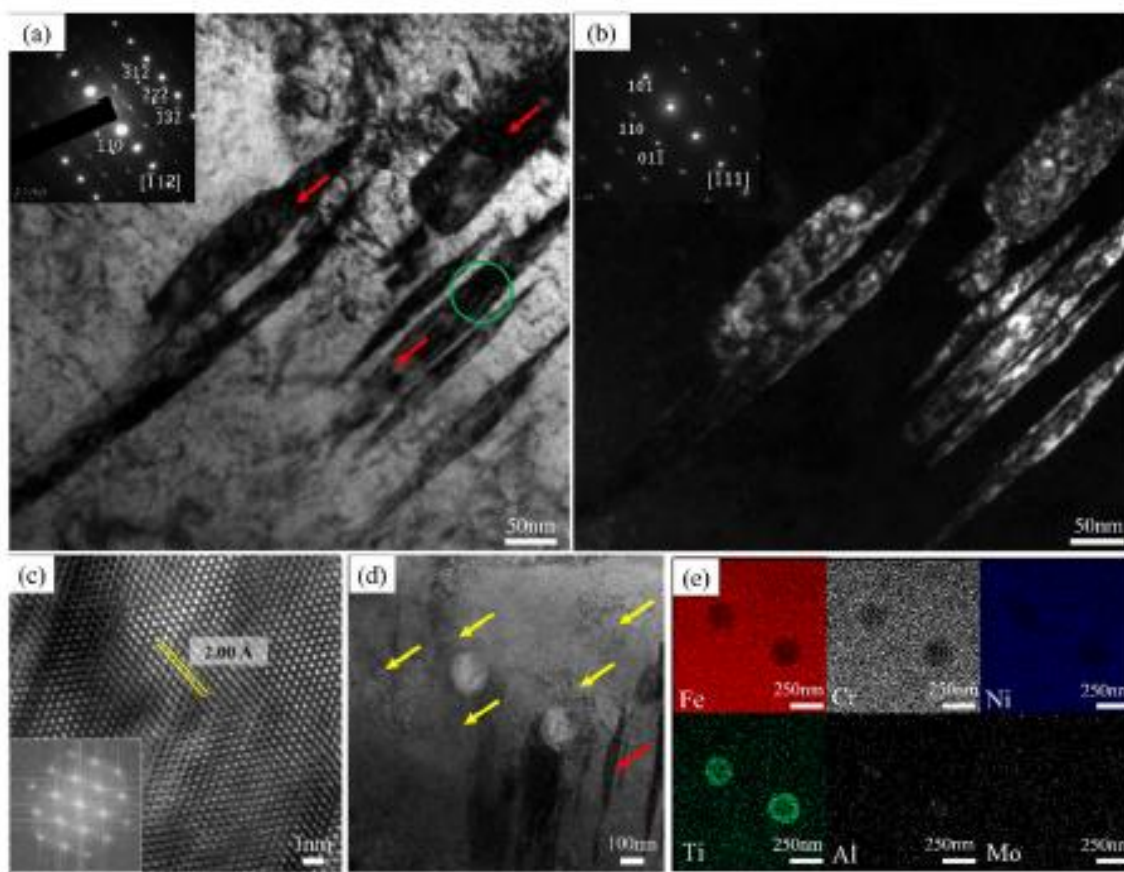
Režim tepelného zpracování doporučený výrobcem, tedy rozpouštěcí žihání při 1000 °C po dobu 1 hodiny s ochlazením na vzduchu a vytvrzování při teplotě 500 °C po dobu 2 hodin s ochlazením na vzduchu, se rozhodli aplikovat také autoři Lek a kol. [11] na materiál M789 vyrobený technologií aditivní výroby DED. Tento režim tepelného zpracování také porovnávali s režimem, kdy byl materiál podroben pouze přímému vytvrzování při teplotě 500 °C po dobu 2 hodin s ochlazením na vzduchu a s režimem, kdy bylo zahrnuto pouze rozpouštěcí žihání při teplotě 1000 °C po dobu 1 hodiny.

U vzorků byla sledována mikrostruktura po tisku a následně po obou režimech tepelného zpracování. Jak je patrné z Obr. 3, mikrostruktura po tisku vykazuje charakteristické uspořádání tvořené polo-eliptickými útvary, které se v literatuře také označují jako rybí šupiny. Tento specifický tvar je způsoben laserovým tavením, kdy vrstvu po vrstvě dochází ke spékání materiálu. Při režimu vytvrzování jsou hranice taveniny stále patrné. Až když bylo do tepelného zpracování zahrnuto rozpouštěcí žihání, tak došlo k rozpuštění hranice taveniny a homogenizaci struktury. Při EBSD analýze (difrakce zpětně odražených elektronů pro zjištění krystalografické orientace) byl v materiálu pozorován jako hlavní fáze martenzit a u vzorků, které byly zpracovány pouze vytvrzováním, bylo patrné také malé množství austenitu. U vytisknutého vzorku byla zrna orientována ve směru tuhnutí taveniny a hranice laserových stop byly velmi výrazné. Tyto hranice vymizely po rozpouštěcím žihání, což odpovídá pozorováním získaným ze světelného mikroskopu.



Obr. 3: Mikrostruktura materiálu M789, podélný výbrus, a) po tisku, b) vytvrzování 500 °C/2 hod, c) rozpouštěcí žihání 1000 °C/1 hod, d) rozpouštěcí žihání + vytvrzování 1000 °C/1 hod + 500 °C/2 hod. [11]

Dále byla na vzorcích, po tepelném režimu rozpouštěcí žihání + vytvrzování, provedena TEM analýza, která odhalila martenzitickou lištovou strukturu, viz Obr. 4. Na STEM-EDS snímcích byly patrné kulovité precipitáty o velikosti 190 – 200 nm bohaté na titan a hliník, které byly obklopeny dislokacemi. Precipitáty titanu se tvoří relativně rychle a slouží jako nukleace pro precipitáty hliníku. Oproti tomu precipitátů molybdenu bylo ve vzorcích pozorováno malé množství, neboť molybden má pomalou kinetiku nukleace a nestihne tak precipitovat při krátké době výdrže při vytvrzování.



Obr. 4: Snímky TEM a STEM, žíhané a vytvrzené vzorky,

a), b), c) martenzitická lištová struktura, d), e) kulovité precipitáty. [11]

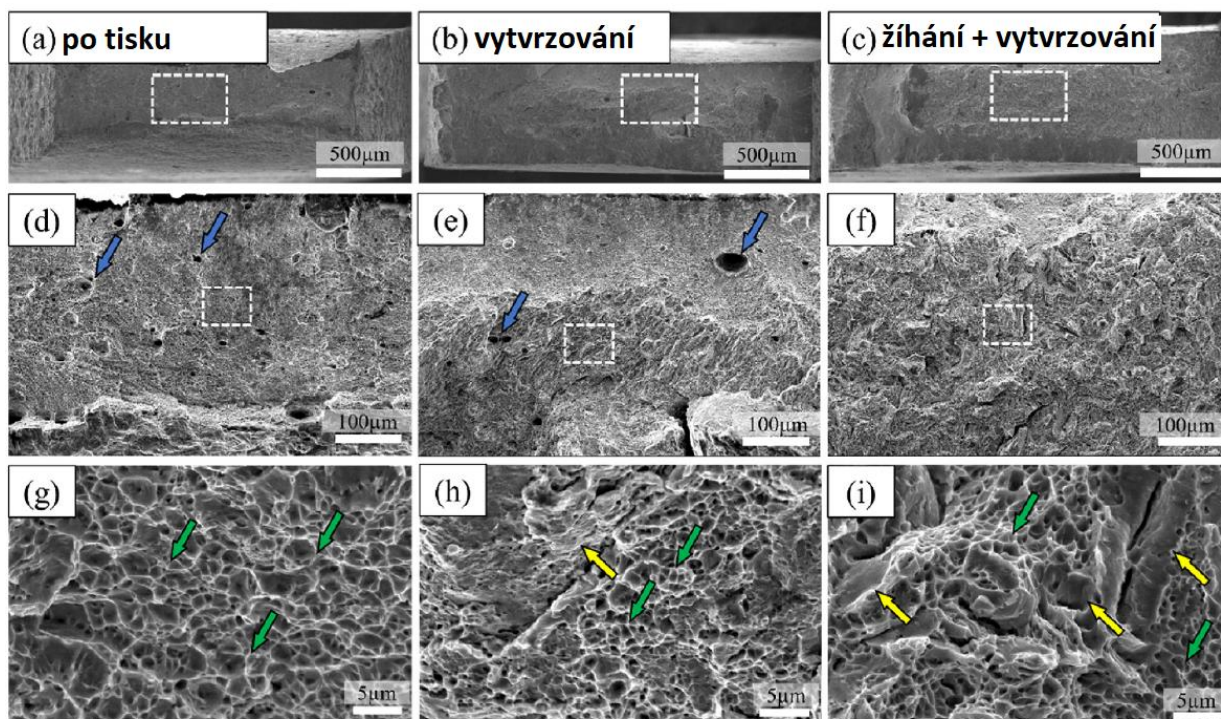
Nerovnoměrné rozložení teplot během procesu DED vede k mikrosegregaci legujících prvků na hranicích laserových stop. Jedním z nich je například nikl, který následně podporuje vznik zbytkového austenitu. Díky rozpouštěcímu žíhání dojde k homogenizaci struktury, neboť vlivem vyšší teploty se zvýší difuzivita prvků a legující prvky mají tak dostatek času na difuzi do zrn. Tím dojde k potlačení zbytkového austenitu ve struktuře.

Mechanické vlastnosti byly měřeny u vytisknutého vzorku, u přímo vytvrzeného vzorku a u žíhaného + vytvrzeného vzorku, hodnoty jsou uvedeny v Tab. 9. Nejvyšších hodnot pro ocel M789 vyrobenou procesem DED je dosaženo po TZ rozpouštěcí žíhání + vytvrzování, kde je mez pevnosti 1500 ± 80 MPa a tvrdost 540 ± 6 HV.

Tab. 9: Mechanické vlastnosti materiálu M789, technologie výroby DED [11]

	Pevnost v tahu (R_m) [MPa]	Mez kluzu ($R_{p0,2}$) [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrdost HV10
Po tisku	1057 ± 7	650 ± 20	15 ± 1	312 ± 6
500 °C/2h	1512 ± 54	1350 ± 56	13 ± 3	519 ± 10
1000 °C/1h + 500 °C/2h	1683 ± 24	1500 ± 80	8 ± 1	540 ± 6

Po provedení tahové zkoušky byly pozorovány lomy jednotlivých vzorků a hodnoceny z hlediska fraktografie, snímky jsou patrné na Obr. 5. U lomu vytisknutého vzorku je patrný vysoký stupeň plastické deformace a tvárný lom, který indikují jemné důlky ve struktuře, které jsou označeny zelenými šipkami na snímcích g), h) a i). U vzorku přímo vytvrzeného se stále nacházely důlky a tvárný lom, ale začínaly se objevovat také štěpné roviny, které indikují křehký lom, na snímcích h) a i) jsou označeny žlutými šipkami. Na snímcích byly vidět také póry, označeny modrými šipkami na snímcích d) a e). U vzorku žíhaného a vytvrzeného byly pozorovány již ve větším množství štěpné roviny, ale v určitých oblastech stále převažovaly důlky. Jedná se tedy o kombinaci křehkého a tvárného lomu, kdy se lom šíří po štěpných rovinách a je zbrzděn v oblastech, kde převažuje plastická deformace.



Obr. 5: Fraktografické snímky lomů u vzorků materiálu M789, a) d) g) po tisku, b) e) h) přímé vytvrzování 500 °C 2 hod, c) f) i) rozpouštěcí žíhání 1000 °C 1 hod + vytvrzování 500 °C 2 hod. [11]

Také autoři Han a kol. [10] se ve své studii věnovali vlivu tepelného zpracování na mechanické vlastnosti a korozní odolnost materiálu M789, který byl zpracovaný technologií aditivní výroby DED. U režimů tepelného zpracování se autoři drželi teplot a časů stanovených výrobcem jako optimálních, u rozpouštěcího žíhání byla zvolena teplota 1050 °C a čas 1 hodina, u vytvrzování teplota 500 °C s časem 3 hodiny. Do režimů bylo zařazeno také kryogenní zpracování a byl sledován jeho vliv na výsledné vlastnosti materiálu. Kryogenní zpracování bylo do režimů tepelného zpracování zahrnuto proto, aby ve struktuře došlo ke kompletní martenzitické transformaci, tedy aby nedocházelo k jeho popouštění na vzduchu a tím ke stabilizaci zbytkového austenitu ve struktuře. Autoři zvolili čtyři režimy tepelného zpracování:

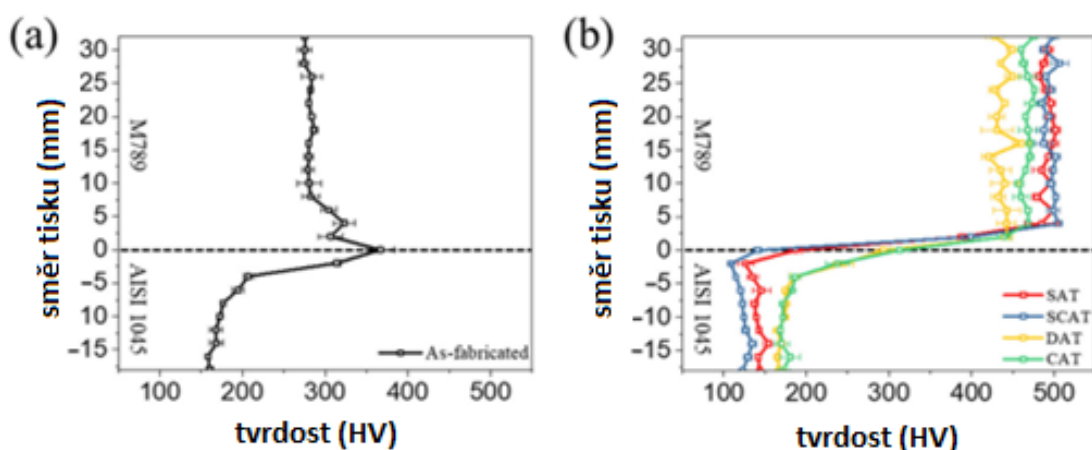
- SAT = rozpouštěcí žíhání 1050 °C po dobu 1 h, ochlazení na vzduchu + vytvrzování 500 °C po dobu 3 h, ochlazení na vzduchu,

- SCAT = rozpouštěcí žíhání 1050 °C po dobu 1 h, ochlazení na vzduchu + kryogenní zpracování -196 °C po dobu 24 h + vytvrzování 500 °C po dobu 3 h, ochlazení na vzduchu,
- DAT = vytvrzování 500 °C po dobu 3 h, ochlazení na vzduchu,
- CAT = kryogenní zpracování -196 °C po dobu 24 h + vytvrzování 500 °C po dobu 3 h, ochlazení na vzduchu.

Mikrostruktura materiálu po tisku odpovídala skenovací strategii, neboť byly v mikroskopu patrné stopy tisku. Ty zmizely při režimech SAT a SCAT, neboť vlivem rozpouštěcího žíhání došlo k homogenizaci struktury. V případě režimu DAT byly ve struktuře patrné jemné kulovité karbidy a zároveň stejně jako u režimu CAT, i zde byly stále patrné stopy taveniny způsobené procesem DED. Bylo pozorováno, že kryogenní zpracování vedlo k deformaci martenzitické mřížky a precipitaci nových fází uhlíku.

Aby bylo dosaženo co nejlepších mechanických vlastností materiálu, je snaha eliminovat tvorbu zbytkového austenitu ve struktuře. Jeho vznik podporuje obsah niklu větší než 10 % v materiálu. Technologie DED vytváří ve struktuře velké množství dislokací, čímž do jisté míry brání vzniku zbytkového austenitu.

Dále byla sledována také tvrdost materiálu. Ocel M789 byla procesem DED natisknuta na substrát AISI 1040 a tento komplex byl následně podroben jednotlivým režimům tepelného zpracování. U těchto vzorků byla následně měřena tvrdost HV. Bylo možné pozorovat výrazný pokles tvrdosti na rozhraní dvou materiálů, jak je patrné z Obr. 6. Ocel M789 dosahovala tvrdosti v rozmezí 420 HV až 500 HV, zatímco materiál AISI 1040 pouze 120 HV až 180 HV, v závislosti na zvoleném režimu tepelného zpracování. Největších hodnot bylo dosaženo po režimech SAT a SCAT, z čehož je možné dovozovat, že právě homogenizace struktury vlivem rozpouštěcího žíhání a precipitační zpevnění vlivem vytvrzování výrazně ovlivňují výslednou tvrdost materiálu. Kryogenní zpracování zvyšuje výslednou tvrdost materiálu M789 významněji v případě režimu, kde kryogenní zpracování předchází přímému vytvrzování. V režimu, kde je kryogenní zpracování zahrnuto až po rozpouštěcím žíhání, je jeho vliv na výslednou tvrdost materiálu nevýznamný.



Obr. 6: Tvrdost materiálů M789 a AISI 1040 po režimech tepelného zpracování SAT, SCAT, DAT a CAT. [10]

2 Experimentální program

Cílem experimentální části této diplomové práce je prozkoumat vliv různých režimů tepelného zpracování na výsledné mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli M789 a její mikrostrukturu.

Zvolené režimy tepelného zpracování byly rozděleny do tří kategorií: vytvrzování, žíhání a žíhání + vytvrzování. U jednotlivých kategorií byl zkoumán vliv různé teploty a doby výdrže na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu oceli. U každé kategorie byly získané výsledky porovnávány mezi sebou, aby bylo možné zjistit jak změna teploty a doby expozice ovlivňuje vlastnosti materiálu. U vybraných vzorků byla následně sledována také fraktografie. Pro zjištění konkrétního chemického složení byla provedena EDS analýza.

Ke splnění výše uvedeného cíle byly provedeny následující kroky:

- Vyhodnocení mechanických zkoušek u všech tří kategorií + porovnání výsledků v rámci jednotlivých kategorií.
- Popis mikrostruktury sledované na světelném a elektronovém mikroskopu u všech tří kategorií.
- Vyhodnocení fraktografie pro zvolené režimy.
- Provedení EDS analýzy pro zjištění chemického složení oceli.
- Vyhodnocení optimálního režimu a porovnání s výsledky z již provedených studií.

Vzorky pro experimentální část byly vytištěny v rámci projektu *FW03010323: Výzkum a vývoj tvarových forem z vytvrditelných ocelí pro lití zinkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací* na 3D tiskárně na Technické univerzitě v Liberci. Tepelné zpracování proběhlo v pecích v Laboratoři metalografie RTI a mechanické zkoušky proběhly v Laboratoři experimentálního tváření RTI, Mechanické zkušebně RTI a taktéž Laboratoři metalografie RTI.

Vzorky obsažené v experimentální části jsou součástí projektu FW03010323: Výzkum a vývoj tvarových forem z vytvrditelných ocelí pro lití zinkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací. Část snímků mikrostruktury vzorků a část výsledků mechanického zkoušení se objevuje v průběžné zprávě k tomuto projektu [24] a mohou se pak objevit i ve zprávách budoucích.

2.1 Charakteristika vstupního materiálu

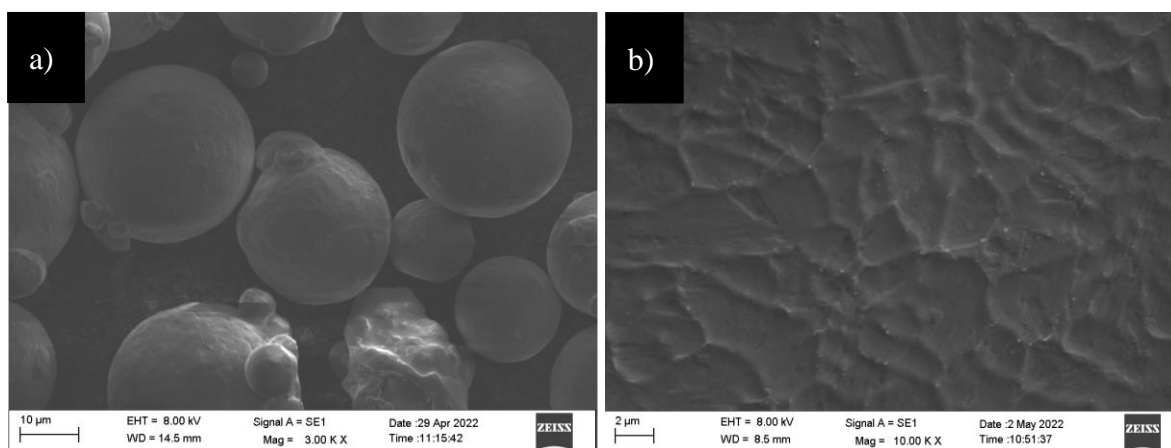
Vstupním materiálem je prášek oceli M789 s označením BÖHLER AMPO M789. Prášek byl vyroben pomocí plynové atomizace argonem. Výrobce Voestalpine BÖHLER Edelstahl udává chemické složení prášku uvedené v Tab. 10.

Tab. 10: Chemické složení uvedené výrobcem [20]

%	C	Cr	Mo	Ni	Ti	Al
M789	< 0,02	12,20	1	10	1	0,6

Na dodaném prášku byla provedena metalografická analýza pro zjištění velikosti zrn, chemického složení a mikrostruktury prášku. Při zjišťování velikosti zrn bylo naměřeno celkem 500 hodnot pro zajištění relevantních výsledků. Minimální naměřená velikost zrn byla v průměru 11,06 μm , maximální velikost zrn v průměru 46,69 μm . Nejvíce naměřených hodnot bylo v rozmezí 19 – 33 μm , kdy celkový průměr velikosti zrna byl 26,19 μm . Změřené hodnoty odpovídají výrobcem deklarované velikosti zrn v rozmezí 15 - 45 μm . Distribuce částic prášku odpovídá ISO 9276-1 [25]. Nutno podotknout, že výrobce nabízí prášek také o velikosti 45 – 90 μm , který se používá při technologii DED [11]. Větší rozměry zrn prášku se u technologie DED používají pro snadnější manipulaci a efektivnější podávání prášku, oba druhy prášků jsou mezi sebou tedy nezaměnitelné. [26]

Morfologie prášku byla sledována pomocí skenovací elektronové mikroskopie. Ze snímků na Obr. 7 je patrné, že je prášek tvořen z částic kulovitého tvaru (snímek a) a po naleptání lučavkou královskou (snímek b) je patrná buněčná struktura typická pro výrobu prášku atomizací v plynu.



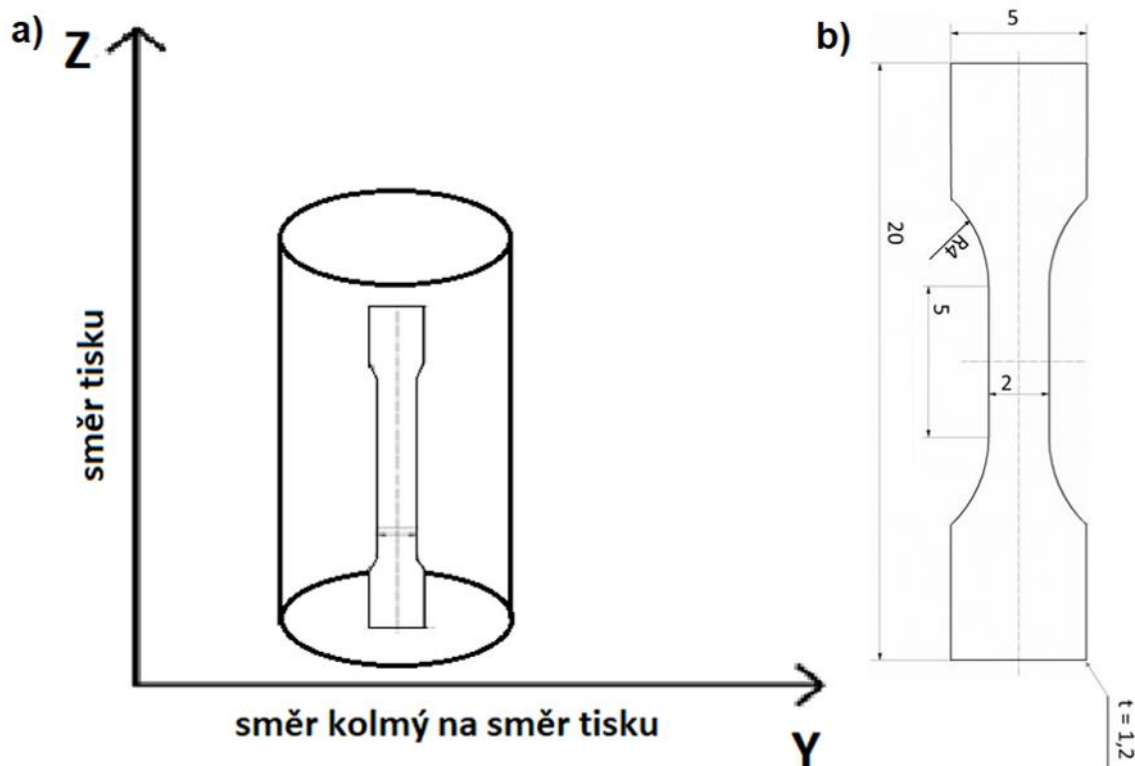
Obr. 7: Částice prášku oceli M789 na snímcích z elektronového mikroskopu,
a) kulovité částice, b) buněčná struktura částic [24]

Tisk vzorků pro experimentální část proběhl metodou Selective laser melting (SLM) na zařízení EOS M290. Samotnému tisku vzorků předcházelo v rámci projektu FW03010323 [24] hodnocení vlivu tiskových parametrů na pórovitost. Cílem bylo dosažení materiálu s co nejmenší porozitou. Vzorky byly vytištěny ve tvaru válce o průměru 20 mm a výšce 20 mm, jejich tisk probíhal pod ochrannou atmosférou argonu a jako optimální byly zvoleny parametry tisku uvedené v Tab. 11.

Tab. 11: Parametry tisku vzorků [24]

Výkon laseru, P	350 [W]
Skenovací rychlost, v	811 [mm/s]
Objemová energie, E	90 [J/mm ³]
Výška vrstvy	40 μm
Rozestup drah laseru	0,12 mm

Mechanické hodnoty byly měřeny na vzorcích vytisknutých ve směru X, Y i Z. Z výsledků zkoušek je patrné, že směr tisku neměl výrazný vliv na mechanické vlastnosti, proto byla tvrdost měřena pouze u směru Z a stejně tak mechanické vlastnosti u dalších vzorků v práci (po tepelném zpracování), byly měřeny pouze ve směru Z. Orientace vzorku pro tahovou zkoušku je znázorněna na Obr. 8 a). Rozměry vzorků pro tahové zkoušky jsou uvedeny na Obr. 8 b).



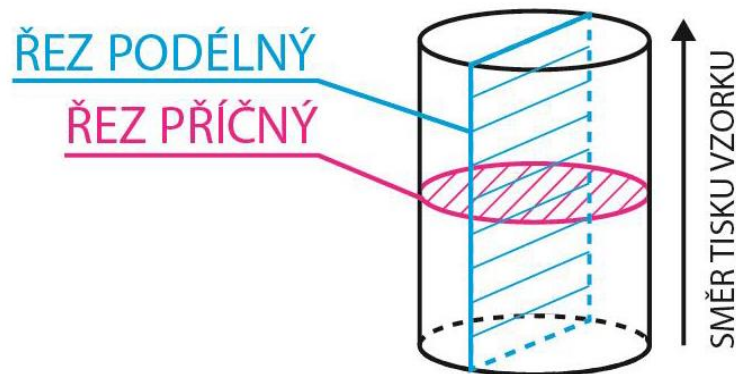
Obr. 8: a) Znázornění směru Z [27] – upraveno, b) rozměry vzorku pro tahové zkoušky.

V Tab. 12 jsou uvedeny mechanické vlastnosti změřené na vzorku oceli M789 po tisku bez následného tepelného zpracování. Z výsledků mechanických zkoušek je patrné, že pevnost a zejména tvrdost oceli je velmi nízká a pro následné použití v praxi by byla nedostatečná. Vzhledem k současné situaci, kdy materiál M789 není běžně používán a zatím ani dostatečně prostudovaný, je zde snaha zlepšit jeho vlastnosti použitím vhodného režimu tepelného zpracování. Cílem experimentální části této diplomové práce je prozkoumat, jak se bude materiál chovat při různých režimech tepelného zpracování.

Tab. 12: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tisku [24]

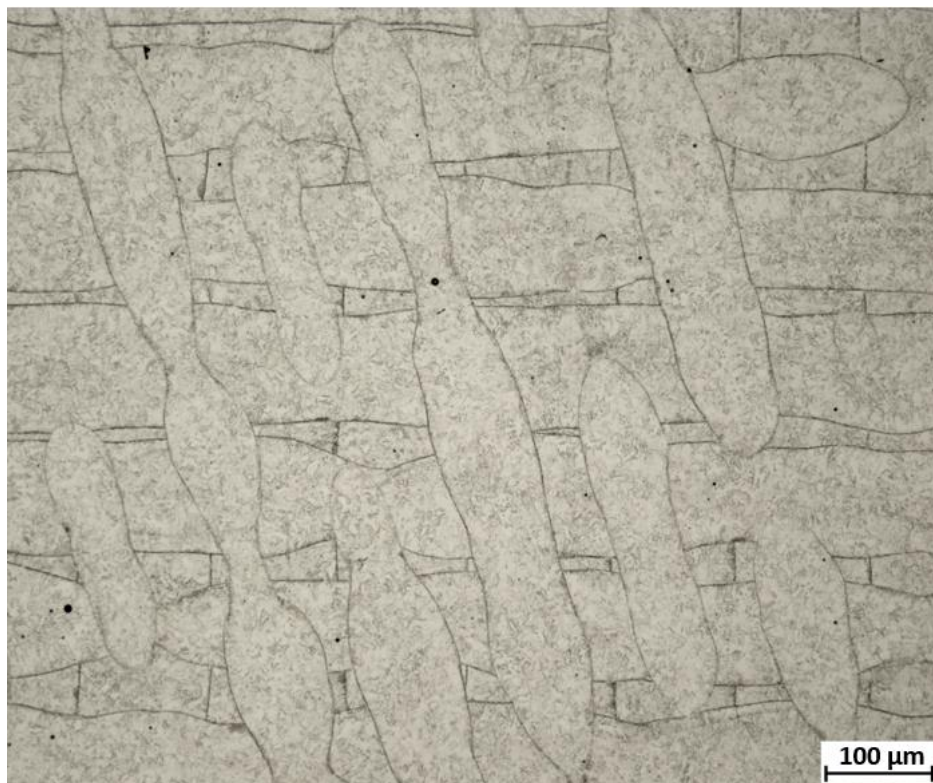
	R_m [MPa]	R_e [MPa]	A [%]	HV10
Směr X	1023 ± 12	827 ± 73	$13,7 \pm 2$	-
Směr Y	1027 ± 6	854 ± 10	$12,1 \pm 1$	-
Směr Z	1020 ± 10	856 ± 28	$14,5 \pm 1$	319 ± 1

Pro hodnocení mikrostruktury byl zhotoven metalografický výbrus a příčný řez vzorkem (viz Obr. 9). Směr tisku vzorku odpovídá směru Z, jak bylo uvedeno výše, vzorky pro mechanické zkoušky byly vyříznuty v podélném řezu, zatímco mikrostruktura byla pozorována na příčném řezu vzorku.



Obr. 9: Vyobrazení příčného řezu vzhledem ke směru tisku. [24]

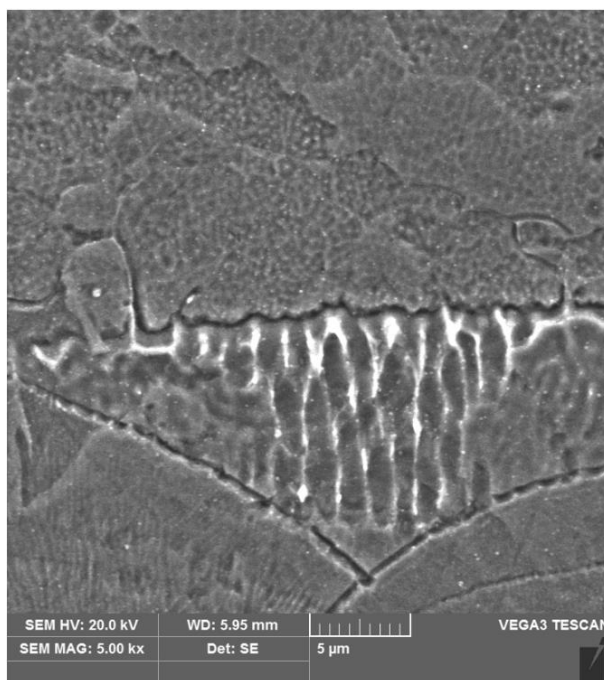
Na Obr. 10 je vidět mikrostruktura oceli M789 po tisku. Na snímku jsou velmi výrazné pravidelné stopy laseru orientované ve směru tisku, což odpovídá struktuře po výrobě aditivní technologií. Materiál po zpracování aditivní technologií není homogenní, což výrazně ovlivňuje jeho vlastnosti v různých směrech působení zatížení. Při tomto zvětšení optické soustavy (200x) nelze jednoznačně identifikovat strukturu materiálu.



Obr. 10: Snímek mikrostruktury oceli M789 po tisku ze světelného mikroskopu [24]

Na Obr. 11 je zobrazena struktura vzorku M789 bez tepelného zpracování v elektronovém mikroskopu. I zde můžeme sledovat hranice laserových stop, mezi kterými je patrná buněčná struktura typická pro technologii aditivního zpracování.

Kvůli výrazné pravidelnosti laserových stop je vhodným tepelným zpracováním po tisku rozpouštěcí žíhání, aby došlo k homogenizaci struktury a tím i sjednocení vlastností materiálu. Z toho důvodu bude také rozpouštěcí žíhání detailněji zkoumáno v následující části této práce.



Obr. 11: Snímek mikrostruktury oceli M789 po tisku z elektronového mikroskopu [24]

2.2 Použitá zařízení a metody

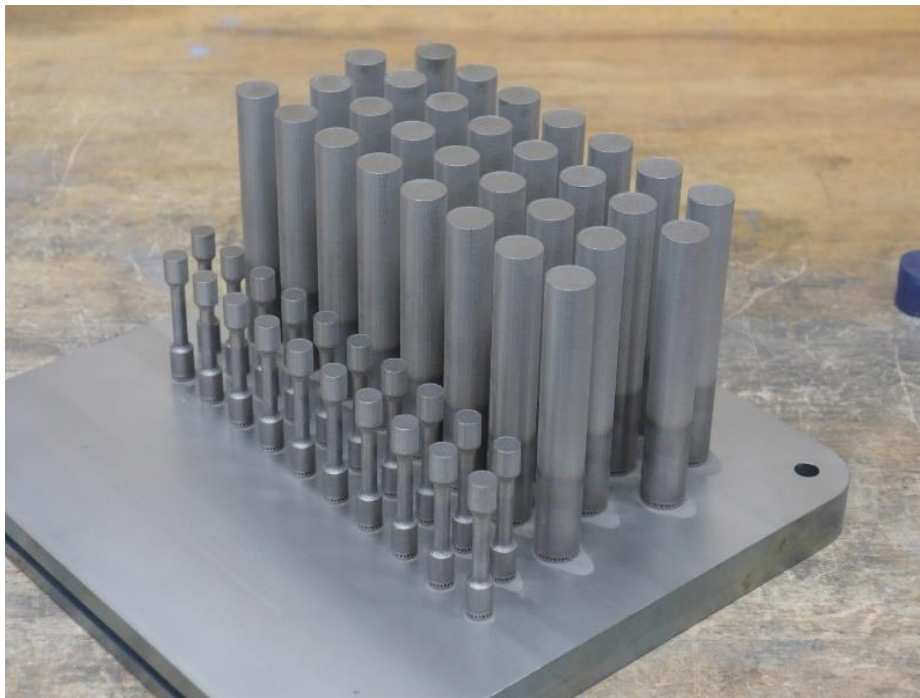
Tisk vzorků pro experimentální část diplomové práce proběhl na 3D tiskárně SLM 280HL (Selective Laser Melting) na Technické univerzitě v Liberci v rámci projektu *FW03010323: Výzkum a vývoj tvarových forem z vytvrditelných ocelí pro lití zinkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací*. Tato tiskárna je od firmy SLM Solutions a umožňuje tisk funkčních kovových prototypů s minimální porozitou. Zařízení je vybaveno jedním laserem typu Yb:YAG o maximálním výkonu 400 W a velikostí pracovního prostoru 280 x 280 x 365 mm.

Tepelné zpracování těchto vzorků proběhlo v laboratorní peci Carbolite ELF 11/6 na Západočeské univerzitě v Plzni, v laboratoři metalografie v Regionálním technologickém institutu (RTI). Vzorky byly podrobeny tepelnému zpracování bez použití ochranné atmosféry a chlazeny na vzduchu.

V některých z předchozích studií věnujícím se tepelnému zpracování oceli M789 bylo tepelné zpracování provedeno po ochrannou atmosférou argonu. [5] [6] Použití ochranné atmosféry při tepelném zpracování je optimálnější z důvodu omezení oxidace a zabránění změnám chemického složení na povrchu výrobku. V experimentální části této práce nebyly vzorky

tepelně zpracovány pod ochrannou atmosférou, neboť pec Carbolite ELF 11/6 tuto možnost nenabízela. V případě všech vzorků po tepelném zpracování následovalo chlazení na vzduchu.

Z válečků, které byly vytvořeny pomocí 3D tisku a tepelně zpracovány, byly následně vytvořeny vzorky pro mechanické zkoušení a vzorky pro hodnocení metalografie. Ukázka vytištěných vzorků oceli M789 na platformě je zobrazena na Obr. 12. V rámci mechanického zkoušení proběhla tahová zkouška dle normy ČSN EN ISO 6892-1 [28] na zařízeních Zwick Roell Z250 a Exceed Model E43. V rámci mechanického zkoušení proběhlo také měření tvrdosti podle Vickerse na tvrdoměru Wolpert 432-SVD se zátěží 10 kg a dobou zatížení 10 s.



Obr. 12: Vzorky oceli M789 po tisku [24]

Pro hodnocení mikrostruktury byl zhotoven příčný řez vzorkem, byl proveden na pile Struers Secotom-50 a vzorky byly zality do hmoty MultiFast na stroji Struers CitoPress-10. Takto připravené byly vzorky následně broušeny a leštěny na stroji Struers Tegramin-30. Nejprve probíhalo broušení na brusném kotouči SiC o velikosti zrna 500 μm , následně o velikosti 1200 μm . Po broušení následovalo leštění vzorků za pomoci leštící suspenze, nejprve s velikostí zrna 9 μm , následně 3 μm a konečné leštění probíhalo se suspenzí s velikostí zrna 1 μm . Pro zviditelnění mikrostruktury se vzorky po leštění leptaly pomocí leptadla Nital. Koncentrace leptadla i doba leptání se lišila v závislosti na druhu režimu tepelného zpracování, kterému byly vzorky vystaveny.

Samotné hodnocení mikrostruktury probíhalo na světelném mikroskopu Olympus GX51 a na elektronových mikroskopech Tescan VEGA3 a EVO MA25 Zeiss. Pro vybrané vzorky byla provedena také EDS analýza na elektronovém mikroskopu Crossbeam 340 Zeiss.

2.3 Tepelné zpracování

Experiment této diplomové práce je možné rozdělit do tří částí.

V první části je věnována pozornost vlivu tepelného zpracování při teplotách od 480 °C do 540 °C, tedy vlivu vytvrzování na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu oceli. Ze znalostí z předchozích studií (Brytan a kol. [2], Yuan a kol. [3], Yuan a kol. [4], Yuacho a kol. [6], Yung Zhen a kol. [9]) se dá předpokládat, že mez pevnosti v tahu R_m a mez kluzu $R_{p0,2}$ bude dosahovat vysokých hodnot díky precipitačnímu zpevnění, které při daných teplotách probíhá. Bude sledován vliv různé teploty (480 °C – 540 °C) a doby výdrže (2 – 3 hod) zejména na výslednou mez pevnosti a mez kluzu materiálu.

V druhé části experimentu bude sledován vliv tepelného zpracování při teplotách od 900 °C do 1100 °C, tedy vliv rozpouštěcího žíhání na mechanické vlastnosti a zejména mikrostrukturu oceli. Zde se dá z předchozích studií předpokládat, že zpracování při těchto teplotách povede k homogenizaci struktury, tedy k odstranění pravidelných laserových stop, které ve struktuře zůstaly po tisku. Bude sledován vliv teploty (900 °C – 1100 °C) a doby výdrže při 1000 °C (0,5 – 1,5 hod) na výslednou mikrostrukturu a mechanické vlastnosti.

Podle nejlepších výsledků z prvních dvou částí experimentu budou následně vybrány optimální režimy a bude provedeno dvoukrokové tepelné zpracování, skládající se z rozpouštěcího žíhání a následného vytvrzování. Bude sledován vliv vybraných kombinací na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu oceli M789. Výsledky budou také porovnány s nejlepšími výsledky z již proběhlých studií materiálu M789.

Na závěr bude zhodnocen přínos tepelného zpracování oceli M789 a výhody oproti jiným korozivzdorným/martenziticky vytvrzitelným ocelím, které byly vyrobeny pomocí aditivní technologie. Porovnání s konvenční výrobou zde není možné, neboť ocel M789 se vyrábí pouze aditivní výrobou.

2.3.1 Vytvrzení

Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C jsou uvedeny v Tab. 13. V laboratoři experimentálního tváření RTI byla provedena tahová zkouška pro vyhodnocení meze pevnosti R_m , meze kluzu $R_{p0,2}$ a tažnosti A. Mechanické zkoušky byly měřeny na plochých vzorcích ve směru Z. Dále byla v metalografické laboratoři RTI provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse HV10.

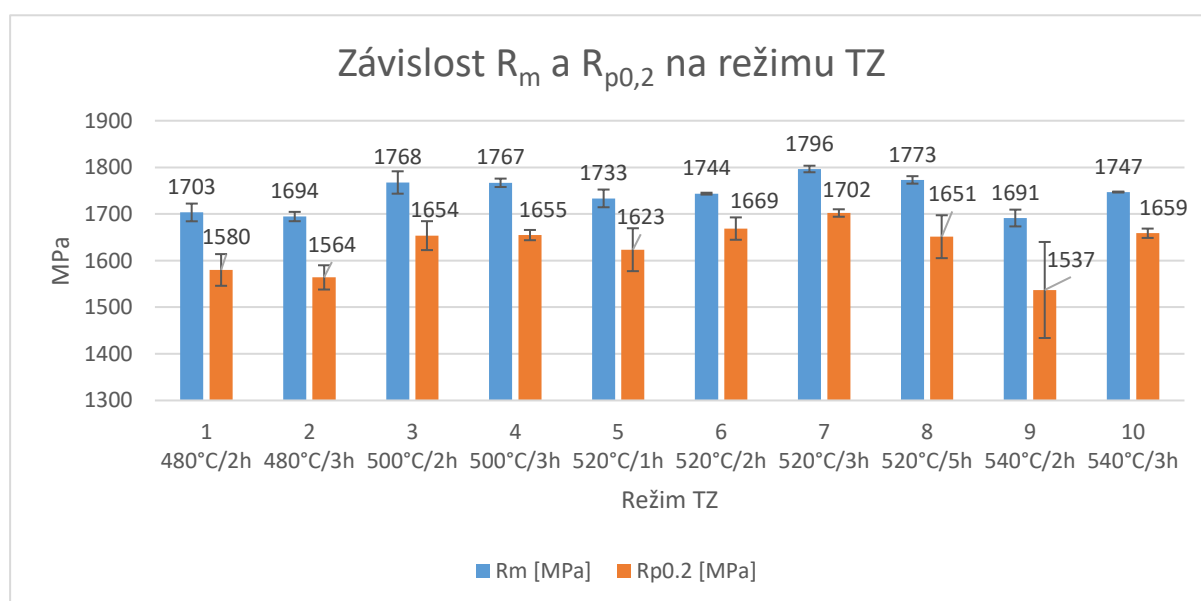
Tab. 13: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C.

REŽIM	TZ	R_m [Mpa]	$R_{p0,2}$ [Mpa]	A [%]	HV10
1	480 °C/2 hod	1703 ± 19	1580 ± 34	5,7 ± 0,6	552 ± 3
2	480 °C/3 hod	1694 ± 10	1564 ± 26	11,6 ± 4,2	557 ± 8
3	500 °C/2 hod	1768 ± 24	1654 ± 31	12,7 ± 0,2	556 ± 6
4	500 °C/3 hod	1767 ± 9	1655 ± 11	11,8 ± 1,2	562 ± 4

5	520 °C/1 hod	1733 ± 19	1623 ± 46	13,3 ± 0,6	547 ± 3
6	520 °C/2 hod	1744 ± 2	1669 ± 24	12,7 ± 0,8	551 ± 2
7	520 °C/3 hod	1797 ± 7	1702 ± 8	13,4 ± 0,3	572 ± 3
8	520 °C/5 hod	1773 ± 8	1651 ± 46	13,3 ± 1,2	556 ± 4
9	540 °C/2 hod	1691 ± 18	1537 ± 103	13,8 ± 0,6	544 ± 4
10	540 °C/3 hod	1747 ± 1	1659 ± 10	13,5 ± 1,1	553 ± 2

Na Obr. 13 je možné sledovat hodnoty meze pevnosti R_m a meze kluzu $R_{p0,2}$ pro jednotlivé režimy tepelného zpracování. Pokud se zaměříme na hodnoty meze pevnosti, ty se pohybují v rozmezí hodnot 1691 ± 18 MPa až 1797 ± 7 MPa. Nízkých hodnot pevnosti dosahují teplotní režimy 1 a 2, kdy byla použita teplota 480 °C, neboť při této nižší teplotě a výdrži 2 hodiny se nestihne vytvořit dostatečné množství zpevňujících precipitátů, jak uvádí autoři Tian a kol. [6]. Jak se dalo předpokládat z literatury, vysokých hodnot meze pevnosti je dosaženo u teplotních režimů 3 (1768 ± 24 MPa) a 4 (1767 ± 85 MPa), kdy byla použita teplota 500 °C. Z experimentu však vyplývá, že lze dosáhnout ještě vyšších hodnot pevnosti a to při tepelném zpracování na teplotu 520 °C s dobou výdrže 3 hodiny (režim 7, 1797 ± 7 MPa) nebo 5 hodin (režim 8, 1773 ± 8 MPa). Vzhledem k tomu, že u režimu 8 (520 °C/5 hod) je pouze malý rozdíl v pevnostech oproti režimu 3 (500 °C/2 hod), bylo by neekonomické využívat režim s o 20 °C vyšší teplotou a o 3 hodiny delší výdrží.

Co se hodnot meze kluzu $R_{p0,2}$ týče, změřené hodnoty se pohybují v rozmezí 1537 ± 103 MPa (režim 9) až 1702 ± 8 MPa (režim 7), avšak následují stejný trend. Ačkoli se odchylka ± 103 MPa u režimu 9 zdá výrazně vysoká, je nutno podotknout, že u aditivně vyrobených ocelí se může vyskytnout vysoká variabilita v mechanických vlastnostech. Je to způsobenou zejména vlivem vysoké porozity v porovnání s konvenčně vyrobenou ocelí. [29] U režimů 1 a 2 jsou nízké hodnoty v důsledku malého množství zpevňujících precipitátů, nejvyšších hodnot dosahují, stejně jako u meze pevnosti, režimy 3, 4, 7, a 8.



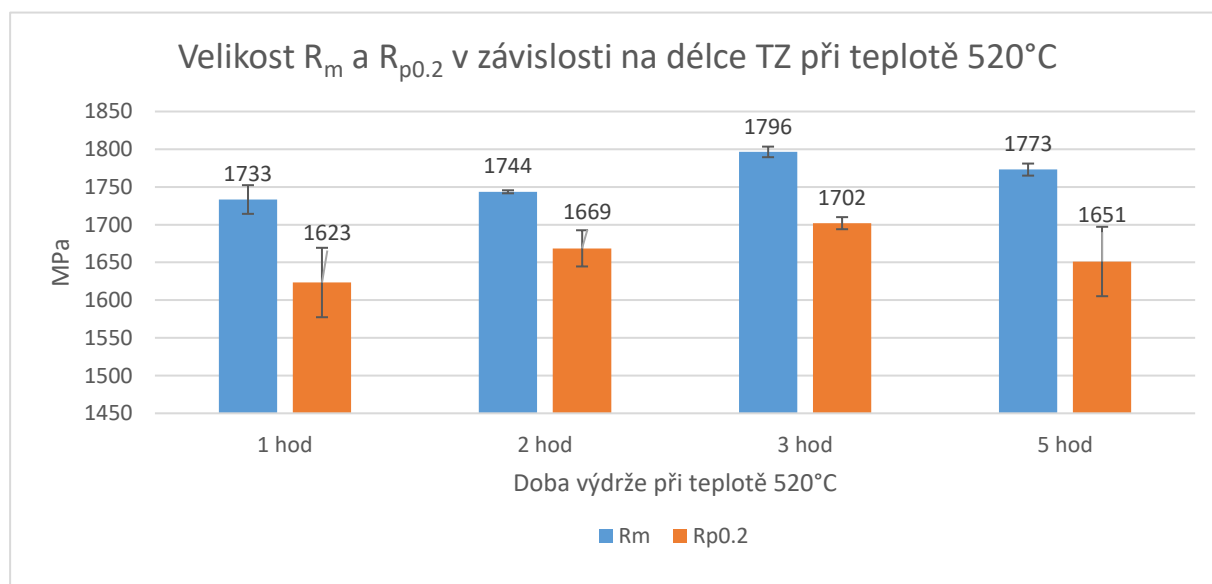
Obr. 13: Hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ po tepelném zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C

Vzhledem k tomu, že z experimentu vychází vysoké hodnoty meze pevnosti u režimů s teplotou zpracování 520 °C, je na Obr. 14 zobrazena závislost R_m a $R_{p0,2}$ na době výdrže při této teplotě. Z grafu je patrné, že v případě meze pevnosti i meze kluzu dochází ke zvyšování hodnot s narůstajícím časem, kdy v obou případech je dosaženo maxima při době výdrže 3 hodiny. S dalším zvyšováním teploty pak dochází k poklesu hodnot pevností, což je způsobeno vlivem hrubnutí jemných precipitátů [6] a případně tvorbou měkkého austenitu ve struktuře. Množství austenitu ve struktuře bylo simulováno [5], a výsledky této simulace ukázaly tvorbu austenitu až při teplotách 600 °C, kdy množství austenitu rostlo se zvyšující se délkou výdrže na teplotě.

V rámci studie autorů Brytan a kol. [2] byla provedena rentgenová difrakční analýza na vzorcích oceli M789 po rozpouštěcím žihání při teplotě 1000 °C po dobu 1 hodiny, a na vzorcích po vytvrzování na teplotě 500 °C s dobou výdrže 3 hodiny, 6 hodin a 9 hodin. Po rozpouštěcím žihání a po vytvrzování s dobou výdrže 3 hodiny bylo ve struktuře naměřeno 6 % austenitu, po vytvrzování s dobou výdrže 6 hodin a 9 hodin bylo naměřeno 8 % austenitu. Ve studii autorů Laliberté-Riverin a kol. [19] bylo prokázáno 6 % austenitu také u vzorků oceli M789 po tisku bez tepelného zpracování.

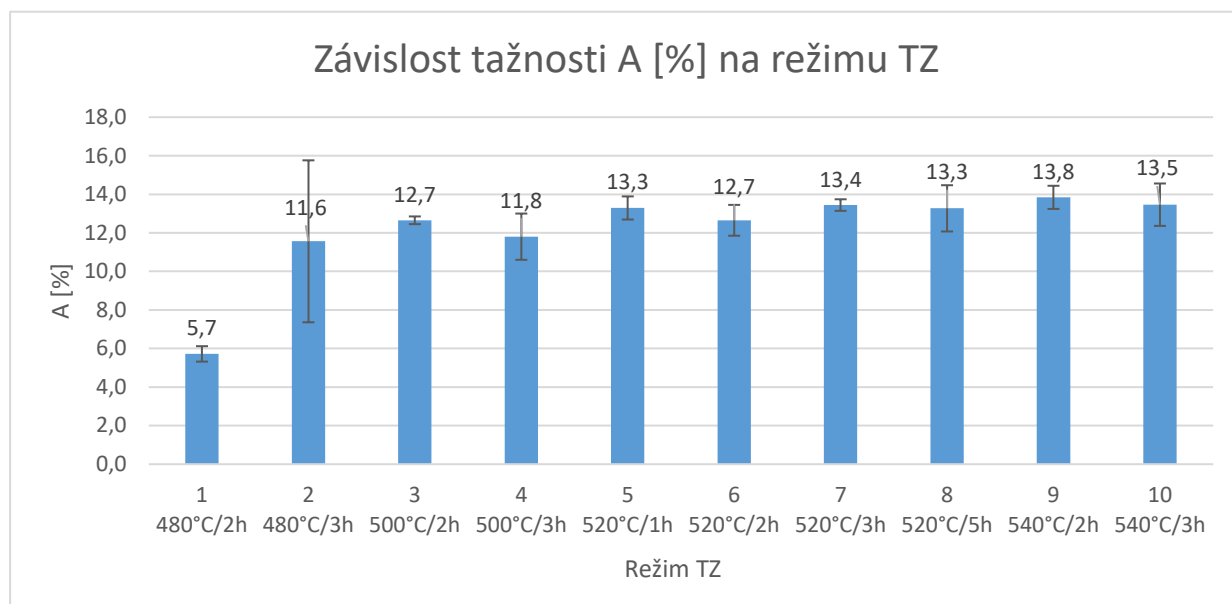
Vzhledem k tomu, že v rámci diplomové práce nebyla provedena rentgenová difrakční analýza, nemůžeme přesně říct, kolik austenitu bylo přítomno ve struktuře a zda mohl mít vliv na snížení pevnostních vlastností. Trend snižování pevnostních vlastností s rostoucí délkou výdrže tomu však odpovídá, neboť s rostoucí dobou výdrže dochází ke zvyšování množství austenitu ve struktuře. [30] [31] Rentgenová difrakční analýza bude předmětem dalšího výzkumu.

Nejlepších výsledků je v obou případech dosaženo u režimu č. 7 (520 °C/3 hod), proto bude využit jako druhý krok při následném dvoukrokovém tepelném zpracování.



Obr. 14: Velikost R_m a $R_{p0,2}$ v závislosti na délce TZ při teplotě 520 °C

Na Obr. 15 jsou uvedeny hodnoty tažnosti A po zvolených režimech tepelného zpracování. Režim 1 vyčnívá s hodnotou $5,7 \pm 0,6$ %, která je výrazně menší v porovnání s ostatními režimy. U ostatních režimů se hodnoty tažnosti pohybují v rozmezí od $11,6 \pm 4,2$ % (režim 2) do hodnoty $13,8 \pm 0,6$ % (režim 9). Jak je patrné z Obr. 15, výsledky tažnosti jsou u všech režimů TZ velmi podobné, při započítání odchylek se téměř neliší.



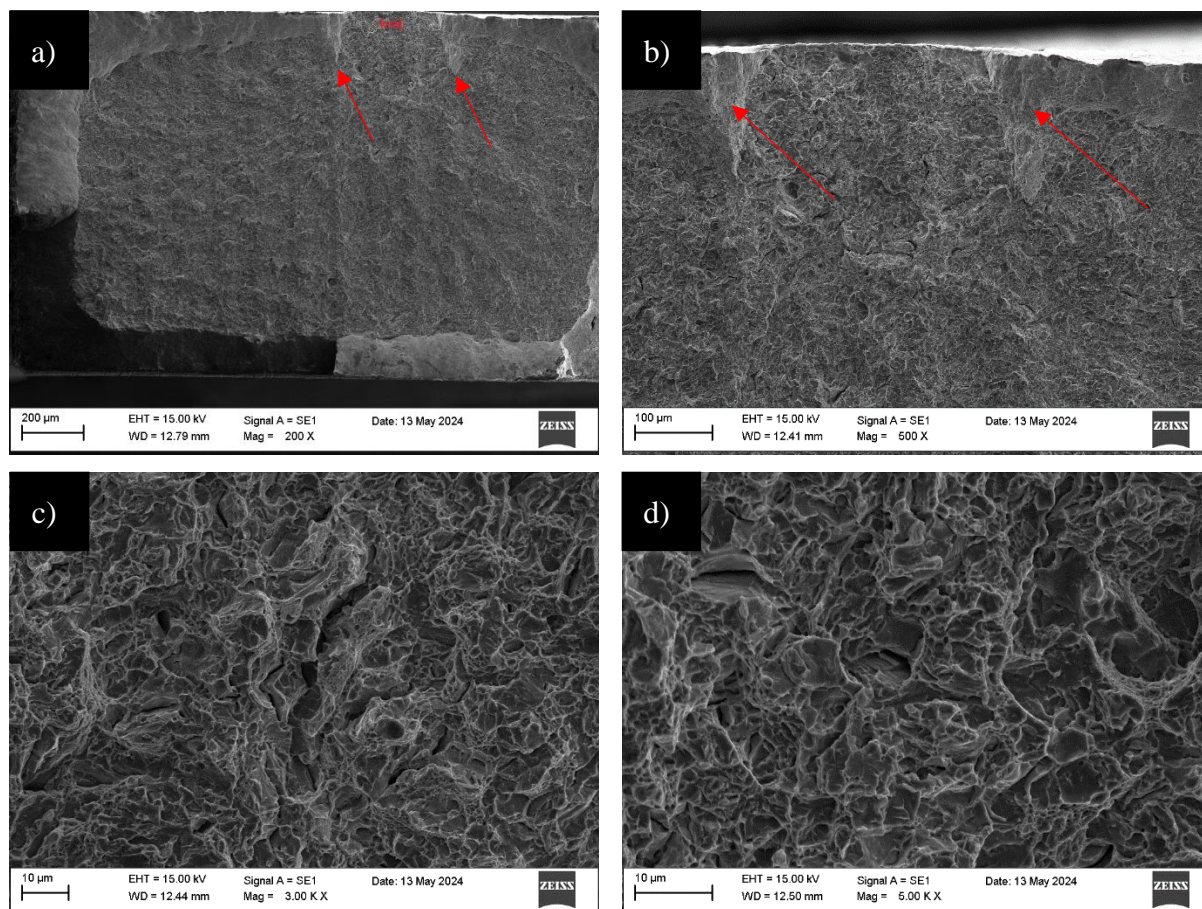
Obr. 15: Závislost tažnosti A [%] na režimu tepelného zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C

Konkrétní naměřené hodnoty tažnosti u vzorku s tepelným zpracováním v režimu 480 °C/2 hod jsou uvedeny v Tab. 14. Z hodnot je patrné, že se nejednalo o jednu nízkou hodnotu, která by mohla zkreslit výsledek, ale hodnoty tažnosti byly nízké ve všech čtyřech měření. Vzhledem k tomu, že čtyři vzorky pro tahové zkoušky byly vyřezány z jednoho válečku, který byl podroben danému režimu TZ, mohly být všechny ovlivněny případnou vadou vzorku. Na Obr. 16 jsou zobrazeny snímky lomové plochy tohoto vzorku. Na obrázcích a) a b) je označeno místo na lomu, které by mohlo značit iniciaci trhliny. Jak je však patrné dále ze snímků c) a d), jedná se o tvárný lom s jamkovitou morfologií a nejsou na něm patrné žádné další nesouvislosti, které by mohly být zdrojem snížení tažnosti.

Nutno podotknout, že ostatní výsledky mechanických zkoušek u vzorku 480 °C/2 hod, tedy hodnoty meze pevnosti (1703 ± 19 MPa) a meze kluzu (1580 ± 34 MPa), neměly výrazně snížené hodnoty, tato odchylka se tedy týká pouze tažnosti. V rámci diplomové práce se nepodařilo zjistit přesný důvod této odchylky, proto by měl být v budoucnu tento režim tepelného zpracování opakován, aby bylo možné výsledky porovnat a v případě, kdy by nízká tažnost stále přetrvávala, bylo by vhodné podrobit vzorek dalšímu zkoumání, aby bylo zjištěno, jaké procesy v materiálu při dané teplotě a výdrži probíhají a co způsobuje snížení tažnosti.

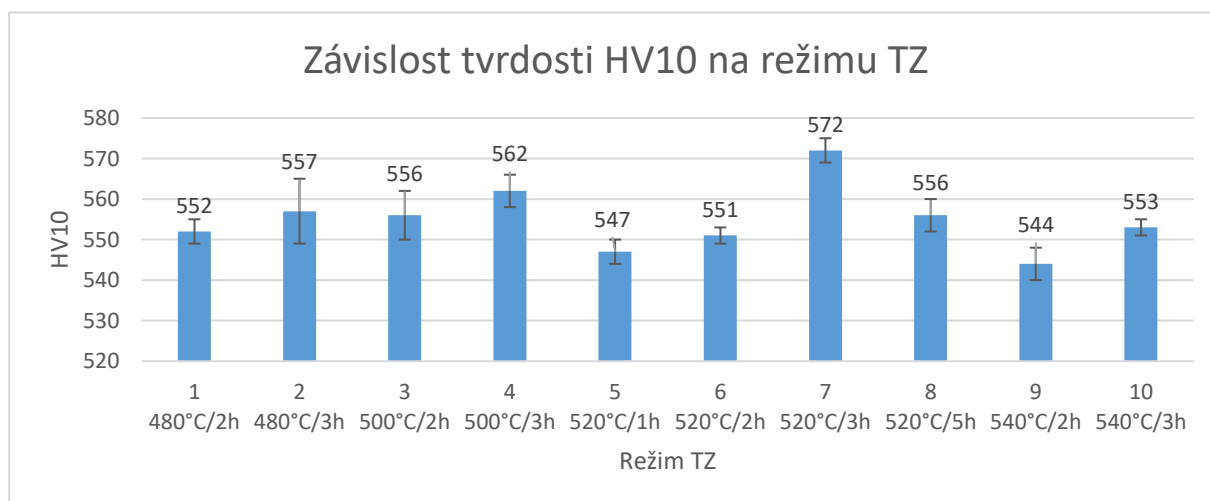
Tab. 14: Naměřené hodnoty tažnosti pro vzorek s tepelným zpracováním 480 °C/2 hod.

	Měření 1.	Měření 2.	Měření 3.	Měření 4.
A [%]	5,5	6,3	7,9	3,2



Obr. 16: Snímky lomové plochy vzorku po režimu 480 °C/2 hod, se zvětšením elektronového mikroskopu: a) 200x, b) 500x, c) 3000x, d) 5000x.

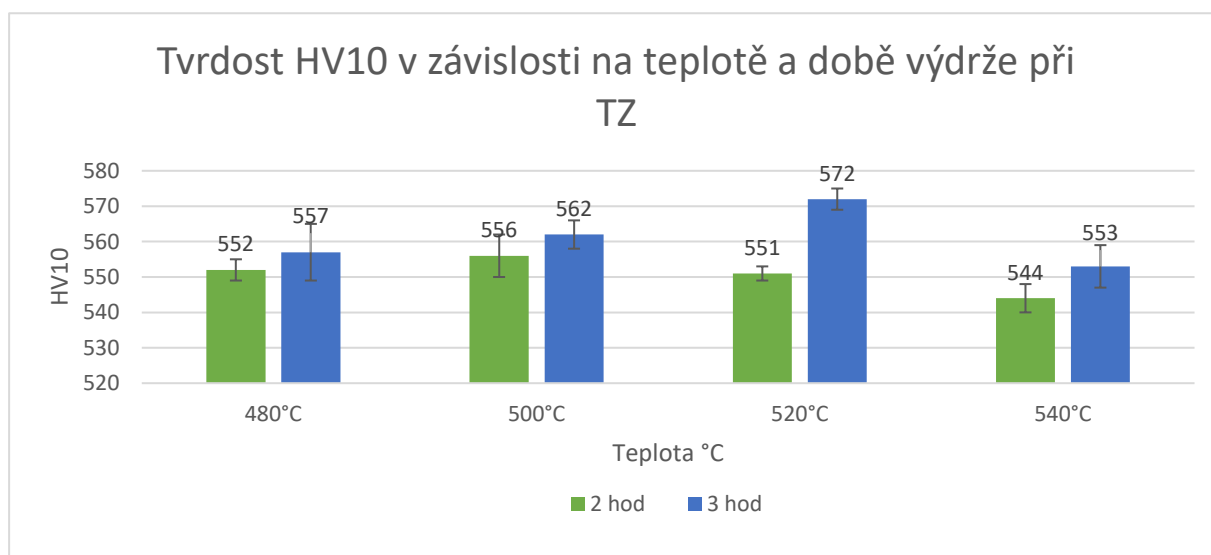
Na Obr. 17 jsou zobrazeny hodnoty tvrdosti dle Vickerse HV10. Hodnoty tvrdosti se pohybují v rozmezí od 544 ± 4 HV10 (režim 9) do 572 ± 3 HV10 (režim 7). Při teplotě 480 °C jsou nižší hodnoty tvrdosti způsobeny nedostatečným vytvrzením jemnými precipitáty, zatímco při teplotě 540 °C jsou nižší hodnoty tvrdosti pravděpodobně způsobeny postupnou tvorbou měkkého austenitu. [2] [19]



Obr. 17: Závislost tvrdosti HV10 na režimu tepelného zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C

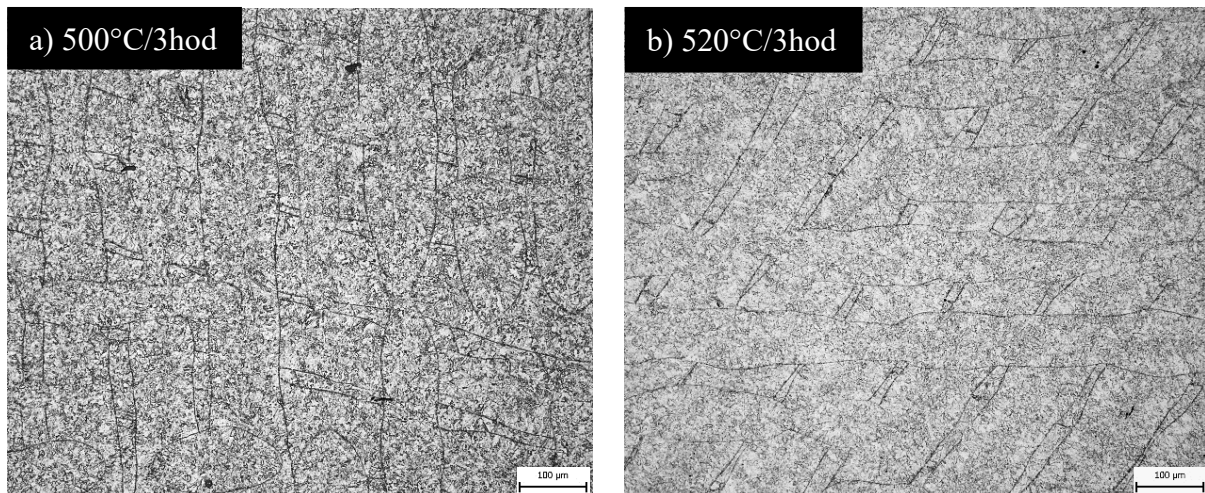
Pro lepší vizualizaci jsou na Obr. 18 hodnoty tvrdosti uvedeny ve dvou úrovních podle délky výdrže na teplotě. Z grafu je patrné, že v případě všech zkoumaných teplot (480 °C – 540 °C) je nižších hodnot tvrdosti dosahováno při výdrži 2 hodiny. Pro získání lepší tvrdosti je tedy optimální zvýšit dobu výdrže na 3 hodiny. Z výsledků je patrné, že ačkoli při teplotě 540 °C dochází již ke snížení tvrdosti oproti teplotě 520 °C, i zde je vyšších hodnot tvrdosti dosaženo při výdrži 3 hodiny. Z toho můžeme usuzovat, že vytvrzovací mechanismus probíhá při době výdrže 2-3 hodiny dostatečně silně na to, aby zvýšil tvrdost materiálu, i přes to, že v opačném směru postupně se tvoří austenit, který materiál naopak změkčuje.

Výsledky odpovídají také výrobcem doporučenému zpracování (1000 °C/ 1 hod + 500 °C/ 3 hod), neboť i přes to, že se zde jedná pouze o jednokrokové zpracování vytvrzováním, režim 4 (500 °C/3 hod) dosahuje vysokých hodnot tvrdosti. Z experimentu však vyplývá, že je možné dosáhnout ještě vyšší tvrdosti, a to v režimu 7 (520 °C/3 hod), a to hodnot 572 ± 3 HV10.



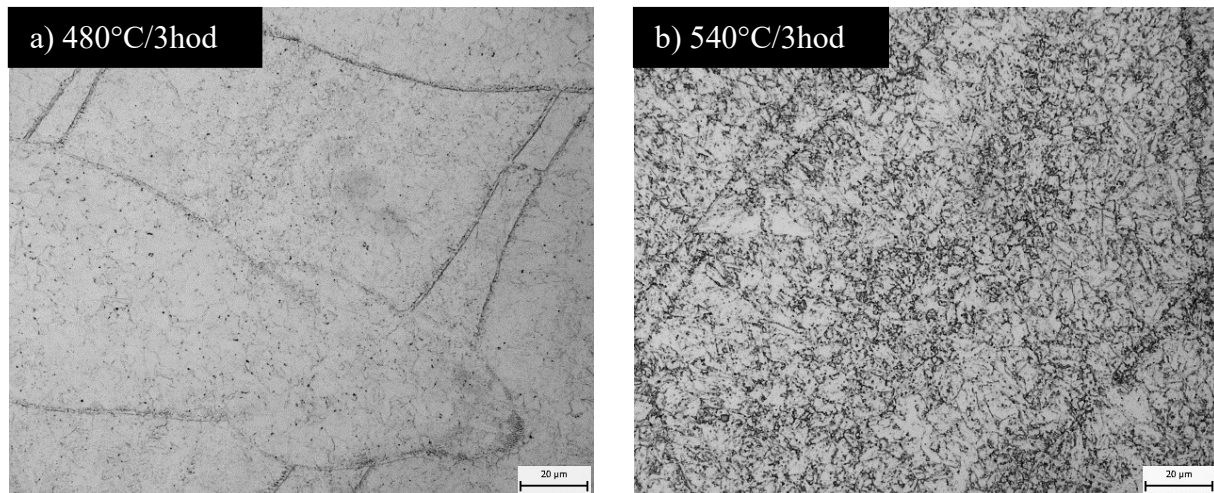
Obr. 18: Tvrdost HV10 v závislosti na teplotě a době výdrže tepelného zpracování

Pro lepší pochopení procesů, které se odehrávají v materiálu M789 při tepelném zpracování, je vhodné sledovat také jeho mikrostrukturu. Na Obr. 19 jsou vyobrazeny dva snímky ze světelného mikroskopu, jedná se o teplotní režimy a) 500 °C/3 hod (režim č. 4.), b) 520 °C/3 hod (režim č. 7.), zvětšení optické soustavy 200x. Na obou snímcích je patrná typická struktura pro vzorky vytvořené aditivní technologií, jsou zde tedy přítomné pravidelné stopy laseru orientované ve směru tisku způsobené spékáním prášku.



**Obr. 19: Snímek mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez,
a) teplotní režim 500 °C/3 hodiny, b) teplotní režim 520 °C/3 hodiny.**

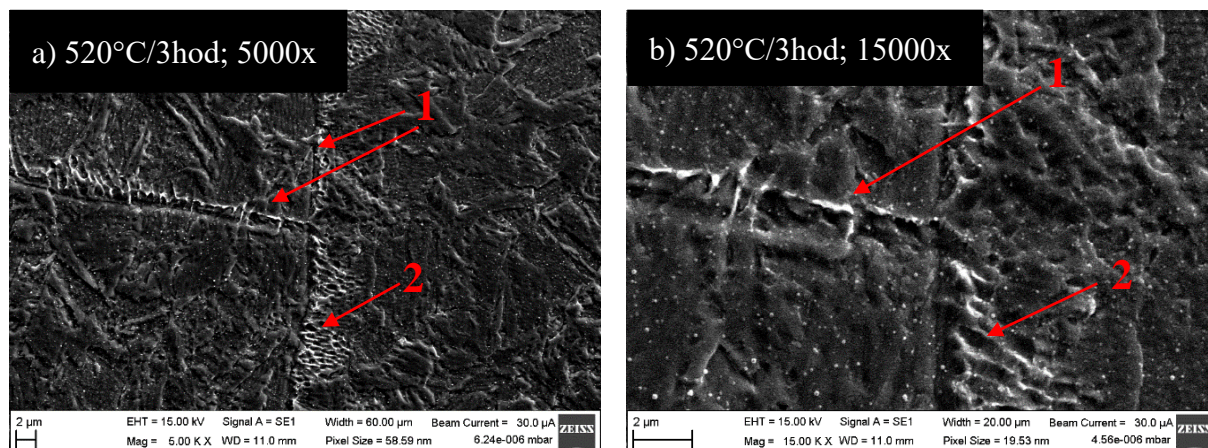
Na následujícím obrázku (Obr. 20) je možné sledovat mikrostrukturu na snímcích ze světelného mikroskopu pořízených při zvětšení optické soustavy 1000x. Při tomto zvětšení můžeme sledovat drobné precipitáty a karbidy, které materiál zpevňují. Na snímcích můžeme sledovat hranice laserových stop, které po vytvrzení zůstaly v materiálu. Také je patrný výrazný rozdíl v mikrostruktúře vzorků, kdy při teplotě 540 °C je oproti teplotě 480 °C vidět výrazná precipitace.



**Obr. 20: Snímky mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez,
a) režim 480 °C/3 hodiny, b) režim 540 °C/3hodiny.**

Na Obr. 21 jsou zobrazeny snímky mikrostruktury oceli z elektronového mikroskopu. Na obou snímcích je zobrazena struktura po režimu tepelného zpracování 520 °C/3 hod (režim č. 7.), na snímku a) je zobrazena při zvětšení elektronového mikroskopu 5000x, na snímku b) při zvětšení elektronového mikroskopu 15000x. Struktura odpovídá martenzitu a na snímku b) jsou již patrné drobné zpevňující částice. Z poznatků předchozích studií se dá předpokládat, že se jedná o jemné precipitáty titanu, díky kterým dochází k vytvrzování oceli. [5] Číslem 1 jsou na

snímcích označeny hranice laserových stop, které nebyly vytvrzováním eliminovány. Číslem 2 je na snímcích označena buněčná struktura, která je typická pro 3D tištěné materiály.



Obr. 21: Snímky mikrostruktury z elektronového mikroskopu, příčný řez, u režimu TZ 520 °C/3hod, a) při zvětšení el. mikroskopu 5000x, b) při zvětšení el. mikroskopu 15000x.

Z výše uvedených výsledků mechanických zkoušek provedených u vzorků 3D tištěné oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 480 °C – 540 °C lze usuzovat, že nejlepších mechanických vlastností je dosaženo po teplotním režimu 7 – tedy při zpracování při teplotě **520 °C po dobu 3 hodin**. Druhých nejlepších výsledků je dosaženo po teplotním režimu 4 – tedy při teplotě **500 °C po dobu 3 hodin**. Z toho důvodu budou tyto režimy využity v další části experimentu při dvoukrokovém tepelném zpracování. Pro lepší pochopení zkoumaných procesů byla u vybraných režimů sledována také jejich mikrostruktura na světelném a elektronovém mikroskopu, kdy na snímcích bylo možné pozorovat zachovalé hranice laserových stop, které nebyly vytvrzováním eliminovány a místy také buněčnou strukturu. Na snímcích z elektronového mikroskopu byly patrné také jemné částice, které způsobují vytvrzení materiálu.

2.3.2 Rozpouštěcí žíhání

V druhé části experimentu byly vzorky 3D tištěné oceli M789 podrobeny 5 vybraným režimům tepelného zpracování. Zvolené rozmezí teplot vychází z výrobcem doporučeného tepelného zpracování (1000 °C 1 hod a 500 °C 3 hod). Stejně jako u teplotních režimů použitých v první části experimentu (480 °C – 540 °C) je i zde nutno podotknout, že všechny dosavadní studie týkající se procesu SLM se věnovaly pouze analýze změny teploty či výdrže na teplotě při dvoukrokovém tepelném zpracování. Z toho důvodu se v tomto experimentu provedla podrobnější analýza vlivu změny teploty a výdrže u rozpouštěcího žíhání při teplotách 900 °C – 1100 °C na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu oceli. U vytvrzitelných ocelí se rozpouštěcí žíhání provádí nejčastěji jako první krok tepelného zpracování z důvodu zajištění plně nasyceného martenzitu a homogenizace struktury, pro zajištění rovnoměrného rozložení precipitátů při následném dvoukrokovém tepelném zpracování. [18] [32]

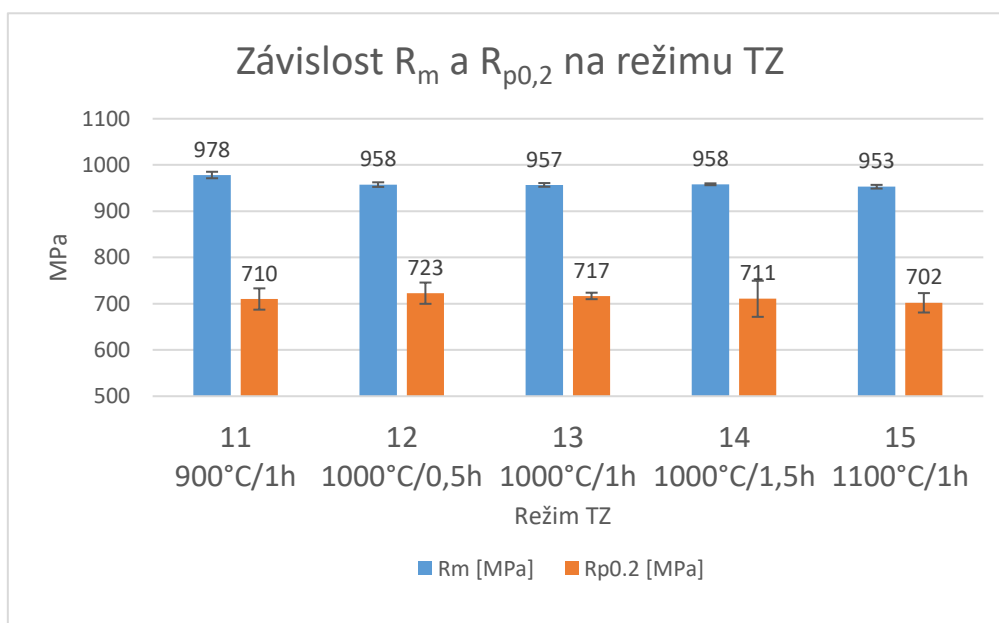
Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C jsou uvedeny v Tab. 15. V laboratoři experimentálního tváření RTI byla provedena tahová zkouška

pro vyhodnocení meze pevnosti R_m , meze kluzu $R_{p0,2}$ a tažnosti A. Mechanické zkoušky byly provedeny na plochých vzorcích ve směru Z. Dále byla v metalografické laboratoři RTI provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse HV10.

Tab. 15: Mechanické vlastnosti oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C

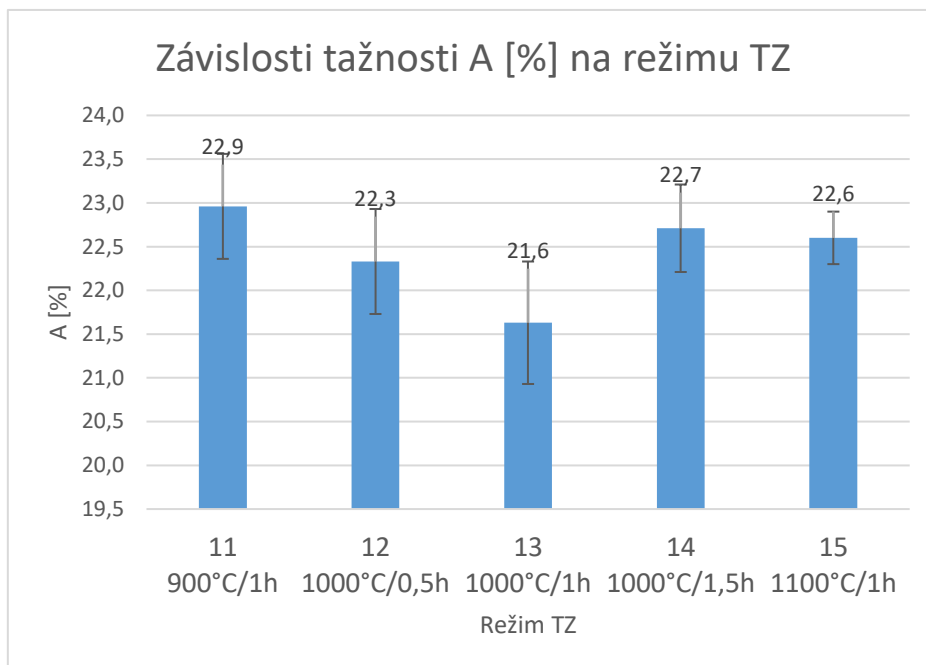
REŽIM	TZ	R_m [Mpa]	$R_{p0,2}$ [Mpa]	A [%]	HV10
11	900 °C/1 hod	978 ± 7	710 ± 23	22,9 ± 0,6	318 ± 4
12	1000 °C/0,5 hod	958 ± 5	723 ± 23	22,3 ± 0,6	301 ± 7
13	1000 °C/1 hod	957 ± 4	717 ± 7	21,6 ± 0,7	313 ± 3
14	1000 °C/1,5 hod	958 ± 2	711 ± 39	22,7 ± 0,6	310 ± 2
15	1100 °C/1 hod	953 ± 4	702 ± 21	22,6 ± 0,3	307 ± 4

Na Obr. 22 je možné sledovat hodnoty meze pevnosti R_m a meze kluzu $R_{p0,2}$ pro jednotlivé režimy tepelného zpracování. Hodnoty meze pevnosti R_m se pohybují v rozmezí hodnot 953 ± 4 MPa (režim č. 15) až 978 ± 7 MPa (režim č. 11), zatímco hodnoty meze kluzu $R_{p0,2}$ v rozmezí 702 ± 21 MPa (režim č. 15) až 723 ± 23 MPa (režim č. 12). V obou případech je rozptyl hodnot velmi malý a v porovnání s nízkoteplotními režimy provedenými v první části experimentu, jsou hodnoty až o 800 MPa nižší. To odpovídá tepelnému zpracování, které bylo provedeno, neboť rozpouštěcí žíhání při vysokých teplotách nemá za cíl zvýšit pevnost vzorku, ale jeho cílem je homogenizovat strukturu, aby byla omezena anizotropie materiálu, která vznikla důsledkem aditivní výroby. U vlivu teploty je možné pozorovat trend, kdy se zvyšováním teploty dochází k nepatrnému poklesu meze pevnosti, zatímco vliv doby výdrže na teplotě na mez pevnosti není patrný. Nejvyšší mez pevnosti je dosaženo po tepelném zpracování při 900 °C po dobu 1 hodiny a nejvyšší mez kluzu je dosaženo po tepelném zpracování při 1000 °C po dobu 0,5 hodiny.



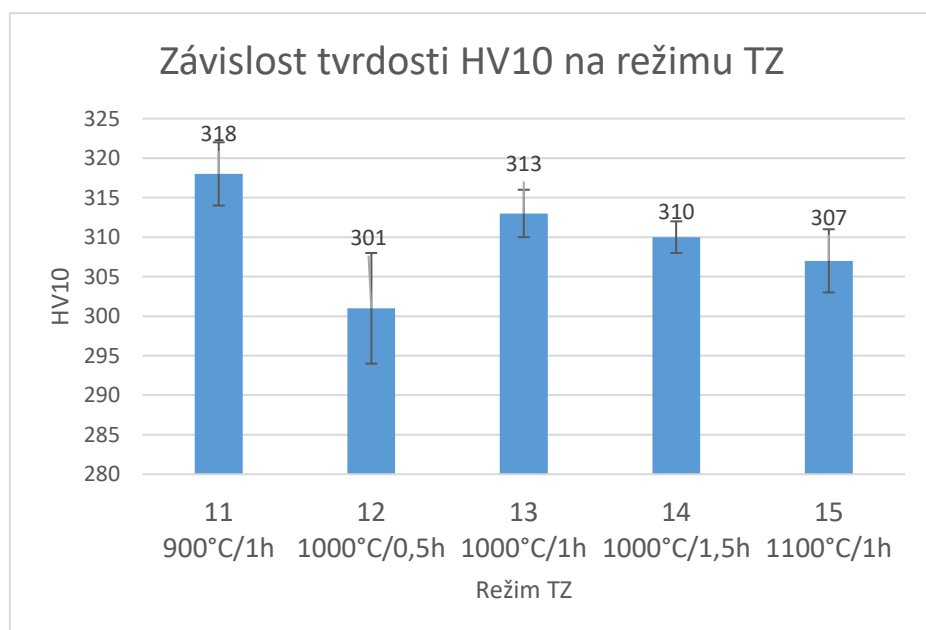
Obr. 22: Hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ po tepelném zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C

Na Obr. 23 jsou uvedeny hodnoty tažnosti po zvolených režimech tepelného zpracování. Rozmezí hodnot tažnosti je od $21,6 \pm 0,7$ % (režim č. 13) do $22,9 \pm 0,6$ (režim č. 11). V porovnání s nízkoteplotními režimy je tažnost vyšší o zhruba 9 %, neboť zde neproběhlo precipitační vytvrzování. Vyšší tažnost je spojena také s homogenizací struktury a eliminací buněčné substruktury. [32]



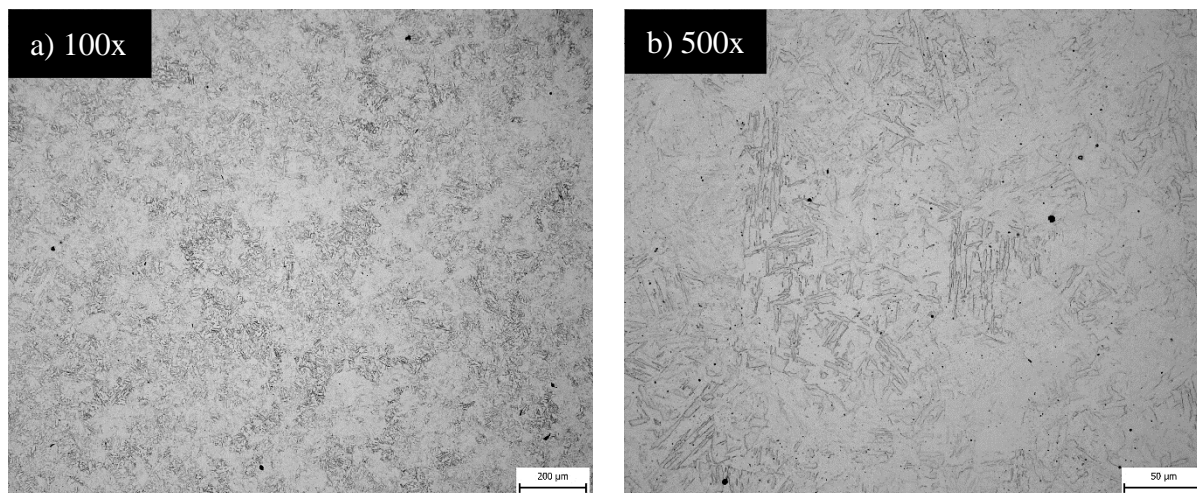
Obr. 23: Závislost tažnosti A [%] na režimu tepelného zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C

Na Obr. 24 jsou zobrazeny hodnoty tvrdosti dle Vickerse HV10. Hodnoty tvrdosti se pohybují v rozmezí od 301 ± 7 HV10 (režim č. 12) do 318 ± 4 HV10 (režim č. 11). Při delší výdrži dochází k poklesu tvrdosti.



Obr. 24: Závislost tvrdosti HV10 na režimu tepelného zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C

Pro lepší pochopení procesů, které probíhají v materiálu po tepelném zpracování, byla pozorována tak mikrostruktura všech vzorků. Pro ukázkou jsou na Obr. 25 uvedeny snímky ze světelného mikroskopu teplotního režimu 1000 °C/1 hodina. Na snímcích ze světelného mikroskopu je patrné, že stopy po laseru byly rozpouštěcím žiháním odstraněny a došlo k homogenizaci struktury. Mikrostruktura je vizuálně obdobná mikrostruktuře konvenčně zpracovaných ocelí. [33] Na snímcích jsou patrné také inkluze. Z výsledků EDS analýzy se dá předpokládat, že se jedná o oxidy hliníku. Tyto inkluze mohou při tahové deformaci vést k vytvoření dutin na hranici austenitických zrn a způsobit tak snížení tažnosti materiálu. [34]



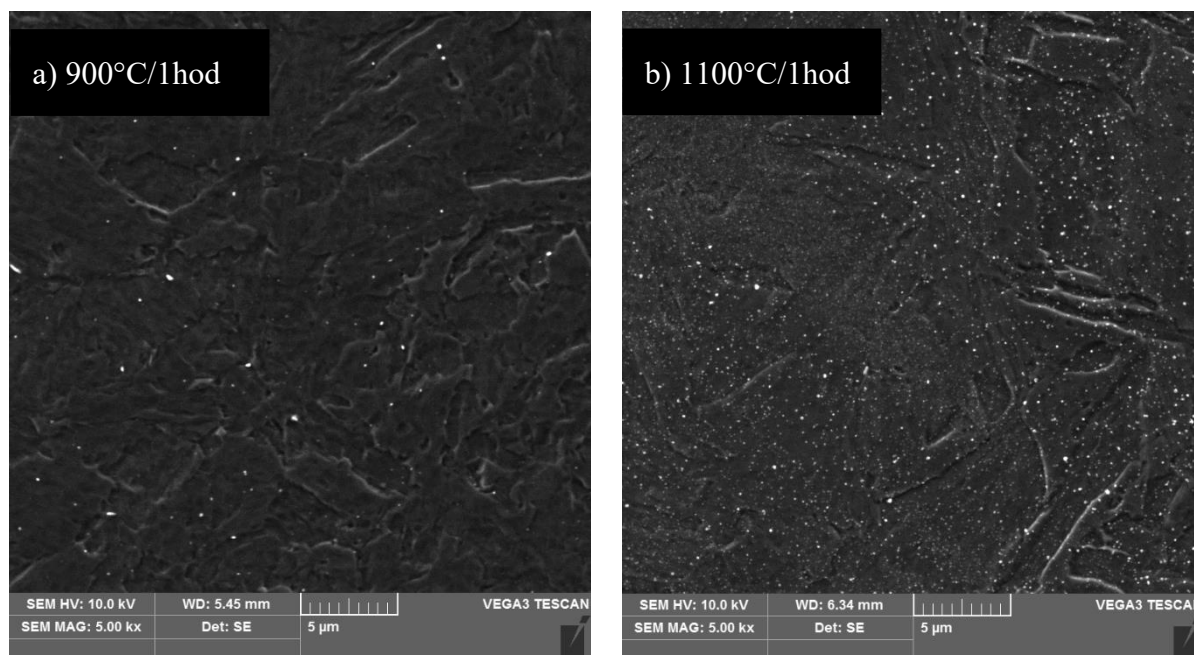
Obr. 25: Snímky mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez, pro režim 1000 °C/1 hodina, a) při zvětšení optické soustavy 100x, b) při zvětšení optické soustavy 500x.

Na Obr. 26 jsou zobrazeny snímky mikrostruktury oceli z elektronového mikroskopu. Na snímku a) je zobrazena struktura materiálu po teplotním režimu 900 °C/1 hod a na snímku b) je struktura po režimu 1100 °C/1 hod. Oba snímky jsou při zvětšení optické soustavy 5000x. Ze snímků je patrné, že vlivem rozpouštěcího žihání došlo k homogenizaci struktury a eliminaci laserových stop po tisku a buněčné substruktury.

Rozpouštěcí žihání ukázalo, co se mikrostruktury týče, zajímavé výsledky. Jak je patrné na Obr. 26 a), již při 900 °C jsou na snímku patrné drobné částice. Jejich množství se zvyšující se teplotou rozpouštěcího žihání postupně roste, a při 1100 °C (viz Obr. 26 b)) je jejich množství ve struktuře nejvyšší.

M789 je precipitačně vytvrditelná ocel, kdy jemné zpevňující precipitáty $\text{ETA-Ni}_3(\text{Ti,Al})$ se tvoří při vytvrzování materiálu, tedy teplotách kolem 500 °C. Vzhledem k tomu, že v tomto případě nebylo vytvrzování zahrnuto, neměly by se tyto precipitáty ve struktuře vyskytovat. Tomu odpovídají také výsledky mechanických zkoušek, neboť meze pevnosti se pohybovaly v rozmezí 953 – 978 MPa, což jsou výrazně nižší hodnoty v porovnání s režimy vytvrzování, kdy byly hodnoty meze pevnosti v rozmezí 1691 – 1796 MPa, a stejně tak režimy dvoukrokového TZ, kdy byly hodnoty meze pevnosti v rozmezí 1662 – 1745 MPa. Obdobně je tomu u výsledků tvrdosti, kdy u režimů rozpouštěcího žihání byly hodnoty tvrdosti v rozmezí 301 – 318 HV10, zatímco u režimů vytvrzování 544 – 572 HV10 a u režimů dvoukrokového TZ 517 – 558 HV10. Vzhledem k tomu, že v případě režimů rozpouštěcího žihání nedošlo k vytvrzení materiálu, nedá se předpokládat, že by částice pozorované ve struktuře byly výše zmíněné zpevňující precipitáty $\text{ETA-Ni}_3(\text{Ti,Al})$.

V případě pozorovaných částic ve struktuře po rozpouštěcím žíhání se bude pravděpodobně jednat o vysokoteplotní precipitaci. V rámci diplomové práce byla provedena také EDS analýza chemického složení pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Přesné výsledky této analýzy vzorku po tepelném zpracování 900 °C/ 1 hod jsou uvedeny v kapitole 2.5. Analýza byla provedena na vybraném spektru, které svým chemickým složením odpovídá chemickému složení, které uvádí výrobce prášku. V daném spektru se podařilo prokázat existenci oxidických částic AlO. Zároveň byly ve struktuře nalezeny částice Mo a Ti.



Obr. 26: Snímky mikrostruktury z elektronového mikroskopu, příčný řez,
a) režim 900 °C/1 hodina, b) režim 1100 °C/1 hodina.

Z výše uvedených výsledků mechanických zkoušek provedených u vzorků 3D tištěné oceli M789 po tepelném zpracování při teplotách 900 °C – 1100 °C je patrné, že vlivem změny teploty i času dochází pouze k malým změnám mechanických vlastností. Největší hodnoty meze pevnosti, tažnosti a tvrdosti je dosaženo u režimu č. 11 (900 °C/1 hod), což není v souladu s výrobcem doporučeným zpracováním (1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod). Z výsledků této části experimentu vyplývá, že by použití režimu s teplotou 900 °C mohlo vést k lepším mechanickým vlastnostem oceli M789, a zároveň by došlo ke snížení ekonomických nákladů v porovnání s doporučeným režimem při teplotě 1000 °C. V následující části experimentu bude podrobněji sledován vliv teploty i variace času při dvoukrokovém tepelném zpracování.

2.3.3 Rozpouštěcí žíhání + vytvrzení

V poslední části experimentu bylo provedeno dvoukrokové tepelné zpracování aditivně vyrobené oceli M789. Celkem bylo provedeno 9 různých režimů, teploty a výdrže vycházely z výsledků předchozích dvou částí experimentu, z výrobcem doporučeného tepelného zpracování a z již provedených studií. Prvním krokem u všech režimů bylo vždy žíhání při vyšších teplotách, druhým krokem vytvrzování při teplotách nižších. Cílem analýzy různých režimů dvoukrokového tepelného zpracování je nalezení optimální kombinace, při které budou

odstraněny pravidelné stopy laseru po tisku a zároveň dojde ke zpevnění pomocí jemných precipitátů.

V laboratoři experimentálního tváření RTI byla provedena tahová zkouška pro vyhodnocení meze pevnosti R_m , meze kluzu $R_{p0.2}$ a tažnosti A . Mechanické zkoušky byly měřeny na plochých vzorcích ve směru Z. Dále byla v metalografické laboratoři RTI provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse HV10. Naměřené hodnoty mechanických vlastností jsou uvedeny v Tab. 16.

Tab. 16: Mechanické vlastnosti oceli M789 po dvoukrokovém tepelném zpracování

REŽIM	TZ	R_m [MPa]	$R_{p0.2}$ [MPa]	A [%]	HV10
16	900 °C/1 hod + 520 °C/3 hod	1720 ± 6	1647 ± 10	13,5 ± 0,6	533 ± 6
17	1000 °C/0,5 hod + 520 °C/3hod	1722 ± 5	1634 ± 20	14,3 ± 0,6	549 ± 16
18	1000 °C/1 hod + 520 °C/3 hod	1719 ± 2	1628 ± 11	13,5 ± 0,2	553 ± 8
19	1000 °C/1,5 hod + 520 °C/3 hod	1666 ± 5	1546 ± 13	15,8 ± 1	517 ± 7
20	900 °C/1 hod + 500 °C/3 hod	1662 ± 36	1521 ± 64	12,8 ± 0,9	528 ± 12
21	1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod	1745 ± 11	1646 ± 4	10,8 ± 6,2	548 ± 5
22	1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod	1735 ± 5	1610 ± 23	12,1 ± 0,6	558 ± 7
23	1000 °C/1,5 hod + 500 °C/3 hod	1690 ± 10	1556 ± 20	13,2 ± 1,5	549 ± 4
24	1000 °C/1 hod + 500 °C/2 hod	1710 ± 6	1594 ± 10	7,5 ± 4,2	552 ± 11

Na Obr. 27 a) je možné sledovat hodnoty meze pevnosti R_m a na Obr. 27 b) hodnoty meze kluzu $R_{p0.2}$ pro jednotlivé režimy tepelného zpracování. Hodnoty meze pevnosti se pohybují v rozmezí od 1662 ± 36 MPa (režim č. 20.) do 1745 ± 11 MPa (režim č. 21.), hodnoty meze kluzu v rozmezí od 1521 ± 64 MPa (režim č. 20.) do 1647 ± 10 (režim č. 16.). Z grafů je patrné, že teplotní režim s žiháním při teplotě 1000 °C po dobu 1,5 hodiny vede k nízkým hodnotám R_m i $R_{p0.2}$.

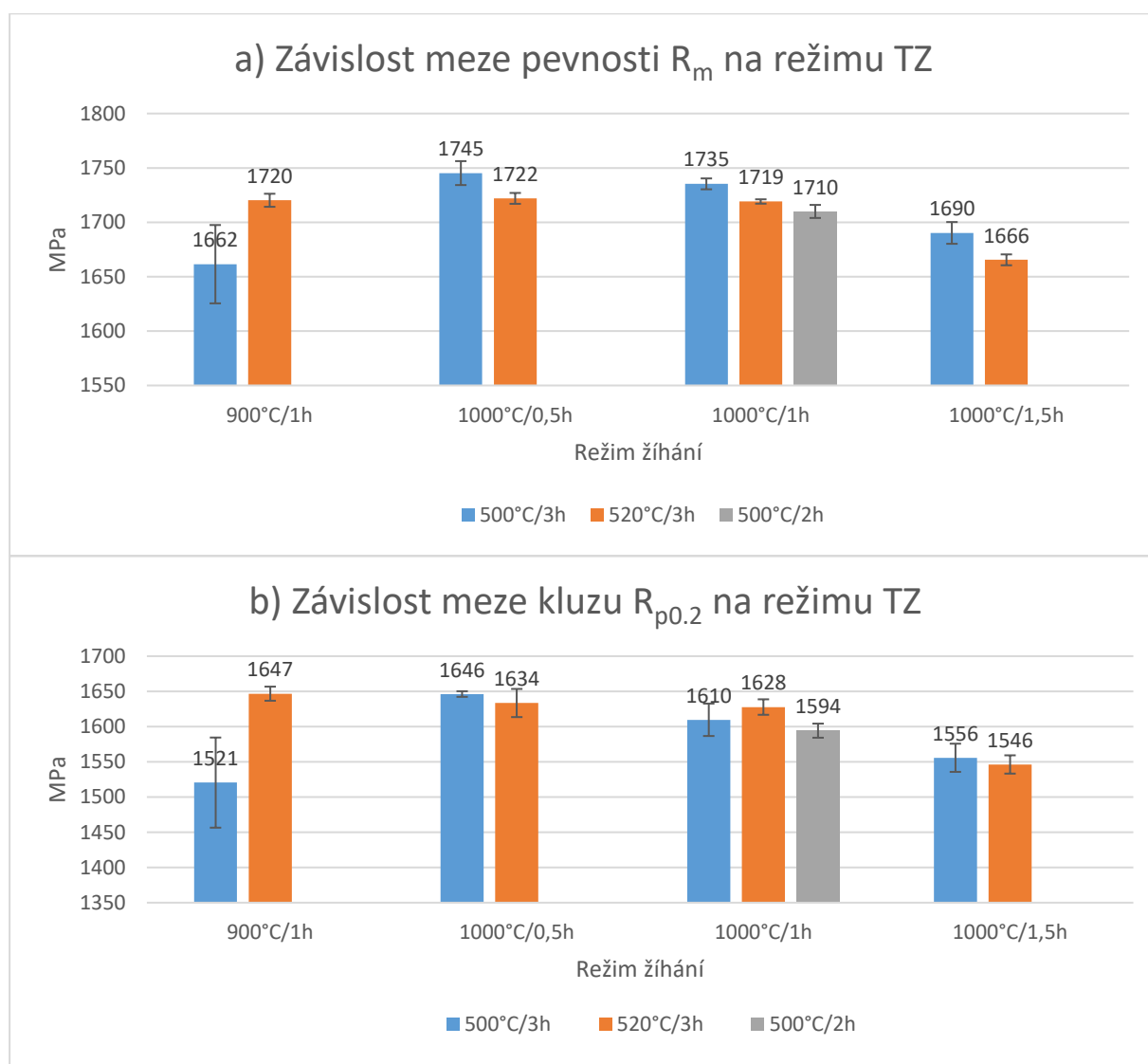
Za pozornost stojí režimy 18, 22 a 24. Všechny mají v prvním kroku žihání na teplotě 1000 °C po dobu 1 hodiny a liší se pouze v teplotě nebo výdrži u vytvrzování. Šedou barvou jsou na grafech zobrazeny hodnoty pro teplotní režim 1000 °C/1h + 500 °C/2h. Tento režim byl v některých již provedených studiích doporučován jako nejlepší [4], proto byl pro možné porovnání proveden i v experimentální části této diplomové práce. Z grafů je však patrné, že v porovnání s režimy vytvrzování 500 °C/3h a 520 °C/3h, dosahuje tento horších vlastností. Rozdíl je však v desítkách MPa, proto při volbě vhodného režimu pro konkrétní aplikaci je nutné brát v úvahu také ekonomické náklady, které jsou při režimu 500 °C/2h pochopitelně nižší.

Zajímavých výsledků je dosaženo také u režimů 16 a 20, u kterých bylo provedeno žihání na teplotu 900 °C s dobou výdrže 1 hodinu. Zde je patrné, jak významný vliv má relativně malá variace teploty při vytvrzování. Zvýšením teploty o 20 °C na 520 °C, se stejnou dobou výdrže

je dosaženo výrazně vyšší meze pevnosti a meze kluzu materiálu. Tento režim dosahuje velmi vysokých hodnot mechanických vlastností, proto je nutné ho vzít v úvahu při volbě režimu tepelného zpracování pro konkrétní aplikaci, neboť oproti režimům s teplotou žhání 1000 °C (u kterých vychází hodnoty mechanických vlastností vyšší) představuje ekonomické úspory, které při aplikaci v hromadné výrobě mohou hrát významnou roli.

Také je zajímavé sledovat, že při režimu vytvrzování 520 °C/3h jsou hodnoty meze pevnosti u režimů žhání 900 °C/1h, 1000 °C/0,5h a 1000 °C/1h téměř stejné, mez kluzu je dokonce největší v kombinaci s žháním na teplotě 900°C.

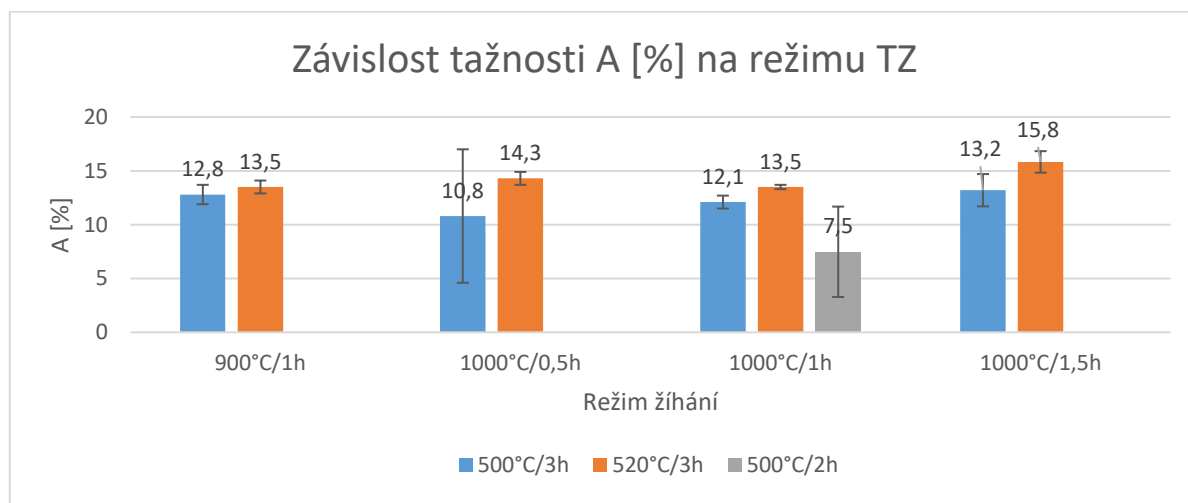
Režim tepelného zpracování doporučený výrobcem byl 1000 °C/1h + 500 °C/3h. Jak je z grafů patrné, tento režim dosahuje vysokých hodnot meze pevnosti i meze kluzu, nevychází ovšem nejlépe. Vyšší pevnosti i meze kluzu je dosaženo u režimu 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod, tento režim dokonce vychází ze všech zkoumaných režimů jako neoptimálnější. Z výsledků experimentu tedy vyplývá, že je možné zkrátit čas rozpouštěcího žhání o půl hodiny a získat tím vyšší mez pevnosti a mez kluzu materiálu a zároveň snížit náklady.



Obr. 27: Mechanické vlastnosti po dvoukrokovém tepelném zpracování,

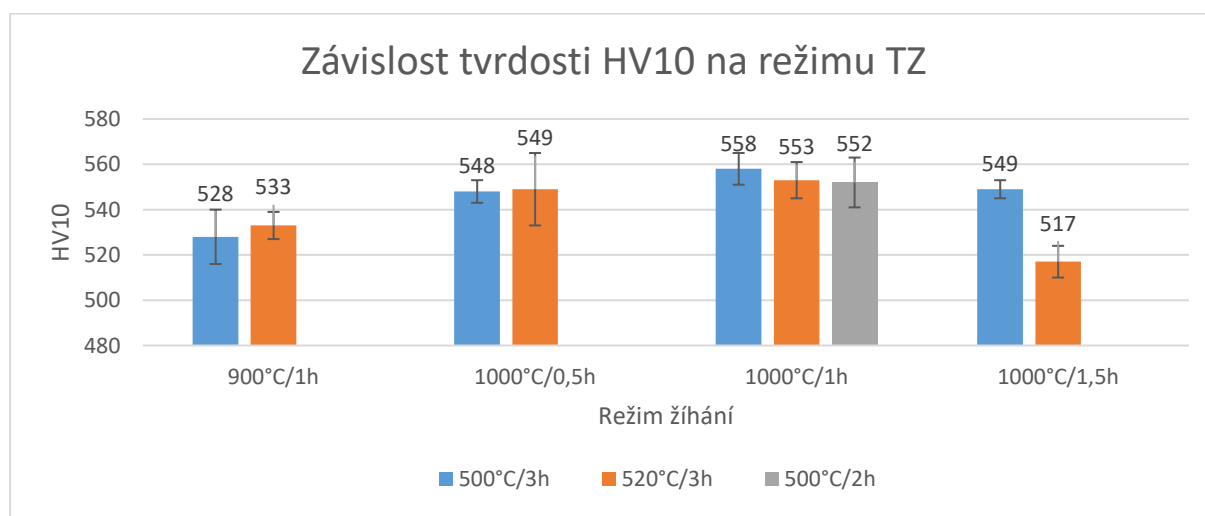
a) mez pevnosti R_m , b) mez kluzu $R_{p0.2}$.

Na Obr. 28 jsou uvedeny hodnoty tažnosti po zvolených režimech tepelného zpracování. Ze zkoumaných režimů je nejnižší tažnosti dosaženo po režimu 1000 °C/1h + 500 °C/2h. Oproti ostatním režimům, u kterých byla délka výdrže u vytvrzování 3 hodiny, je zde tažnost menší až o 6 %, z čehož lze usuzovat, že zvýšením doby výdrže z 2 hodin na 3 hodiny u vytvrzování dochází nejen k zpevňování materiálu díky jemným precipitátům, ale také ke zvyšování jeho tažnosti, pravděpodobně vlivem tvorby austenitu ve struktuře [2] [19]. Nejvyšších tažností je dosaženo u režimů s největší teplotou a nejdělsí dobou výdrže.



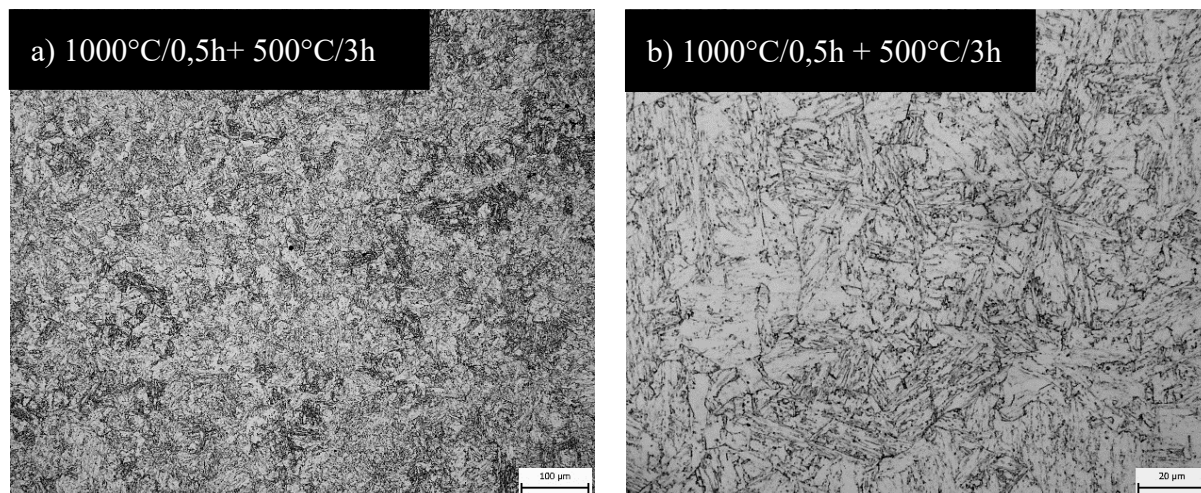
Obr. 28: Hodnoty tažnosti A [%] po dvoukrokovém tepelném zpracování

Na Obr. 29 jsou zobrazeny hodnoty tvrdosti dle Vickerse HV10. Z grafu je patrné, že u režimů s žháním při 900 °C jsou hodnoty tvrdosti nižší, neboť tato teplota není dostatečná k homogenizaci struktury a zpevňující precipitáty tak vznikají nerovnoměrně. Zajímavý je také druhý konec grafu, kdy při teplotě žhání 1000 °C a výdrži 1,5 hodiny nedošlo v případě režimu vytvrzování 500 °C/3h k tak rapidnímu snížení tvrdosti, jak se dalo předpokládat a jak tomu bylo u režimu s vytvrzováním 520 °C/3h. Můžeme tak sledovat, jak velký vliv může mít na mechanické vlastnosti relativně malá změna teploty u jednoho kroku tepelného zpracování. Nejvyšší hodnoty tvrdosti je dosaženo u režimu 1000 °C/1h + 500 °C/3h, což odpovídá tepelnému zpracování, které je doporučeno výrobcem.



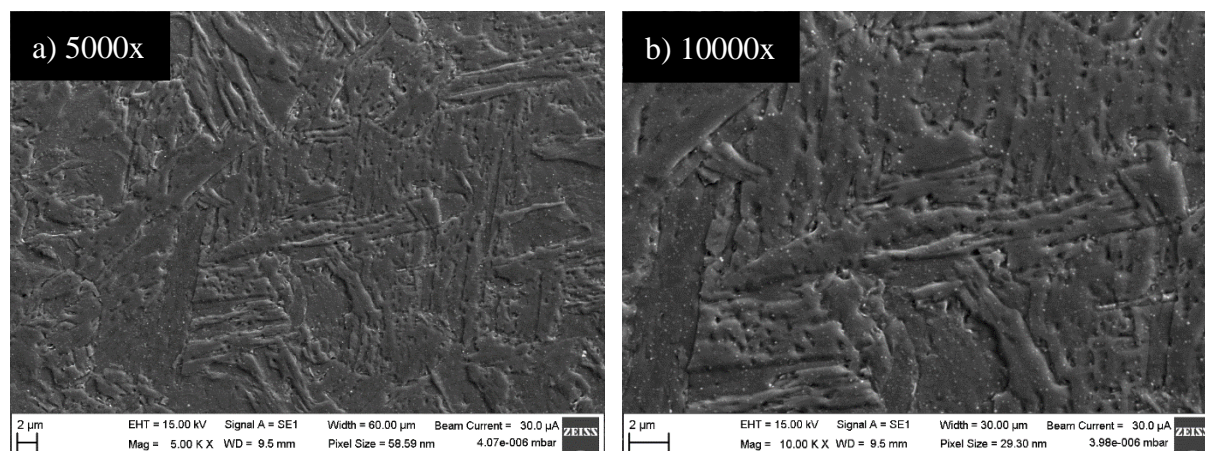
Obr. 29: Hodnoty tvrdosti HV10 po dvoukrokovém tepelném zpracování

Vzorky všech režimů tepelného zpracování byly pozorovány na světelném mikroskopu. Pro ukázkou jsou na Obr. 30 uvedeny snímky vzorku po režimu 21, tedy 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod. Tento vzorek byl vybrán pro ukázkou z důvodu, že dosahoval nejvyšších hodnot meze pevnosti (1745 MPa). Ze snímků je patrné, že se jedná o strukturu martenzitu. Vlivem zvolené teploty žíhání došlo k dostatečné homogenizaci struktury při prvním kroku tepelného zpracování a na struktuře již nejsou viditelné stopy laseru po aditivním zpracování.



Obr. 30: Snímky mikrostruktury ze světelného mikroskopu, příčný řez, režim 1000 °C/0,5h + 500 °C/3h, a) zvětšení optické soustavy 200x, b) zvětšení optické soustavy 1000x.

Na Obr. 31 jsou zobrazeny snímky mikrostruktury oceli z elektronového mikroskopu po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h + 500 °C/3h. Tento režim je zvolen pro ukázkou z důvodu velmi dobrých mechanických vlastností, jak je uvedeno výše. Na snímku a) je zobrazena struktura materiálu při zvětšení elektronového mikroskopu 5000x a na snímku b) je struktura při zvětšení elektronového mikroskopu 10000x. Ze snímků je patrné, že je v materiálu struktura popuštěného martenzitu, struktura je homogenizována díky rozpouštěcímu žíhání, jsou eliminovány laserové stopy a buněčná struktura po 3D tisku. Na snímcích jsou vidět drobné precipitáty, díky kterým dochází k vytvrzování struktury. [5]

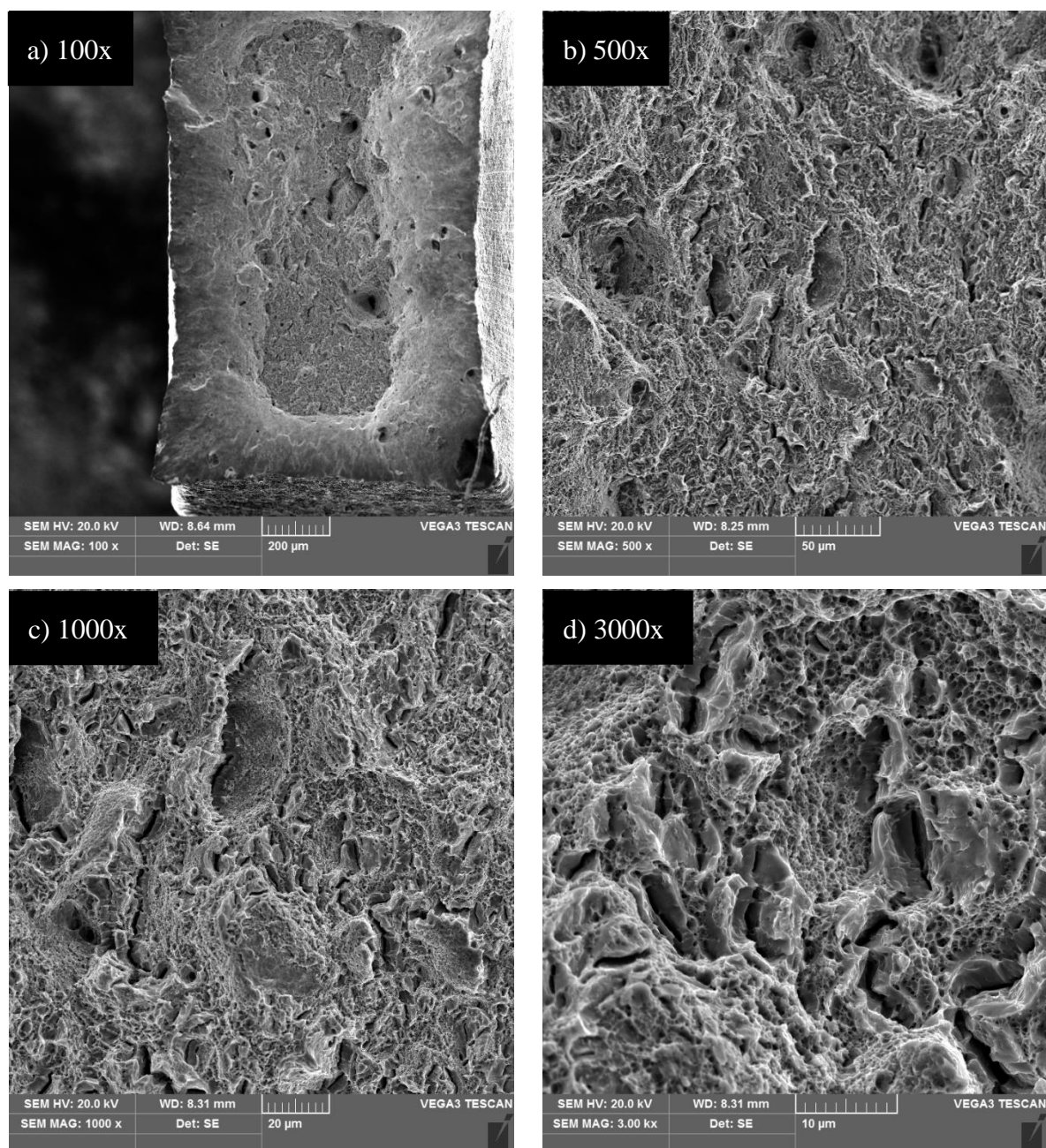


Obr. 31: Snímky mikrostruktury z elektronového mikroskopu, příčný řez, režim 1000 °C/1h + 500 °C/3h, a) zvětšení el. mikroskopu 5000x, b) zvětšení el. mikroskopu 10000x.

Z výše uvedených výsledků mechanických zkoušek provedených u vzorků 3D tištěné oceli M789 po zvolených režimech dvoukrokového tepelného zpracování lze usuzovat, že nejvyšší meze pevnosti a meze kluzu je dosaženo u teplotního režimu 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod, nejvyšší tažnosti u teplotního režimu 1000 °C/1,5 hod + 520 °C/3 hod a největší tvrdosti u teplotního režimu 1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod. Na snímcích mikrostruktury lze pozorovat přítomnost popuštěného martenzitu a jemných precipitátů.

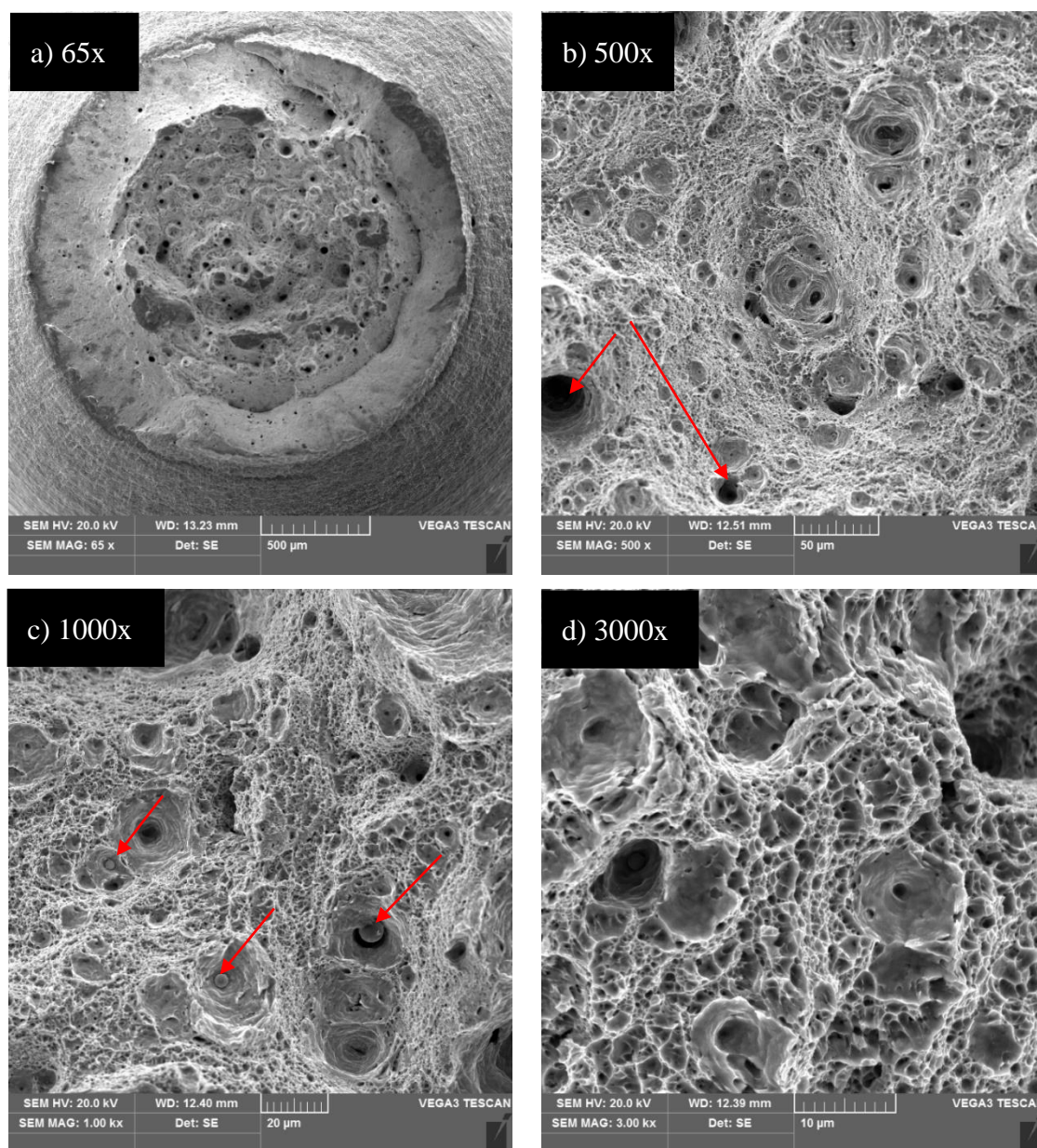
2.4 Fraktografie

Ze snímků na Obr. 32 je patrné, že na lomu oceli M789 po tepelném zpracování v režimu 520 °C/3h je plastická deformace. Jedná se o tvárný lom s jamkovitou morfologií. Na lomové ploše je pozorovatelné velké množství pórů, které jsou způsobené procesem tisku. Póry jsou považovány za kritická místa, která iniciují porušení materiálu. [19] Na lomové ploše můžeme sledovat také nízkou míru křehkého porušení, kdy na snímku d) jsou patrné rovné plošky bez jamkovité struktury, které jsou typické pro křehké porušení, nicméně jsou na lomu patrné pouze ve velmi nízké míře. Stále se jedná o tvárný lom, nicméně v porovnání s následujícími režimy, kdy bylo zahrnuto také rozpouštěcí žihání, jsou zde plošky výraznější.



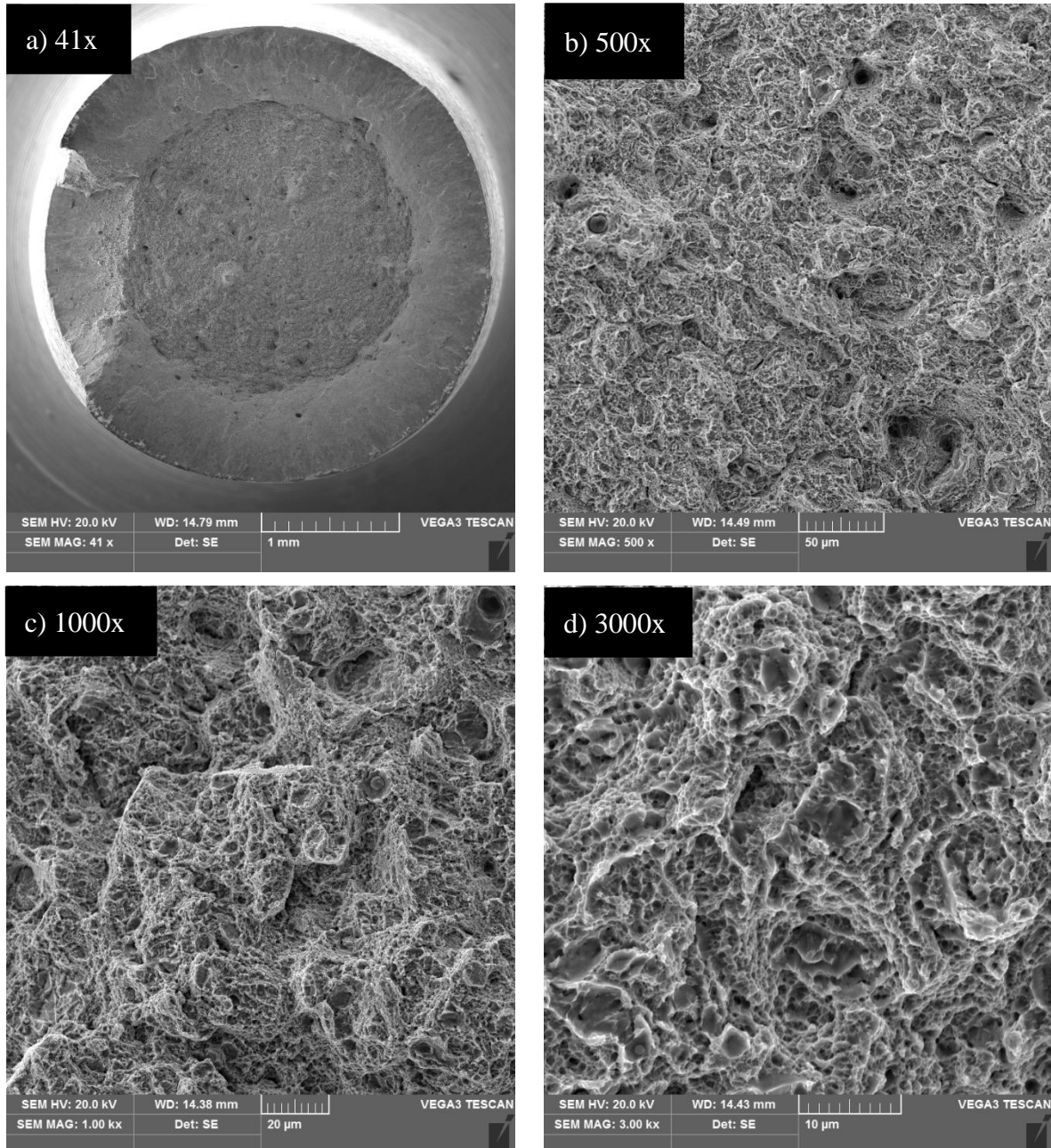
Obr. 32: Snímky z elektronového mikroskopu, mikrostruktura na lomu po tepelném zpracování v režimu 520 °C/3h při zvětšení el. mikroskopu a) 100x, b) 500x, c) 1000x a d) 3000x.

Ze snímků na Obr. 33 je patrné, že na lomu oceli M789 po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h je vidět velký stupeň plastické deformace a velké množství jamek a důlků, jedná se tedy o tvárný lom s jamkovou morfológií, čemuž odpovídají také výsledky tahové zkoušky uvedené výše. Na snímku b) jsou označeny póry ve struktuře. Na snímku c) jsou označeny částice, které stejně jako póry snižují mechanické vlastnosti a soudržnost materiálu. [19] Ze snímků není možné přesně identifikovat, o jaké částice se jedná. Mohou to být vady v podobě vměstků oxidických částic, jak dále ukazuje EDS analýza, případně neroztavené částice prášku oceli M789. Během tisku mohou být neroztavené částice zachovány v oblastech mezi jednotlivými stopami laseru. Tyto neroztavené částice jsou defektem materiálu a je obtížné je zcela odstranit, nicméně je možné snížit jejich množství upravením procesních parametrů tisku. I přes množství defektů, které se dostanou do struktury vlivem tisku, nedochází jejich přítomností k výraznému zhoršení mechanických vlastností, což prokazuje skutečnost, že výrobky vyrobené procesem SLM jsou vysoce tolerantní vůči defektům. [35]



Obr. 33: Snímky z elektronového mikroskopu, mikrostruktura na lomu po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h při zvětšení el. mikroskopu a) 65x, b) 500x, c) 1000x a d) 3000x.

Na Obr. 34 jsou zobrazeny snímky lomu oceli M789 po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h + 500 °C/3h. Na snímcích je patrná menší míra plastické deformace a méně pórů v porovnání s režimem 1000 °C/1h, stále se však jedná o tvárný lom s jamkovitou morfologií.



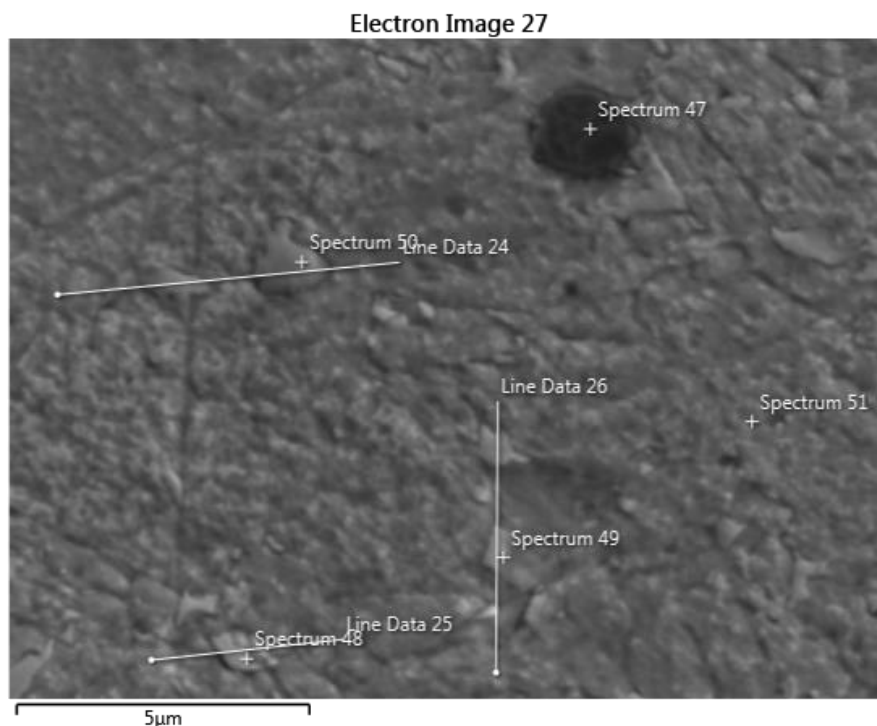
Obr. 34: Snímky z elektronového mikroskopu, mikrostruktura na lomu po tepelném zpracování v režimu 1000 °C/1h + 500 °C/3h při zvětšení el. mikroskopu a) 41x, b) 500x, c) 1000x a d) 3000x.

2.5 EDS analýza

Pro zjištění chemického složení byla provedena analýza chemického složení EDS (Energiově disperzní spektroskopie) na vzorku po tepelném zpracování v režimu 500 °C/3 hod. Po tomto režimu tepelného zpracování se dá předpokládat, že ve struktuře budou již přítomné drobné vytvrzující precipitáty. Na Obr. 35 je uveden snímek z řádkovacího elektronového mikroskopu při zvětšení elektronového mikroskopu 20000x, na kterém byla provedena EDS analýza. V Tab. 17 je následně uvedeno změřené chemické složení pro vybraný segment.

Spectrum 47 měřilo chemické složení vměstku uvedeného na snímku. Ukázalo se, že se jedná o Al_2O_3 , kolem kterého je zvýšená koncentrace titanu. Nutno podotknout, že měření bylo provedeno na mikroskopu SEM, proto oblast měření není tak přesná, jako by tomu bylo u analýz provedených na TEM. Ostatní měřené hodnoty odpovídaly hodnotám chemického složení oceli M789 uvedeným výrobcem.

I přes to, že na snímcích z elektronového mikroskopu jsou patrné jemné precipitáty, jejichž velikost se pohybuje v řádech nanometrů, pro provedení EDS analýzy jsou již tyto částice příliš malé. Pro získání informace o chemickém složení precipitátů by bylo nutné provést analýzu na TEM, což z důvodu finanční a časové náročnosti v rámci této diplomové práce nebylo možné. Taková analýza však už byla provedena v rámci předchozích studií pro režimy dvoukrokového tepelného zpracování [5] [6], kdy bylo prokázáno, že sférické precipitáty s průměry menšími než 100 nm jsou zejména intermetalické fáze $\text{ETA Ni}_3(\text{Ti,Al})$. Tyto intermetalické fáze se tvoří nejvíce při teplotě vytvrzování 500 °C, proto se dá předpokládat, že jsou obsaženy také u vzorků po režimech vytvrzování a po režimech dvoukrokového tepelného zpracování, které byly provedeny v rámci této diplomové práce.

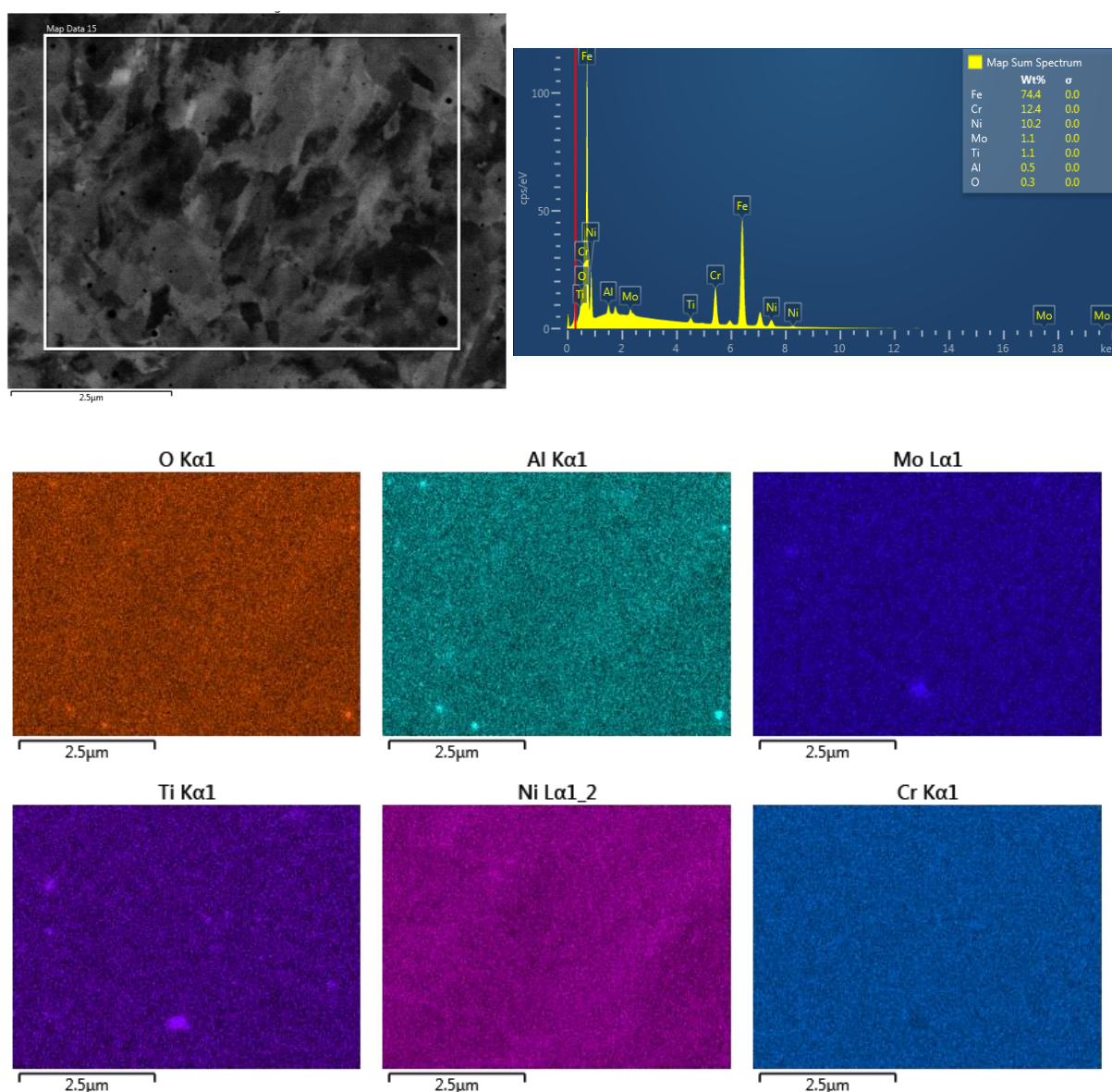


Obr. 35: EDS analýza, snímek z elektronového mikroskopu pro režim 500 °C/3h.

Tab. 17: Chemické složení (wt. %) oxidického vměšku v oceli M789 po tepelném zpracování 500 °C/3h

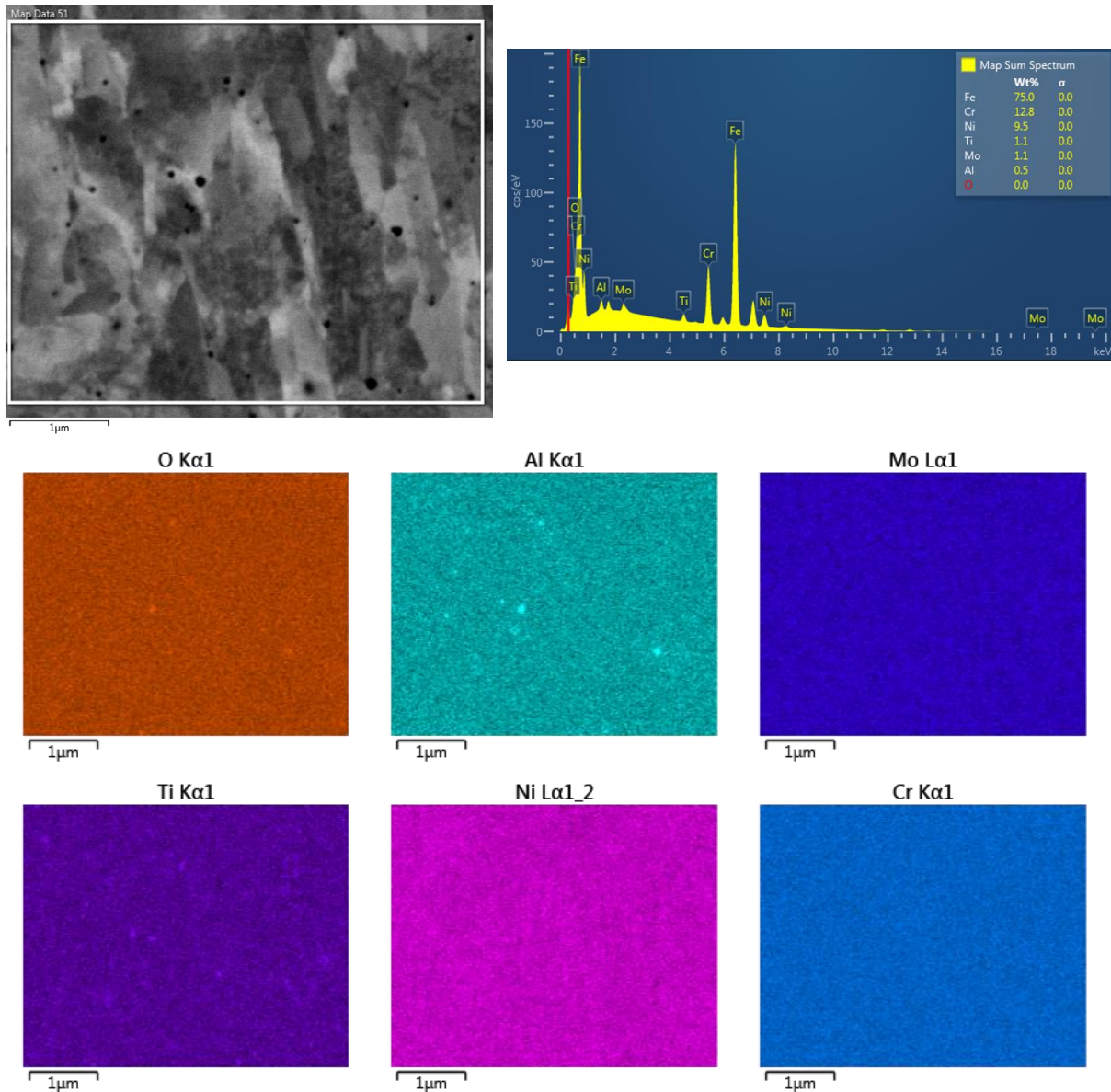
Element	Cr	Ni	Ti	Mo	Al	Si	Fe	O
Spectrum 47	3,9	1,9	9,2	0,4	37,2	-	17,3	30

Pro zjištění chemického složení ve struktuře po vysokoteplotním zpracování byla energiově disperzní spektroskopie provedena také na vzorku po režimu 900 °C/ 1 hod. Výsledky této plošné analýzy jsou zobrazeny na Obr. 36. Je patrné, že chemické složení vybraného spektra odpovídá chemickému složení, které deklaruje výrobce prášku oceli M789. V analyzované oblasti se podařilo zachytit přítomnost částic prvků O, Al, Mo a Ti, kdy Mo a Ti tvoří společné částice a je zde rovněž zřejmé nerovnoměrné rozložení Ni v matrici.



Obr. 36: EDS analýza vzorku 900 °C/ 1 hod.

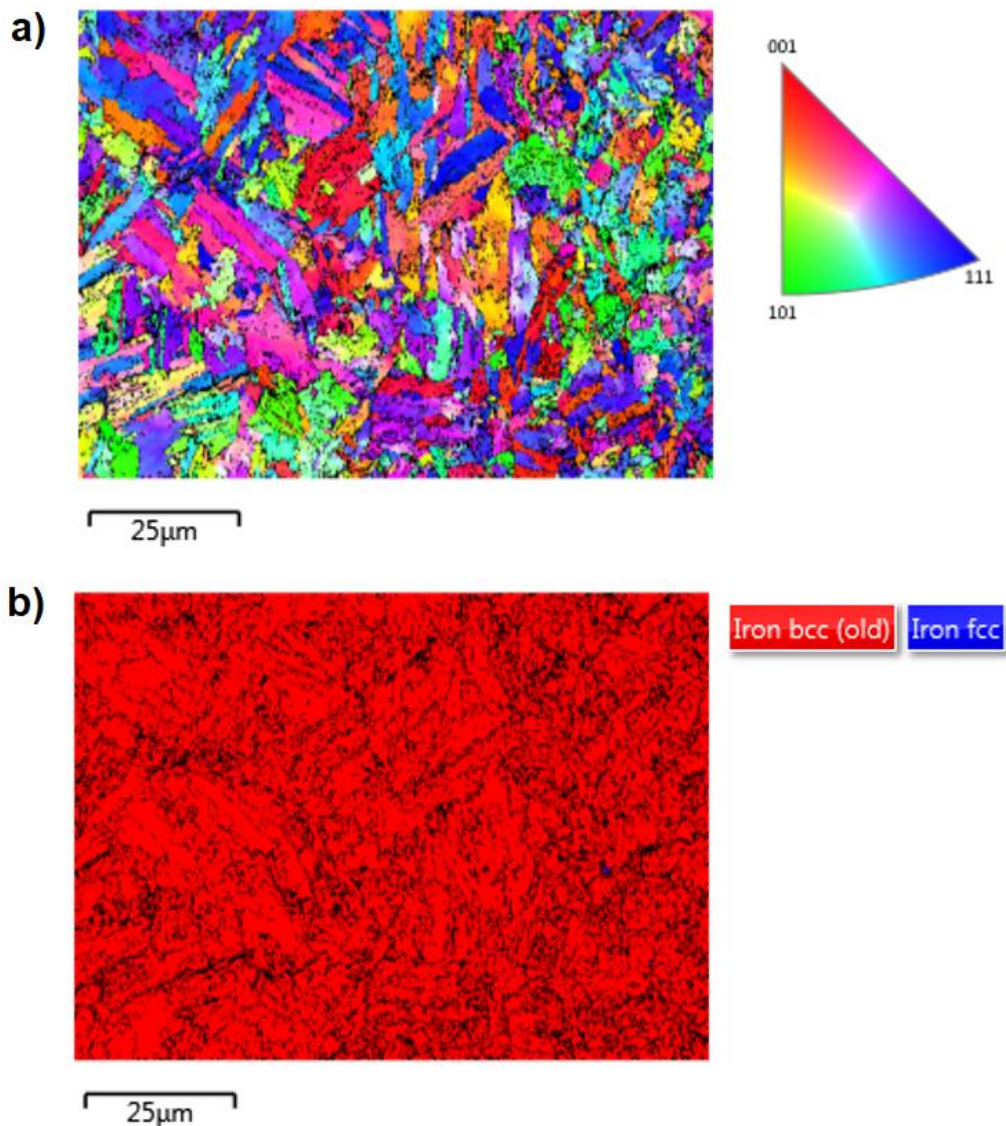
Plošná EDS analýza byla provedena také na vzorku po režimu 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod, výsledky jsou zobrazeny na Obr. 37. Chemické složení daného spektra se opět neliší od chemického složení deklarovaného výrobcem. Oproti předchozímu vzorku v oblasti nebyla zjištěna přítomnost molybdenu, ovšem i zde se objevovaly částice O, Al a Ti, kdy titan a hliník tvoří pravděpodobně částice společné.



Obr. 37: EDS analýza vzorku 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/ 3 hod.

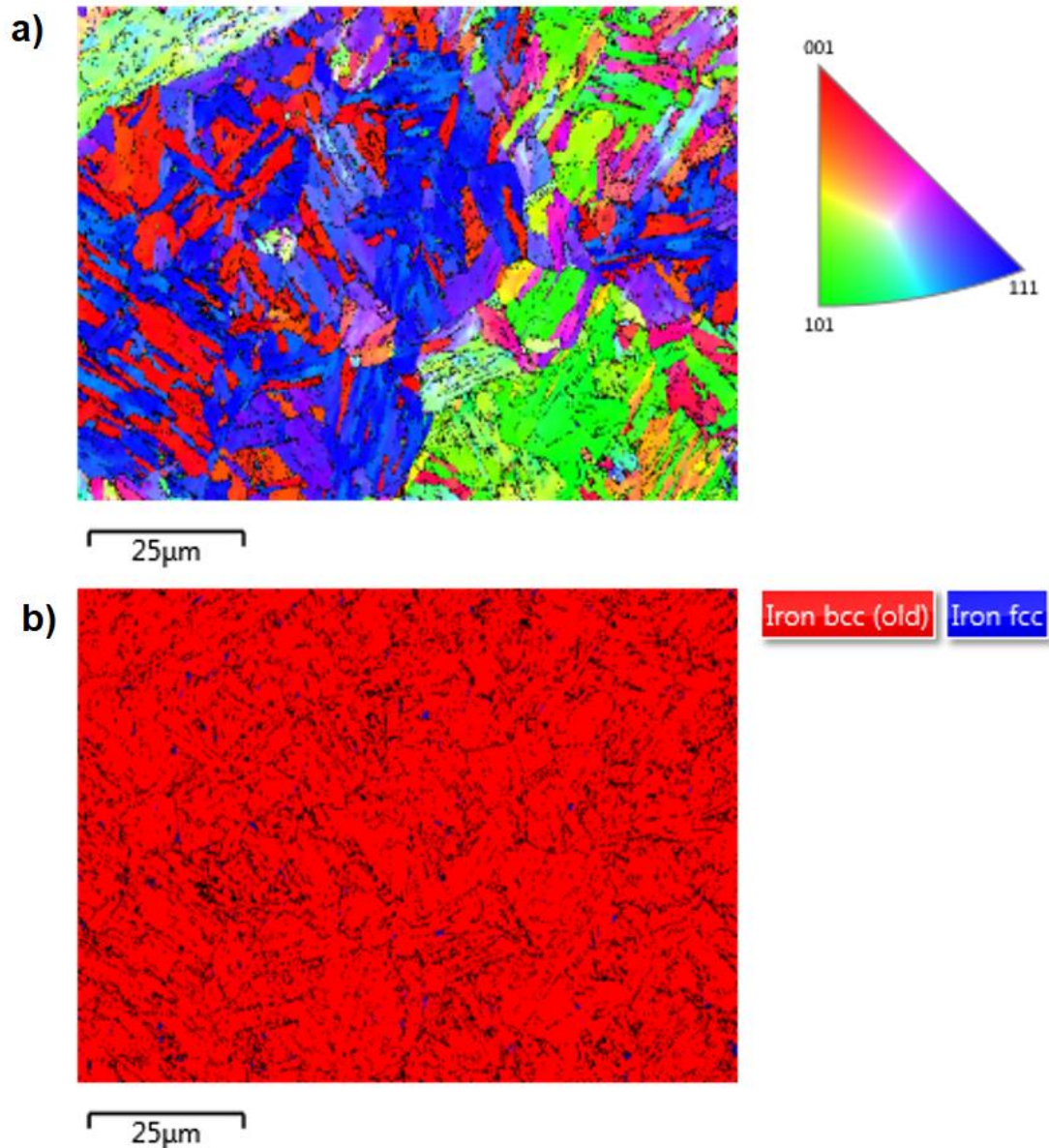
2.6 EBSD analýza

V rámci studia mikrostruktury oceli M789 po tepelném zpracování byla provedena také analýza EBSD, tedy difrakce zpětně odražených elektronů. Jako první byl analyzován vzorek po tepelném zpracování 900 °C/1 hod. Na Obr. 38 a) je zobrazena orientace jednotlivých zrn pomocí inverzního pólového obrazce IPF – Z (pozorování ve směru kolmém na rovinu výbrusu, zde tedy pozorování ve směru tisku) a na snímku b) je zobrazeno rozložení jednotlivých fází. Můžeme pozorovat, že ze struktury vlivem tepelného zpracování vymizely znaky struktury po tisku, zrna tedy již nejsou orientována ve směru tisku, ale vykazují náhodnou orientaci. Ze snímku b) je patrné, že struktura je tvořena převážně fází BCC, tedy martenzitem. Fáze FCC představující austenit se objevuje pouze v nepatrném množství v podobě malých ostrůvků rovnoměrně rozložených po hranicích zrn. Právě s ohledem na toto rozložení a malou velikost austenitických útvarů nelze vyloučit, že je austenit také v černě označených oblastech „nulových řešení“ na hranicích, ke kterým nebylo možné přiřadit žádnou fázi.



Obr. 38: EBSD analýza vzorku 900 °C/ 1 hod,
a) orientace zrn, IPF - Z, b) fázová mapa.

EBSA analýza byla také provedena na vzorku po režimu 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod pro možné porovnání. Na Obr. 39 a) je zobrazena orientace jednotlivých zrn pomocí inverzního pólového obrazce IPF – Z (pozorování ve směru kolmém na rovinu výbrusu, zde tedy pozorování ve směru tisku), a na snímku b) je zobrazeno rozložení jednotlivých fází. V porovnání s předchozím vzorkem je patrné, že došlo vlivem vyšší teploty a dvoukrokového tepelného zpracování ke zhrubnutí zrna. Orientace zrn je náhodná. I v tomto případě se jedná o strukturu BCC, tedy martenzitickou, s nepatrným množstvím FCC, která je stejně jako v předchozím případě v podobě malých ostrůvků rovnoměrně rozložených po hranicích zrn.



Obr. 39: EBSD analýza vzorku 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod,
a) orientace zrn, IPF - Z, b) fázová mapa

3 Shrnutí a diskuze výsledků

V rámci diplomové práce byly provedeny experimenty na aditivně zpracované oceli M789. Byl zkoumán vliv tepelného zpracování, konkrétně vliv změny teploty a doby výdrže, na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti této oceli. Ocel byla podrobena celkem 24 vybraným režimům tepelného zpracování, přičemž by se tyto režimy daly rozdělit podle dějů probíhajících v materiálu do tří kategorií: rozpouštěcí žíhání, vytvrzování a dvoukrokové tepelné zpracování (rozpouštěcí žíhání + vytvrzování). U každé z kategorií byl zkoumán vliv změny teploty a doby výdrže na vlastnosti materiálu.

Při pozorování vlivu vytvrzování na vlastnosti materiálu bylo pozorováno 10 režimů TZ: **1** – 480 °C/2 hod, **2** – 480 °C/3 hod, **3** – 500 °C/2 hod, **4** – 500 °C/3 hod, **5** – 520 °C/1 hod, **6** – 520 °C/2 hod, **7** – 520 °C/3 hod, **8** – 520 °C/5 hod, **9** – 540 °C/2 hod, **10** – 540 °C/3 hod. Nejvyšších hodnot meze pevnosti (1796 ± 7 MPa) a tvrdosti (572 HV10) bylo dosaženo po režimu 520 °C/3 hod. Druhých nejlepších výsledků (mez pevnosti 1767 ± 9 MPa a tvrdost 562 HV10) bylo dosaženo u režimu 500 °C/3 hod. V mikrostruktuře byly pozorovány stopy po laseru, neboť při těchto relativně nízkých teplotách nedošlo k homogenizaci struktury. Na snímcích z elektronového mikroskopu byla patrná struktura martenzitu a jemné precipitáty, u kterých se dá díky výsledkům předchozích studií předpokládat, že se jedná o precipitáty $\text{ETA-Ni}_3(\text{Ti,Al})$, které způsobují vytvrzování oceli [5] [6] [21]. U vzorků po vytvrzování byla také provedena fraktografická analýza lomu, který se jevil jako tvárný s jamkovitou morfologií. Na lomu byly patrné také póry, které jsou typické pro technologii aditivní výroby.

Po rozpouštěcím žíhání byla díky vysoké teplotě použitého tepelného zpracování pozorována homogenizace mikrostruktury, tedy odstranění stop po laseru způsobených aditivní výrobou. Dále bylo provedeno tepelné zpracování v následujících režimech: **11** – 900 °C/1 hod, **12** – 1000 °C/0,5 hod, **13** – 1000 °C/1 hod, **14** – 1000 °C/1,5 hod, **15** – 1100 °C/1 hod. Z hlediska mechanických vlastností vycházel nejlépe režim 900 °C/1 hod, nicméně rozdíly mezi režimy byly velmi malé. Režim doporučený výrobcem prášku byl 1000 °C/1 hod, proto byl zahrnut také do následných dvoukrokových režimů TZ. Na snímcích ze světelného mikroskopu byly pozorovány vměstky, u kterých se dá předpokládat, že se jedná o oxidy hliníku, jak ukázala EDS analýza. Zajímavé poznatky ukázaly snímky z elektronového mikroskopu, na kterých byly patrné drobné precipitáty. Vzhledem ke skutečnosti, že se jejich hustota zvyšovala s rostoucí teplotou rozpouštěcího žíhání, se dá předpokládat, že v rozsahu použitých teplot probíhá jejich postupná precipitace. EDS analýza vzorku 900 °C/1 hod prokázala přítomnost částic Al, O, Ti, Mo. EBSD analýza prokázala náhodnou orientaci zrn a martenzitickou strukturu s nepatrným množstvím austenitu rovnoměrně rozloženého po hranicích zrn. V poslední řadě byl u vzorků po rozpouštěcím žíhání sledován také lom, který se jevil jako tvárný lom s jamkovitou morfologií a na lomu byly pozorovány také póry a vměstky.

V rámci dvoukrokového tepelného zpracování byly pozorovány následující režimy TZ: **16** – 900 °C/1 hod + 520 °C/3 hod, **17** – 1000 °C/0,5 hod + 520 °C/3hod, **18** – 1000 °C/1 hod + 520 °C/3 hod, **19** – 1000 °C/1,5 hod + 520 °C/3 hod, **20** – 900 °C/1 hod + 500 °C/3 hod, **21** – 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod, **22** – 1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod, **23** – 1000 °C/1,5 hod + 500 °C/3 hod, **24** – 1000 °C/1 hod + 500 °C/2 hod. Nejvyšší meze pevnosti bylo dosaženo u režimu 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod – 1745 ± 11 MPa, nejvyšší tvrdosti u režimu 1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod – 558 ± 7 HV10. Z výsledků mechanických zkoušek i z předchozích studií lze předpokládat, že zvýšená pevnost v případě dvoukrokového TZ je způsobena precipitací $\text{ETA-Ni}_3(\text{Ti,Al})$. Oproti tomuto zpevnování však působí tvorba

zbytkového austenitu, který způsobuje snižování meze pevnosti a tvrdosti materiálu při vyšší teplotě nebo delší výdrži na teplotě při TZ (čemuž odpovídá nejvyšší dosažená tažnost při režimu 1000 °C/1,5 hod + 520 °C/3 hod). Na snímcích ze světelného mikroskopu nebyly patrné stopy po laseru a byla pozorována struktura martenzitu. Na snímcích z elektronového mikroskopu byly patrné drobné precipitáty, pravděpodobně ETA-Ni₃(Ti,Al). EDS analýza vzorku 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod prokázala přítomnost částic Al, O, Ti. EBSD analýza prokázala náhodnou orientaci zrn a martenzitickou strukturu s nepatrným množstvím austenitu rovnoměrně rozloženého po hranicích zrn. U vzorků po dvoukrokovém TZ byl pozorován také lom, který se stejně jako v případě samotného vytvrzování a samotného žihání jevil jako tvárný s jamkovitou morfolofií.

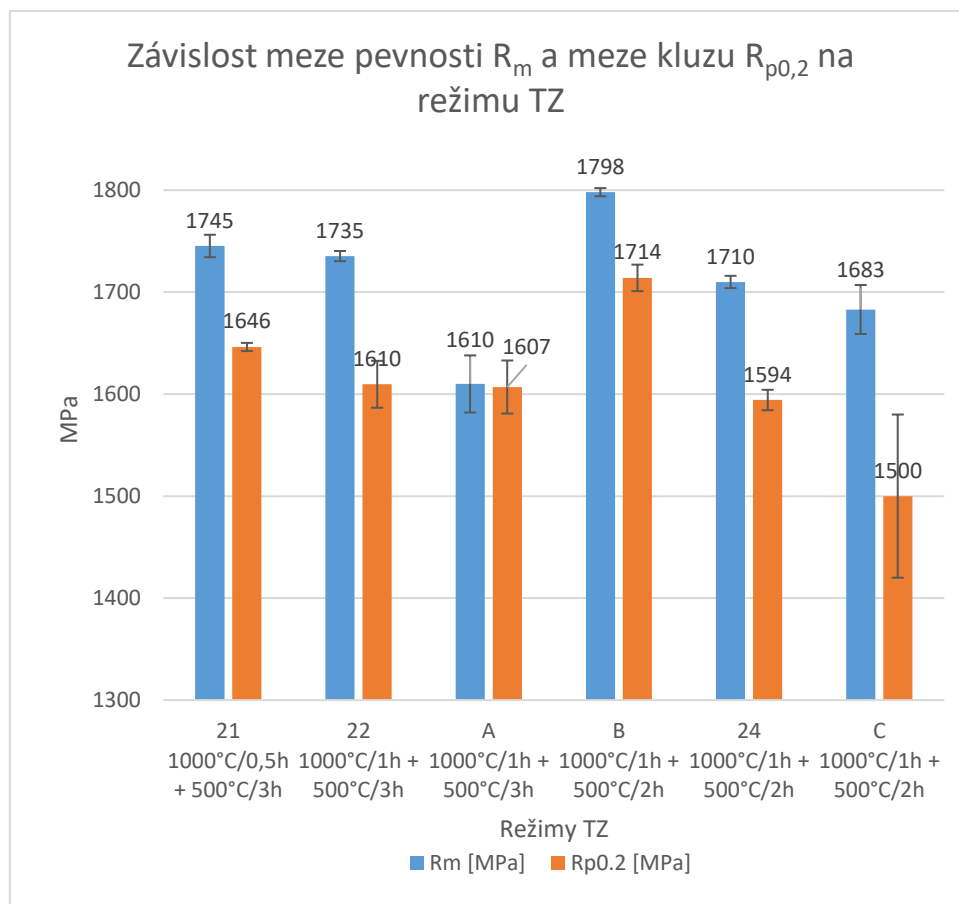
Výrobce doporučované TZ je 1000 °C/1hod + 500 °C/3 hod, přičemž v materiálovém listu jsou uváděny následující možné mechanické vlastnosti: mez pevnosti 1800 - 1900 MPa, mez kluzu 1670 – 1770 MPa, tažnost 4 – 8 % a tvrdost 51 – 53 HRC (pro možné porovnání přepočítáno dle normy ASTM E 140 – 97 [36] na HV 10: 527 – 559 HV10). [20] V rámci experimentu diplomové práce bylo dosaženo nejlepších mechanických vlastností v následujících režimech: **7** – 520 °C/3 hod, **21** – 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod, **22** – 1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod. Hodnoty mechanických vlastností jsou uvedeny v Tab. 18. Jak je z výsledků patrné, díky tepelnému zpracování došlo ke zvýšení meze pevnosti až o 700 MPa a tvrdosti až o 250 HV10, v porovnání s mechanickými vlastnostmi po tisku. V rámci experimentu vyšly (i v případě výrobcem doporučeného TZ) nižší hodnoty meze pevnosti a meze kluzu, než které jsou deklarovány v materiálovém listu. Nejvyšších hodnot meze pevnosti i tvrdosti bylo dosaženo u režimu 520 °C/3 hod, tedy pouhým vytvrzováním. Nevýhodou v tomto případě je nehomogenizovaná struktura, kdy v ní zůstávají stopy po laseru, které mohou působit jako místo pro iniciaci trhliny. Z toho důvodu by bylo u těchto režimů vhodné v budoucnu sledovat také únavové vlastnosti.

Tab. 18: Mechanické vlastnosti u vzorku po tisku a po režimech TZ: 7 – 520 °C/3h, 21 – 1000 °C/0,5h + 500 °C/3h, 22 – 1000 °C/1h + 500 °C/3h.

REŽIM	TZ	R _m [MPa]	R _{p0.2} [MPa]	A [%]	HV10
-	Po tisku [15]	1020 ± 10	856 ± 28	14,5 ± 1	319 ± 1
7	520 °C/3 hod	1797 ± 7	1702 ± 8	13,4 ± 0,3	572 ± 3
21	1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod	1745 ± 11	1646 ± 4	10,8 ± 6,2	548 ± 5
22	1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod	1735 ± 5	1610 ± 23	12,1 ± 0,6	558 ± 7

Na Obr. 35 jsou zobrazeny hodnoty meze pevnosti a meze kluzu v závislosti na vybraných režimech dvoukrokového TZ. V první části grafu jsou zobrazeny režimy 21 a 22, tedy režimy dvoukrokového TZ, u kterých byly naměřeny v rámci experimentu nejvyšší hodnoty mechanických vlastností. Třetím uvedeným režimem, pod písmenem A, je režim 1000 °C/1h + 500 °C/3h, který byl proveden v rámci studie autorů Brytan a kol. [2]. V druhé části grafu jsou zobrazeny režimy TZ 1000 °C/1h + 500 °C/2h. Písmenem B je označen režim a hodnoty mechanických vlastností vycházející ze studie autorů Tian a kol. [6], písmenem C je označen režim a hodnoty mechanických vlastností vycházející ze studie autorů Lek a kol. [11], zde byl však proveden tisk materiálu technologií DED. Pro porovnání je uveden také režim

24 z provedeného experimentu. Z uvedených výsledků je patrný rozdíl v naměřených hodnotách mezi různými pracovišti. To může být způsobeno jednak různými podmínkami aditivní výroby (a s tím spojenou kvalitou tištěných materiálů), nebo také různými velikostmi a geometriemi použitých zkušebních těles.



Obr. 40: Hodnoty meze pevnosti a meze kluzu, porovnání s literaturou: A [2], B [6], C [11].

V poslední řadě je vhodné porovnat mechanické vlastnosti oceli M789 a oceli 18Ni-300, která je významným představitelem martenziticky vytvrditelných ocelí a jednou z prvních ocelí používaných pro aditivní výrobu a stále se pro tyto účely hojně využívá. U obou těchto ocelí dochází k vytvrzování vlivem precipitace, obě jsou nízkouhlíkové a vysoce legované. Jak je patrné z Tab. 19, u oceli 18Ni-300 je dosaženo podstatně vyšších mechanických vlastností, kromě tažnosti. Velkou nevýhodou oceli 18Ni-300, oproti oceli M789, je její nízká korozní odolnost. Proto je ocel M789 vhodná zejména pro aplikace, kde je potřeba větší stálost a odolnost proti korozi. Její další výhodou je, že nevyužívá kobalt.

Tab. 19: Porovnání mechanických vlastností oceli M789 a 18Ni-300

	R_m [Mpa]	$R_{p0.2}$ [Mpa]	A [%]	HV10
M789 – 1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod	1735 ± 5	1610 ± 23	12,1 ± 0,6	558 ± 7
18Ni-300 – 480 °C/5 hod [18]	2217 ± 73	1998 ± 32	1,6 ± 0,26	653

4 Závěr

V teoretické části diplomové práce byla věnována pozornost jednotlivým technologiím aditivní výroby, zejména technologii Powder bed fusion, která byla následně využita v experimentální části. Byla také provedena rešerše kovových materiálů vhodných pro aditivní výrobu, kdy byl kladen důraz na nerezové a martenziticky vytvrditelné ocele, které se vlastnostmi a chemickým složením podobají oceli M789, která je předmětem diplomové práce. V závěru teoretické části byly podrobně rozebrány vybrané studie, které zkoumají vliv tepelného zpracování na 3D tištěnou ocel M789. Tyto studie představují přehled režimů tepelného zpracování, které byly na zvoleném materiálu již aplikovány, a jejich vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti.

V závislosti na již provedených studiích byly zvoleny režimy tepelného zpracování, které byly provedeny v rámci experimentální části diplomové práce. V průběhu experimentu byly systematicky zkoumány a analyzovány vlivy tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli M789. Výsledky experimentu ukázaly, že díky vytvrzování dochází ke zpevňování materiálu díky jemným precipitátům ETA-Ni₃(Ti,Al), nicméně ve struktuře zůstávají patrné stopy po laseru. Nejvyšších hodnot meze pevnosti (1796 ± 7 MPa) a tvrdosti (572 HV10) bylo dosaženo po režimu TZ 520 °C/3 hod. Aplikace samotného rozpouštěcího žíhání (při teplotách 900 °C – 1100 °C) vedla k homogenizaci struktury, došlo tedy k odstranění stop po laseru. Mechanické vlastnosti byly v porovnání s vytvrzováním výrazně nižší – mez pevnosti byla v rozmezí 953 – 978 MPa, mez kluzu 702 – 723 MPa, a tvrdost 301 – 318 HV10. Během těchto procesů nedošlo ke zpevňování materiálu jemnými precipitáty ETA-Ni₃(Ti,Al) jak tomu bylo v případě vytvrzování, nicméně na snímcích z elektronového mikroskopu byly taktéž patrné jemné precipitáty, jejichž hustota rostla se zvyšující se teplotou žíhání. EDS analýza vzorku 900 °C/1 hod prokázala přítomnost částic Al, O, Ti, Mo. V rámci dvoukrokového TZ bylo nejvyšší meze pevnosti dosaženo u režimu 1000 °C/0,5 hod + 500 °C/3 hod (mez pevnosti 1745 ± 11 MPa, tvrdost 548 HV10), nejvyšší tvrdosti bylo dosaženo u režimu 1000 °C/1 hod + 500 °C/3 hod (mez pevnosti 1735 ± 5 MPa, tvrdost 558 HV10). V rámci experimentu se nepodařilo dosáhnout meze pevnosti, kterou deklaruje výrobce prášku ve svém materiálovém listu (1800 – 1900 MPa), deklarovaná tvrdost dosažena byla. Jak je z výsledků patrné, rozdíly v mechanických vlastnostech mezi dvěma výše uvedenými režimy nejsou výrazné, proto by (v závislosti na konkrétní aplikaci) mohlo být rozpouštěcí žíhání zkráceno o půl hodiny, což by vedlo ke snížení ekonomických nákladů výroby.

V rámci diplomové práce byl zkoumán vliv vybraných režimů TZ s cílem zjistit, jak změna teploty a doby výdrže ovlivňuje mikrostrukturu a mechanické vlastnosti oceli M789. Díky tomu došlo k rozšíření znalostí o této nové oceli a výzkum se může posunout dále. V budoucnu by se měl výzkum zaměřit na zkoumání korozní odolnosti po vybraných režimech TZ, neboť je tato ocel díky vysokému obsahu chromu vhodná pro použití v agresivních prostředích.

Seznam použitých zdrojů

- [1] GODEC, Damir, Joamin GONZALEZ-GUTIERREZ, Axel NORDIN, Eujin PEI a Julia Urena ALCÁRAZ. *A Guide to Additive Manufacturing* [online]. 12 September 2022. Springer Cham, 2022 [cit. 2023-12-07]. ISBN 978-3-031-05863-9
- [2] BRYTAN, Zbigniew; KRÓL, Mariusz; BENEDYK, Marcin; PAKIEŁA, Wojciech; TAŃSKI, Tomasz et al. *Microstructural and Mechanical Properties of Novel Co-Free Maraging Steel M789 Prepared by Additive Manufacturing*. Online. Materials. 2022, roč. 15, č. 5. ISSN 1996-1944. Dostupné z: <https://doi.org/10.3390/ma15051734>. [cit. 2024-05-12].
- [3] HERZOG, Dirk; SEYDA, Vanessa; WYCISK, Eric a EMMELMANN, Claus. *Additive manufacturing of metals*. Online. Acta Materialia. 2016, roč. 117, s. 371-392. ISSN 13596454. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>. [cit. 2024-05-12].
- [4] SKOTNICOVÁ, Kateřina a Miroslav KURSA. *Prášková metalurgie: studijní opory : učební text, scénáře, testy* [online]. 1. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013 [cit. 2020-02-01]. ISBN 978-80-248-3378-1. Dostupné z: http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin_Animace/Opory/03_Materialov%C3%A9_inzenyrtvi/06_Praskova_metalurgie/Skotnicova_Praskova_metalurgie.pdf
- [5] TIAN, Yuan; PALAD, Robert a ARANAS, Clodualdo. *Microstructural evolution and mechanical properties of a newly designed steel fabricated by laser powder bed fusion*. Online. Additive Manufacturing. 2020, roč. 36. ISSN 22148604. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101495>. [cit. 2023-12-07].
- [6] TIAN, Yuan, Robert PALAD, Lu JIANG, Thomas DORIN, Kanwal CHADHA a Clodualdo ARANAS. *The effect of heat treatments on mechanical properties of M789 steel fabricated by laser powder bed fusion*. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2021, 885 [cit. 2023-12-07]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2021.161033
- [7] RIEDER, Hans, Alexander DILLHÖFER, Martin SPIES, Joachim BAMBERG a Thomas HESS. *Online Monitoring of Additive Manufacturing Processes Using Ultrasound*. 11th European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT 2014) [online]. 2014 [cit. 2023-12-07]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/271850494_Online_Monitoring_of_Additive_Manufacturing_Processes_Using_Ultrasound
- [8] BAI, Yuchao, Di WANG, Yongqiang YANG a Hao WANG. *Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of maraging steel by selective laser melting*. [online]. 2019, 760, 105-117 [cit. 2023-12-07]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2019.05.115

- [9] CHEN, Xuehui, Kai WEN, Weihao MU, Yuxi ZHANG, Shan HUANG a Wei LIU. *Effect of layer-by-layer laser remelting process on the microstructure and performance of selective laser melting 316L stainless steel. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 2023, 128(5-6), 2221-2236 [cit. 2023-12-07]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-023-12078-6
- [10] HAN, Seung-Chang, Umer Masood CHAUDRY, Sandra Bernardo CENALMOR, Si Mo YEON, Jongcheon YOON, Hyub LEE, Kyeongtae KIM a Tea-Sung JUN. *Effect of Heat Treatment on Corrosion and Mechanical Properties of M789 Alloy Fabricated Using DED. Metals* [online]. 2023, 13(7) [cit. 2023-12-07]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met13071214
- [11] LEK, Yung Zhen, Chengcheng WANG, Xiaojun SHEN, Ze CHEN, Upadrasta RAMAMURTY a Kun ZHOU. *Additive manufacturing of corrosion-resistant maraging steel M789 by directed energy deposition.* [online]. 2022, 857 [cit. 2023-12-07]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2022.144032
- [12] HEJNIC, Josef. *MATERIÁLY S MEZÍ KLUZU NAD 500 MPa URČENÉ PRO TVÁŘENÍ*. Online, Bakalářská práce. ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, Fakulta strojní. Dostupné z: https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/77301/F2-BP-2018-Hejnic-Josef-materialy_s_mezi_kluzu_nad_500_MPa_urcene_pro_tvareni.pdf?sequence=-1&isAllowed=y. [cit. 2024-05-12].
- [13] HAVELKA, Jan. *MODERNÍ MATERIÁLY V AUTOMOBILOVÉM PRŮMYSLU A JEJICH VLASTNOSTI Z HLEDISKA TVÁŘENÍ*. Online, Bakalářská práce. ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, Fakulta strojní. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/79941/F2-BP-2018-Havelka-Jan-Prehled%20modernich%20materialu%20v%20automobilovem%20prumyslu%20a%20jejich%20vlastnosti%20z%20hlediska%20tvareni%20Havelka.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. [cit. 2024-05-12].
- [14] BAJAJ, P., A. HARIHARAN, A. KINI, P. KÜRNSTEINER, D. RAABE a E.A. JÄGLE. *Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties.* [online]. 2020, 772 [cit. 2023-12-07]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2019.138633
- [15] RIEMER, A., S. LEUDERS, M. THÖNE, H.A. RICHARD, T. TRÖSTER a T. NIENDORF. *On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. Engineering Fracture Mechanics* [online]. 2014, 120, 15-25 [cit. 2023-12-07]. ISSN 00137944. Dostupné z: doi:10.1016/j.engfracmech.2014.03.008

- [16] CHADHA, Kanwal; TIAN, Yuan; BOCHER, Philippe; SPRAY, John G. a ARANAS, Clodualdo. *Microstructure Evolution, Mechanical Properties and Deformation Behavior of an Additively Manufactured Maraging Steel*. Online. Materials. 2020, roč. 13, č. 10. ISSN 1996-1944. Dostupné z: <https://doi.org/10.3390/ma13102380>. [cit. 2024-05-12].
- [17] KUČEROVÁ, Ludmila, Karolína BURDOVÁ, Štěpán JENÍČEK a Iveta CHENA. *Effect of solution annealing and precipitation hardening at 250 °C–550 °C on microstructure and mechanical properties of additively manufactured 1.2709 maraging steel* [online]. [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141195](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141195)
- [18] KEMPEN, K.; YASA, E.; THIJS, L.; KRUTH, J.-P. a VAN HUMBEECK, J. *Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel*. Online. Physics Procedia. 2011, roč. 12, s. 255-263. ISSN 18753892. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.033>. [cit. 2024-05-12].
- [19] LALIBERTÉ-RIVERIN, Simon; YASSINE, Sarah R.; MENA-MORCILLO, Emmanuel; SANI, Kashim; COVA, Matteo et al. *Microstructure, corrosion behavior, and fatigue resistance of laser powder bed fusion-produced precipitation-hardening martensitic M789 stainless steel*. Online. Surfaces and Interfaces. 2024, roč. 45. ISSN 24680230. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2023.103830>. [cit. 2024-05-12].
- [20] Additive Manufacturing Powder M789 AMPO/FE-BASED ALLOYS. Voestalpine BÖHLER Edelstahl GmbH & Co KG [online]. [cit. 2023-12-07]. Dostupné z: https://www.boehler-edelstahl.com/app/uploads/sites/92/2023/11/productdb/api/m789-ampo_en.pdf
- [21] HAGHDADI, Nima, Majid Laleh, Maxwell LALEH, Maxwell MOYLE a Sophie PRIMIG. *Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges* [online]. 2020 [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-020-05109-0>
- [22] JÍŠA, David. *VLIV SMĚROVOSTI STRUKTURY NA ÚNAVOVÉ VLASTNOSTI TVÁŘENÉ AL SLITINY*. Online, Diplomová práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ, 2009. Dostupné z: https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=17556. [cit. 2024-05-12].
- [23] PALAD, Robert; TIAN, Yuan; CHADHA, Kanwal; RODRIGUES, Samuel a ARANAS, Clodualdo. *Microstructural features of novel corrosion-resistant maraging steel manufactured by laser powder bed fusion*. Online. Materials Letters. 2020, roč. 275. ISSN 0167577X. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128026>. [cit. 2024-05-12].
- [24] PRŮBĚŽNÁ ZPRÁVA PROJEKTU FW03010323: *Výzkum a vývoj tvarových forem z vytvrzitelných ocelí pro lití zinkových slitin při aplikaci moderních technologií aditivní výroby, tepelného zpracování, povrchových úprav a numerických simulací*, 2022.

- [25] ČSN ISO 9276-1 (259602). *Vyjadřování výsledků analýzy velikosti zrn. Část 1: Grafické znázornění*. Český normalizační institut, 1994. Třídící znak 259602.
- [26] IAMS, A.D.; GAO, M.Z.; SHETTY, A. a PALMER, T.A. *Influence of particle size on powder rheology and effects on mass flow during directed energy deposition additive manufacturing*. Online. Powder Technology. 2022, roč. 396, s. 316-326. ISSN 00325910. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.10.059>. [cit. 2024-05-12].
- [27] ŠULC, Marek. *Testy mechanických vlastností vrstveného materiálu*. Online, Bakalářská práce. Technická univerzita v Liberci. Dostupné z: <https://dspace.tul.cz/server/api/core/bitstreams/8177fb73-4f47-45ec-90c7-1e3e9acc46d2/content>. [cit. 2024-05-12].
- [28] ČSN EN ISO 6892-1 (420310). *Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty*. Evropský výbor pro normalizaci, 2021. Třídící znak 420310
- [29] HAGHDADI, Nima, Majid Laleh, Maxwell LALEH, Maxwell MOYLE a Sophie PRIMIG. *Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges* [online]. 2020 [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-020-05109-0>
- [30] CONDE, F.F.; ESCOBAR, J.D.; OLIVEIRA, J.P.; JARDINI, A.L.; BOSE FILHO, W.W. et al. *Austenite reversion kinetics and stability during tempering of an additively manufactured maraging 300 steel*. Online. Additive Manufacturing. 2019, roč. 29. ISSN 22148604. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100804>. [cit. 2024-05-12].
- [31] CHEN, Wei; LUAN, J.H.; XU, Lianyong; HAN, Yongdian; ZHAO, Lei et al. *Reversed austenite in additively manufactured martensitic stainless steel*. Online. Materials Science and Engineering: A. 2022, roč. 834. ISSN 09215093. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142597>. [cit. 2024-05-12].
- [32] LALEH, Majid, Esmail SADEGHI, Reynier I. REVILLA, et al. *Heat treatment for metal additive manufacturing* [online]. [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.101051](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.101051)
- [33] ANDER VOORT, George Frederic, G.M. LUCAS a E.P. MANILOV. *Metallography and microstructures of stainless steels and maraging steels* [online]. 2004 [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/284097654_Metallography_and_microstructures_of_stainless_steels_and_maraging_steels
- [34] CHAO, Qi, Sebastian THOMAS, Nick BIRBILIS, Pavel CIZEK, Peter D. HODGSON a Daniel FABIJANIC. *The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel* [online]. [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141611](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141611)

- [35] ZHONG, Yuan, Leifeng LIU, Stefan WIKMAN, Daqing CUI a Zhijian SHEN. *Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting* [online]. [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.12.034](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.12.034)
- [36] Standard Hardness Conversion Tables for Metals, E 140 – 97