



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV KONSTRUOVÁNÍ

INSTITUTE OF MACHINE AND INDUSTRIAL DESIGN

**TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ MARAGING OCELI VYROBENÉ
TECHNOLOGIÍ SLM**

HEAT TREATMENT OF MARAGING STEEL PROCESSED BY SLM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Jakub Valenta

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D.

BRNO 2018

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav konstruování
Student: **Jakub Valenta**
Studijní program: Strojírenství
Studijní obor: Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce: **doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D.**
Akademický rok: 2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Tepelné zpracování maraging oceli vyrobené technologií SLM

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Výroba segmentů forem pneumatik vyžaduje využití náročných technologických procesů (přenesení tvarů přes několik otiskových forem), které jsou značně finančně náročné a limitují tvarovou komplikovanost drážek pneumatiky. Moderní výrobní procesy již využívají lamely pro otisk drážek pneumatiky, jenž jsou vyrobené aditivní technologií z kovového prášku. Další technologickou výzvou je výroba celých segmentů formy, které obsahují vnitřní strukturu pro odlehčení a chlazení.

Typ práce: výzkumná

Cíle bakalářské práce:

Hlavním cílem je objasnit vliv různého tepelného zpracování na mechanické vlastnosti maraging oceli vyrobené technologií Selective Laser Melting.

Dílčí cíle bakalářské práce:

- identifikovat vliv různých tepelných cyklů na mechanické vlastnosti maraging ocelí,
- navrhnout experimentální tělesa, metody testování a vyhodnocení,
- experimentálně stanovit mechanické vlastnosti s různým tepelným zpracováním,
- analyzovat optimální tepelné zpracování s ohledem na mechanické vlastnosti.

Požadované výstupy: průvodní zpráva, fotografická dokumentace, laboratorní protokol, digitální data.

Rozsah práce: cca 27 000 znaků (15 – 20 stran textu bez obrázků).

Struktura práce a šablona průvodní zprávy jsou závazné:

http://dokumenty.uk.fme.vutbr.cz/BP_DP/Zasady_VSKP_2018.pdf

Seznam doporučené literatury:

KEMPEN, K., E. YASA, L. THIJSS, J.-P. KRUTH a J. VAN HUMBEECK. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel. Physics Procedia [online]. 2011, roč. 12, s. 255–263. ISSN 18753892. Získáno z: doi:10.1016/j.phpro.2011.03.033

SANZ, C. a V. GARCÍA NAVAS. Structural integrity of direct metal laser sintered parts subjected to thermal and finishing treatments. Journal of Materials Processing Technology [online]. 2013, roč. 213, č. 12, s. 2126–2136. ISSN 09240136. Získáno z: doi:10.1016/j.jmatprotec.2013.06.013

CASATI, R., LEMKE, J., MASNERI, C., VEDANI M. Influence of Heat Treatment Condition on Properties of 1.2709 Maraging Steel Fabricated by Selective Laser Melting. In: World PM2016 Congress Proceedings. [CD]. 2016.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Martin Hartl, Ph.D.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá studiem tepelného zpracování maraging oceli 1.2709 (DIN X3NiCoMoTi18-9-5). První část práce mapuje studie zabývající se vlivem tepelného zpracování na maraging ocel vyrobenou pomocí kování, nebo pomocí technologie Selective laser melting. Podle této části bylo navrženo tepelné zpracování, dle kterého byly ošetřeny vzorky vyrobené na zařízeních ProX 300 od firmy 3D Systems a M2 Cusing od firmy Concept Laser. Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti vzorků byl následně testován pomocí tahové zkoušky a metalografické analýzy. Výsledky testování obou sad vzorků byly porovnány vzájemně i s výsledky dalších studií a byl zhodnocen dopad předepsaného tepelného zpracování na materiál.

KLÍČOVÁ SLOVA

Additivní technologie, Selective laser melting (SLM), Maraging ocel 18Ni-300, Tepelné zpracování

ABSTRACT

The bachelor thesis deals with the study of the heat treatment of the maraging steel 1.2709 (DIN X3NiCoMoTi18-9-5). The first part of the work is survey of studies that focus on heat treatment of maraging steel made by forging or Selective laser melting technology. Based on that section, a heat treatment was designed by which the samples manufactured on ProX 300 from company 3D Systems and M2 Cusing from company Concept Laser were treated. The effect of heat treatment on the mechanical properties of the samples was subsequently tested by tensile testing and metallographic analysis. The test results of both sets of samples were compared with each other and with the results of other studies and the impact of the described heat treatment on the material was evaluated.

KEY WORDS

Additive technology, Selective laser melting (SLM), Maraging steel 18Ni-300, Heat treatment

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

VALENTA, J. *Tepelné zpracování maraging oceli vyrobené technologií SLM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 62 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D..

ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že tuto diplomovou práci jsem vypracoval samostatně, pod vedením Ing. Daniela Koutného, Ph.D. a s použitím literatury uvedené v seznamu zdrojů.

V Brně dne 18. května 2018

.....
Podpis autora

PODĚKOVÁNÍ

Především bych chtěl poděkovat vedoucímu práce Ing. Danielu Koutnému, Ph.D. za odborné vedení a odborné rady. Dále bych chtěl poděkovat lidem, kteří mi byli nápomocni při zpracování a testování vzorků. Nakonec bych chtěl poděkovat přátelům a rodině za podporu, rady a korekturu.

OBSAH

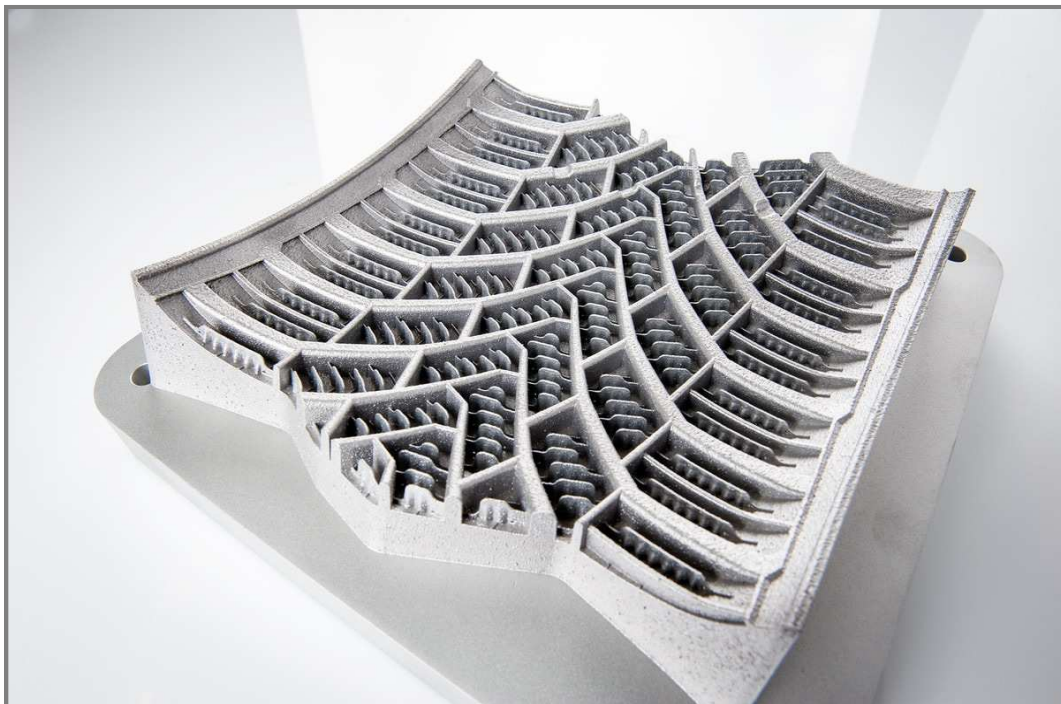
1 Úvod	12
2 Přehled současného stavu poznání	13
2.1 Výrobní technologie Selective Laser Melting	13
2.1.1 Faktory ovlivňující kvalitu	13
2.2 Maraging ocel	14
2.3 Výroba segmentů pneumatik	15
2.4 Studie vlivu strukturních parametrů	16
2.4.1 Vliv strukturních parametrů na mechanické vlastnosti	16
2.5 Studie tepelného zpracování	17
2.5.1 Vlastnosti materiálu SLM bez tepelného zpracování	17
2.5.2 Vlastnosti materiálu SLM po žhání 815–1150 °C	19
2.5.3 Vlastnosti materiálu po žhání a stárnutí při 430 °C	21
2.5.4 Vlastnosti materiálu SLM po žhání a stárnutí 480–490 °C	22
2.5.5 Vlastnosti materiálu po žhání a stárnutí při 580 °C	22
2.5.6 Vliv teplot stárnutí na mechanické vlastnosti	23
2.5.7 Množství navraceného austenitu vůči martenzitu	25
2.5.8 Matematický popis závislosti teplot stárnutí na tvrdosti	26
2.5.9 Význam určitých prvků chemického složení materiálu	27
2.5.10 Vlastnosti žháněného materiálu stejné výroby	27
3 Analýza problémů a cíl práce	30
3.1 Analýza problémů	30
3.2 Cíl bakalářské práce	32
4 Materiál a metody	33
4.1 Výrobní zařízení a zkušební tělesa	33
4.2 Použitý materiál	34
4.3 Tepelné zpracování	34
4.4 Analýzy použitého materiálu	40
4.4.1 Tahová zkouška	40
4.4.2 Metalografická analýza	41
5 Výsledky	42
5.1 Mikrostruktura SLM materiálu	42
5.2 Mechanické vlastnosti SLM materiálu	43
6 Diskuze	46
7 Závěr	48
9 Seznam použitých zkratk a symbolů	53
10 Seznam obrázků	54
11 Seznam tabulek	55
12 Seznam příloh	56
Příloha 1:	57
Příloha 2:	58
Příloha 3:	59
Příloha 4:	60
Příloha 5:	61
Příloha 6:	62

1 ÚVOD

Vzorek pneumatiky je tvořen tak, aby bylo dosaženo co největší přilnavosti k vozovce. Pro docílení maximální přilnavosti jsou především pneumatiky pro zimní období opatřeny zářezy. Tyto zářezy se vytvářejí pomocí lamel, které jsou vloženy do formy. Lamely musí odolávat silám na ně působícím ve výrobním procesu, a proto je důležitý výběr vhodného materiálu. V současné době se zdá být nejvhodnějším materiálem maraging ocel.

Maraging ocel kombinuje dobré mechanické vlastnosti, kterými jsou vysoká pevnost a houževnatost, dobrá svařitelnost a rozměrová stálost během tepelného zpracování. Materiál je vhodný do mírně zvýšených provozních teplot. Hlavní využití těchto ocelí spočívá ve stavbě letadel a v leteckém průmyslu obecně, kde jsou velmi důležitým faktorem mechanické vlastnosti a svařitelnost. Mezi další důležité odvětví patří nástrojové aplikace, vyžadující vynikající opracovatelnost. Kvůli zmíněným vlastnostem jsou ocele vhodné pro použití v aditivních výrobních procesech, jako je například Selective Laser Melting (SLM).

Selective Laser Melting, řadící se do aditivních výrobních technologií, je systém pro výrobu dílů přímo z CAD dat. Aditivní technologie se používají především pro tvorbu modelů či prototypů, s postupným vývojem techniky a přesnějším popisem vlivů působících v průběhu výrobního procesu se tato technologie čím dál víc zaměřuje na výrobu výsledných dílů. Hlavní výhodou je možnost tvořit výrobky se složitou strukturou, kterou by bylo velmi obtížné, v některých případech zcela nemožné, vyrobit pomocí konvenčních metod. Použití této technologie může také v některých případech zvýšit produktivitu.



Obr. 1-1 Segment formy pneumatiky vyrobené technologií SLM [1]

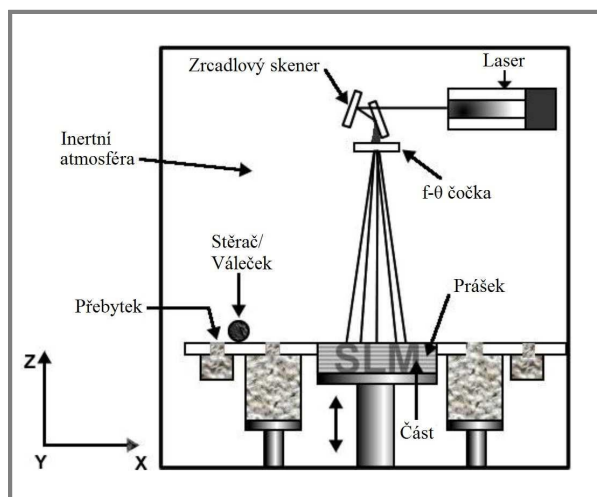
2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

2

2.1 Výrobní technologie Selective Laser Melting

2.1

Hlavní části zařízení jsou: řídicí systém, laser, lože, uzavřený prostor s ochrannou atmosférou a zásobník prášku.



Obr. 2-1 Schéma procesu SLM [2]

Proces 3D tisku začíná exportem potřebných dat do výrobního zařízení. Tato data obsahují model a nastavení přístroje, jako jsou výkon laseru, rychlost a způsob šrafování, tloušťka vrstvy prášku a další. Schématické zobrazení zařízení je ukázáno na Obr. 2-1.

Samotný chod zařízení začíná nanášením vrstvy prášku na základní desku. Prášek je laserem nataven tak, aby vytvořil dvoudimenzionální průřez objektu podle CAD modelu. Jakmile je vrstva dokončena, lože klesne o tloušťku nataveného materiálu a je nanášena další vrstva prášku. Každá vrstva prášku je natavena tak, aby se spojila s předešlou. Jednotlivé vrstvy nakonec vytvoří požadovaný výrobek, který se dále zpracovává pro zlepšení drsností a mechanických vlastností.

2.1.1 Faktory ovlivňující kvalitu

2.1.1

SLM technologie ovlivňuje mnoho faktorů, které mají vliv na kvalitu výsledného produktu. Mezi které patří energie a průměr laserového paprsku, rychlost pohybu laseru, tloušťka vrstev prášku, míra překrytí dvou sousedících návarů, orientace součástí, šrafovací vzdálenost, složení a stálost ochranné atmosféry, gradient ochlazování součástí a vlastnosti použitého práškového materiálu. Hlavní faktory a jejich vztah popisuje rovnice [23]:

$$E = P / (v \cdot h \cdot t), [J \cdot mm^{-3}] \quad (1)$$

kde E je hustota energie laseru [$J \cdot mm^{-3}$], P je výkon laseru [W], v je rychlost laseru [$mm \cdot s^{-1}$], h je šrafovací vzdálenost [mm] a t je tloušťka vrstvy [mm].

2.2 Maraging ocel

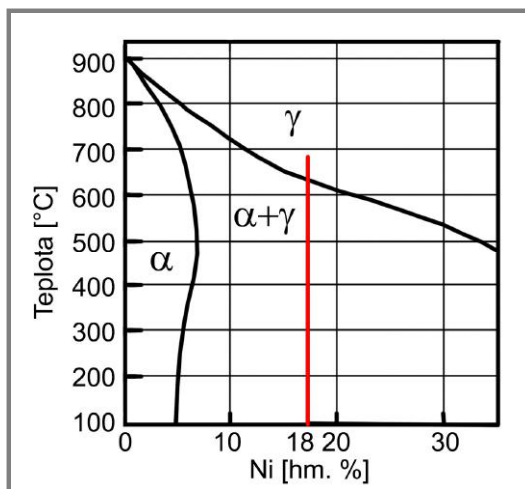
Maraging ocel patří do vysokopevnostních ocelí vhodných pro práci za tepla. Od většiny ocelí se však liší tím, že obsahuje takřka minimum uhlíku. Pro využití svých potenciálních mechanických vlastností musí být tato ocel tepelně zpracována. Při výrobě lze využít dva pevnostní stavy materiálu, a to stav před stárnutím a stav po stárnutí. Materiál před stárnutím dosahuje nižší tvrdosti, tj. asi 35 HRC, která je vhodnější pro obrábění. Po stárnutí je tvrdost navýšena až na 58 HRC.

V Tab. 1 jsou vypsané základní prvky chemického složení 18Ni-300 neboli DIN X3NiCoMoTi18-9-5. Materiál se skládá asi ze dvou třetin železa, vysokého obsahu niklu, kobaltu a také molybdenu. V menším zastoupení, ale také důležitém vzhledem ke změnám materiálové struktury při tepelném zpracování, jsou obsahy titanu, hliníku, manganu a křemíku. Materiál také obsahuje stopové množství uhlíku, fosforu a síry.

Tab. 1 Chemické složení 18Ni-300

Fe	64.6–69.35 hm %	Al	0.05–0.15 hm %
Ni	17–19 hm %	Cr	<0.5 hm %
Co	8.5–11 hm %	C	<0.03 hm %
Mo	4.5–6 hm %	Mn, Si	<0.1 hm %
Ti	0.8–1.2 hm %	P, S	<0.01 hm %

Na Obr. 2-2 je vyobrazen binární rovnovážný diagram Fe-Ni, v němž je zakresleno hmotnostní procento niklu v maraging oceli. Lze pozorovat, že nad teplotou asi 650 °C se nachází austenit. V této oblasti probíhá žíhání materiálu, jež je zakončeno kalením k dosažení martenzitické struktury. [35]



Obr. 2-2 Binární rovnovážný diagram Fe-Ni [34]

2.3 Výroba segmentů pneumatik

2.3



Obr. 2-3 Polymerní materiál s lamelami [4]

Odlévací forma pneumatiky se skládá ze segmentů, které se kruhově skládají do kontejneru. Právě tyto části formy vytvářejí dezén pneumatiky s drážkami. V současné době je jejich výroba uskutečněna pomocí přenášení otisků z jednoho materiálu na druhý. Tento proces je velmi složitý.

Výroba segmentu začíná na frézce, kde se obrábí polymerní materiál, tzv. umělé dřevo. Vytvoří se tvar povrchu pneumatiky s drážkami, do těchto drážek se vloží mezioperační lamely (Obr. 2-3), které slouží jen pro vytvoření drážek v následném otisku. Tento otisk je vytvořen ze speciální silikonové hmoty. Vytvořené drážky v silikonovém odlitku pomocí mezioperačních lamel se osadí konečnými lamelami, které již budou sloužit k samotnému odlévání pneumatiky. Ze silikonového otisku se vytvoří sádrový odlitek, přitom se lamely přenesou do sádry. Na sádrových odlitcích se provádí povrchové a tvarové úpravy. Z vyrobených částí ze sádry se sestaví kruhová forma, pomocí níž je vyroben hliníkový odlitek. Lamely zůstávají přeneseny v hliníku, tento odlitek se dělí na surové segmenty. Následně se na těchto surových segmentech provádí dokončovací operace pomocí frézky a vrtačky. Dokončené segmenty spolu tvoří výslednou odlévací formu pneumatiky.

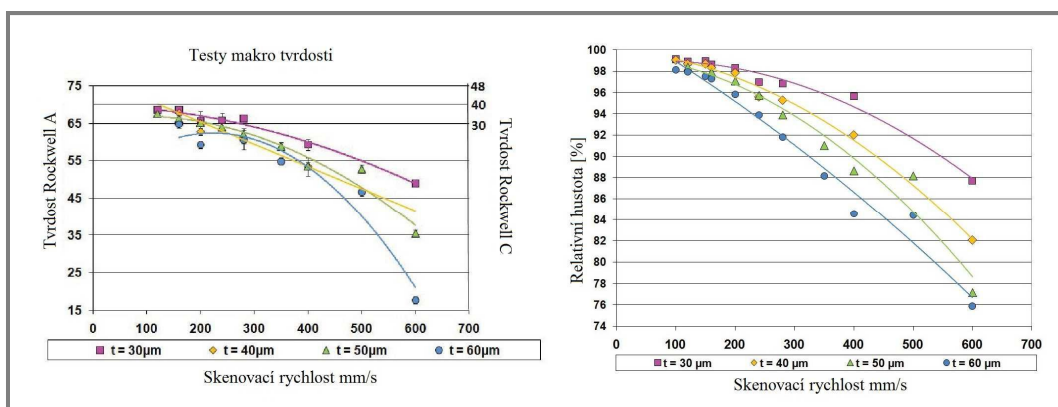
Používaný materiál u méně tvarově složitých lamel je nerezová ocel, u složitějších tvarů se používá maraging ocel, jež dosahuje vyšší pevnosti v tahu.

2.4 Studie vlivu strukturních parametrů

2.4.1 Vliv strukturních parametrů na mechanické vlastnosti

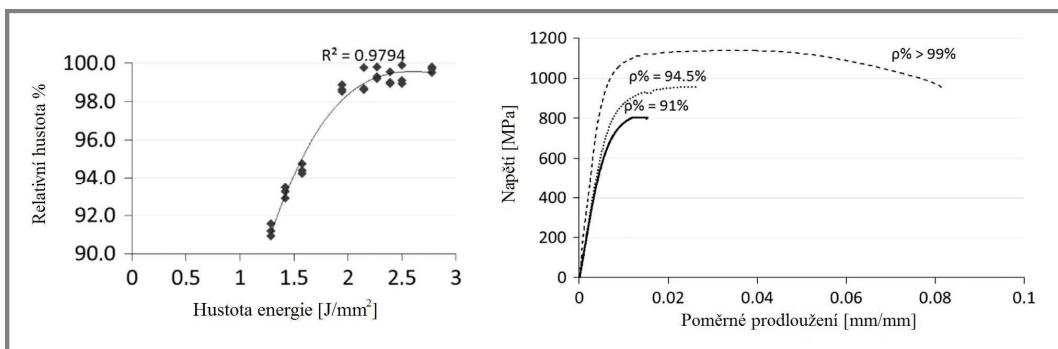
Mechanické vlastnosti materiálu vyrobeného pomocí technologie SLM mohou být ovlivněny tepelným zpracováním, avšak při testování mechanických vlastností se také promítá stavba vzorku, která tvoří jeho strukturu. Jelikož je tepelné zpracování v některých případech posuzováno pomocí mechanických zkoušek, je vhodné také analyzovat strukturu vyrobeného dílu. Důležitým parametrem u materiálu vyrobeného pomocí technologie SLM je pórovitost.

Pórovitost je parametr, jenž velkou měrou ovlivňuje mechanické vlastnosti. Závislostí pórovitosti na makrotvrdosti se zabývá studie Kempen a kol. [5]. Pórovitost materiálu popsána relativní hustotou je výrazně ovlivněna procesními parametry SLM, mezi které patří tloušťka vrstvy a skenovací rychlost. S rostoucí pórovitostí klesá makrotvrdost (Obr. 2-4). Mikrotvrdost není ovlivněna póry. Každá vrstva vzorku byla při výrobě dvakrát přetavena kvůli minimalizaci pórovitosti. Přetavením už výsledné vrstvy se eliminuje velká část pórovitosti, následkem je zvýšení hustoty materiálu a to až na 99.4 %. Eliminace většiny pórů je důležitá, neboť mohou být iniciátory trhlin. Nevýhoda této procedury je zvýšení výrobního času.



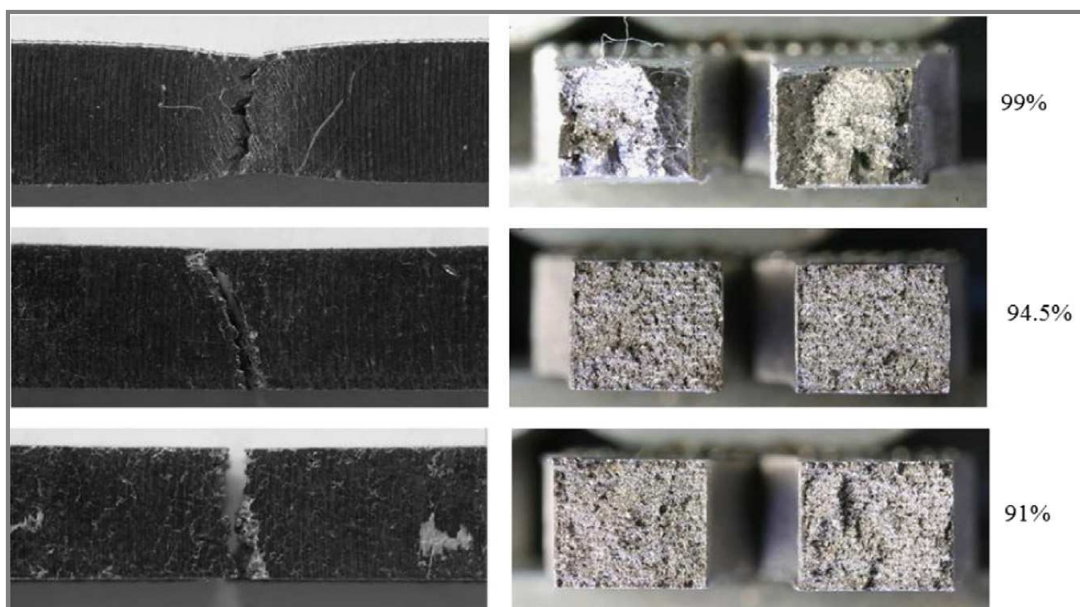
Obr. 2-4 Závislost procesních parametrů na tvrdosti vzorku [5]

Relativní hustota, která popisuje pórovitost materiálu, závisí dle studie Casalino a kol. [6] a Yao a kol. [30] také na hustotě dodané energie od laseru (Obr. 2-5 vlevo).



Obr. 2-5 Relativní hustota materiálu vůči hustotě energie laseru (vlevo), tahový diagram (vpravo) [6]

Relativní hustota je přímo úměrná pevnosti v tahu (Obr. 2-4 vpravo). Na výsledcích tahové zkoušky lze pozorovat významný dopad relativní hustoty na mez pevnosti a prodloužení. Obr. 2-6 ukazuje rozdíl lomů z tahové zkoušky. Dá se předpokládat, že póry zde plní funkci koncentrátorů napětí. U vzorků s relativní hustotou 99 % se před porušením soudržnosti vytvořil znatelný krček symbolizující tvárný lom, oproti vzorkům s relativní hustotou 94,5 % a 91 %, kde nastal křehký lom.



Obr. 2-6 Vzorky maraging oceli po tahové zkoušce [6]

Podobně zaměřeným tématem se také zabývá studie Santos a kol. [7], kde srovnávají skenovací rychlosti srovnatelně se studií [5]. Se zvyšující se rychlostí skenování roste pórovitost, v jejímž důsledku klesá tvrdost, mez pevnosti v tahu a prodloužení. Závislost relativní hustoty na pevnosti a tvrdosti je srovnatelná se studiemi [6] a [5].

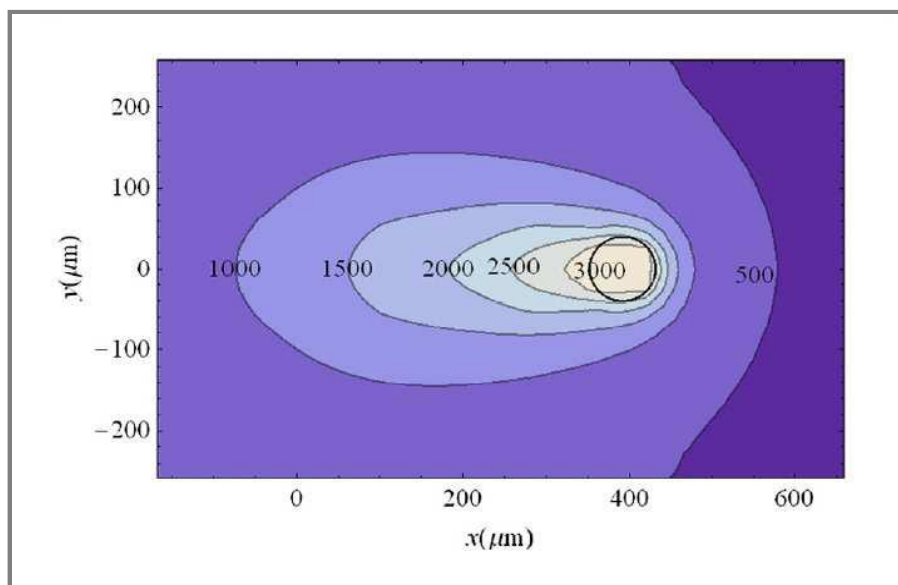
2.5 Studie tepelného zpracování

2.5

2.5.1 Vlastnosti materiálu SLM bez tepelného zpracování

2.5.1

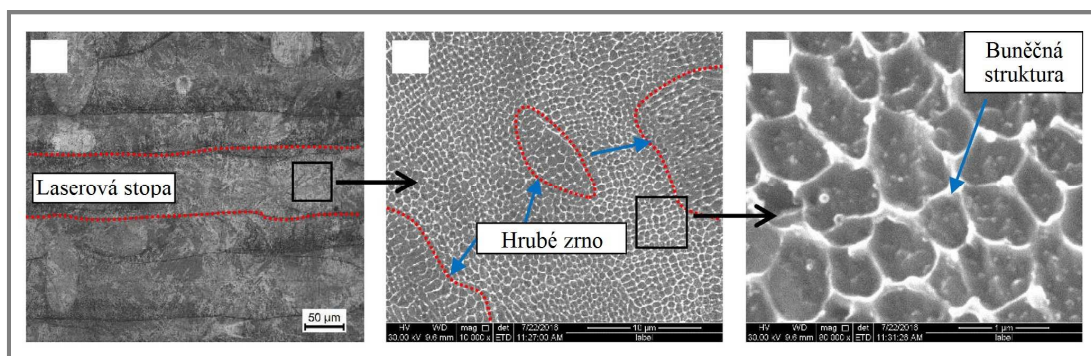
Studie Yingli a kol. [3] zobrazuje pohledem shora na základní desku rozložení teplot při výrobním procesu SLM (Obr. 2-7). Jedná se o pohyb laserového paprsku, kde kroužek ve středu označuje místo dopadu paprsku, kde je teplota 3000 °C. Chlazení probíhá vedením tepla do materiálu okolo tavné lázně. Vzájemný vztah teploty celého vyrobeného dílu a teploty tavné lázně ovlivňuje růst zrn.



Obr. 2-7 Rozložení teplot při SLM [3]

Rozdílnost růstu zrn vzhledem k teplotnímu gradientu a poloze k tavné lázni ukazuje práce Tan a kol. [8]. Ve studii jsou popsány dva rozdílné typy zrn. První typ zrn jsou volně rostoucí zrna buněčné struktury tuhnoucí uvnitř tavné lázně, kde je tepelný gradient nízký. Druhý typ zrn jsou zrna nacházející se na okraji tavné lázně, kde je tepelný gradient maximální a struktura je tvořena sloupcovými dendrity. Mikrostruktura je ovlivněna především rychlostí ochlazování, teplotním gradientem, množstvím energie dodané laserem, překryvem stop laseru a rozměrem tavné lázně.

Vytvořenou strukturu jako buněčnou popisuje Bai a kol. [9], Mutua a kol. [10] a Casati a kol. [11]. Na Obr 2-8 lze vidět stopy po laseru. Při bližším pohledu lze rozpoznat buněčnou strukturu, v níž jsou rozdílné tvary zrn, které jsou zapříčiněny odlišným místem vzniku vzhledem k tavné lázni. Tato struktura se liší od konvenčně vyrobené maraging ocele kováním. Vnitřek zrn je tvořen martenzitem a okraje buněčné struktury zrn jsou tvořeny z titanu, niklu, molybdenu a kobaltu, dle naměřených hodnot z elektronového disperzního spektrometru (EDS).



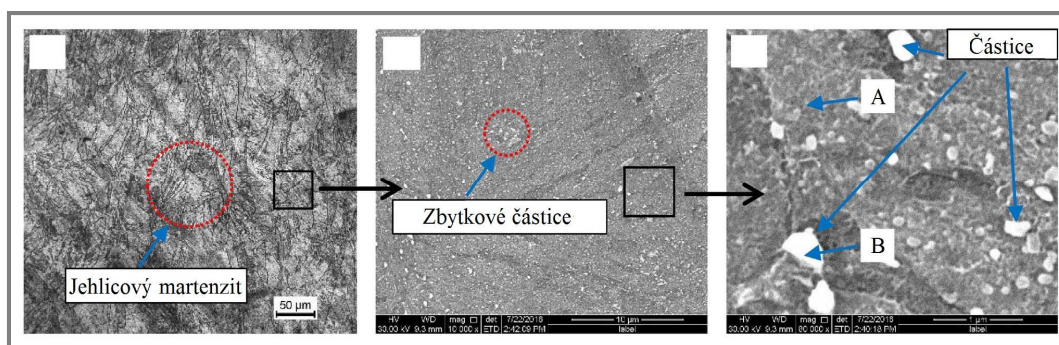
Obr. 2-8 Mikrostruktura vzorku SLM bez tepelného zpracování [9]

2.5.2 Vlastnosti materiálu SLM po žíhání 815–1150 °C

2.5.2

Mikrostruktura materiálu

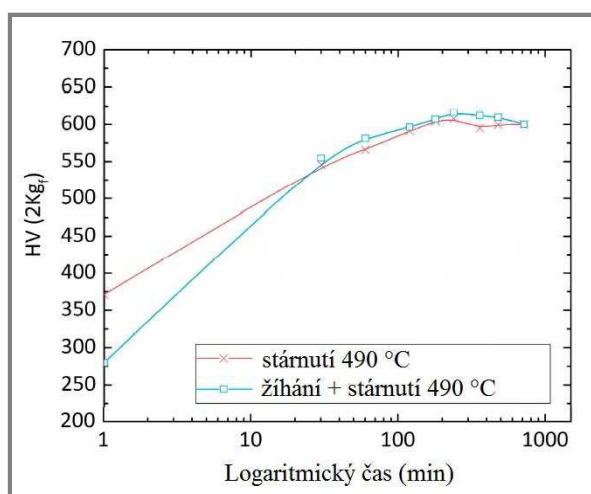
Po 1 h žíhání na teplotě 840 °C se na místě stop po chodu laseru dle studií Bai a kol. [9] a Mutua a kol. [10] vytvoří jehlicový martenzit. Buněčná struktura vymizí, hranice zrn, které byly tvořeny titanem, niklem, molybdenem a kobaltem, jsou částečně rozpuštěny v mřížce. Zbytkové částice dle elektronového disperzního spektrometru (EDS) obsahují vyšší množství molybdenu. Množství rozpuštěných částic je ovlivněno dobou a teplotou žíhání (Obr. 2-9).



Obr. 2-9 Mikrostruktura vzorku SLM po žíhání [9]

Vliv žíhání na tvrdost materiálu podrobeného stárnutí

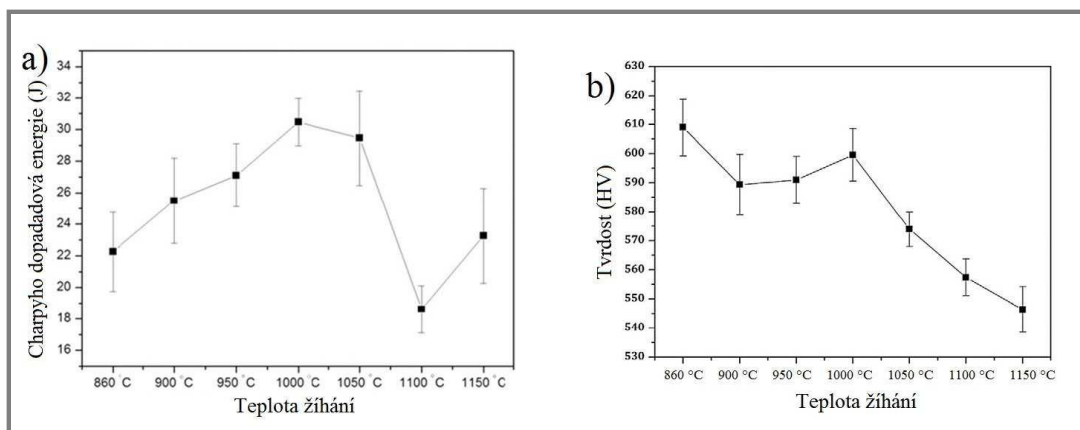
Část studie Casati a kol. [11] se věnuje významu žíhání jako mezioperaci v tepelném zpracování na tvrdost. Na vzorcích byl sledován rozdíl v tvrdosti mezi materiálem bez žíhání a materiálem s žíháním po dobu 30 min na teplotě 815 °C. Tepelná úprava u všech vzorků končila stárnutím na teplotě 490 °C. Hodnoty tvrdostí za časové intervaly jsou zapsány v Obr. 2-10. Lze pozorovat, že počáteční rozdíly zapříčiněný zmíněným žíháním, které činí 11 HRC, vymizí za 30 min stárnutí. Z výsledků studie vyplývá, že uplatnění žíhání jako část tepelného zpracování nemá pro tvrdost výsledného materiálu význam. Srovnatelné hodnoty meze pevnosti a tvrdosti s žíhaným materiálem potvrzují i studie [5], [16].



Obr. 2-10 Vliv krátkého žíhání na tvrdost [11]

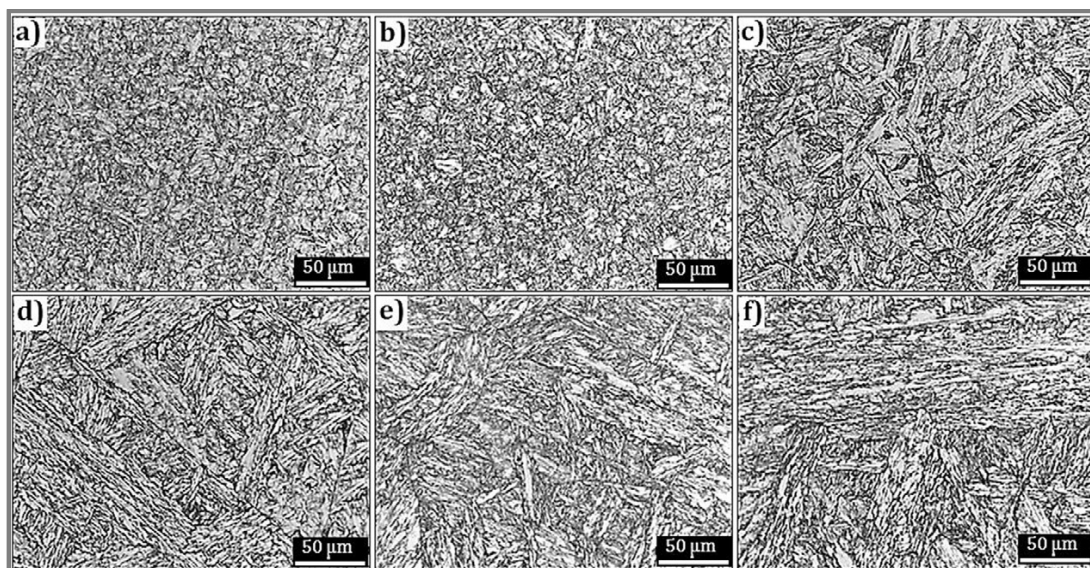
Vliv žíhání na vrubovou houževnatost a tažnost stárnutého materiálu

Teplotami žíhání se zabývala studie Masoumi a kol. [12], avšak vzorky byly vyrobeny vakuovým indukčním tavením (VIM), vakuovou obloukovou rafinací (VAR) a následným kováním. Materiál je podroben žíhání v teplotách 860–1150 °C po dobu 1 h, chlazen vodou a stárnut při 480 °C po dobu 3 h. Nejvhodnější tepelné zpracování podle této práce je žíhání v teplotě 1000 °C po dobu 1 h a stárnutí při 480 °C po dobu 3 h. Vrbová houževnatost je maximální při zanedbatelném poklesu tvrdosti (Obr. 2-11 b), avšak u vyšších teplot 1050–1150 °C se objevuje výrazný pokles Charpyho dopadové energie (Obr. 2-11 a). Zmíněné chování je dle studie způsobeno orientací zrn. S nárůstem vrbové houževnatosti má dle studie také dojít k nárůstu tažnosti.



Obr. 2-11 Závislost žíhacích teplot na a) houževnatost a b) na tvrdosti vzorku [12]

Velikost a tvar zrn lze pozorovat na Obr. 2-12. S narůstající teplotou žíhání, roste také velikost austenitických zrn, tyto zrna jsou po ochlazení přeměněny na martenzit.



Obr. 2-12 Mikrostruktura po 1 h žíhání na a) 900 °C, b) 950 °C, c) 1000 °C, d) 1050 °C, e) 1100 °C, f) 1150 °C a 3 h stárnutí při teplotě 480 °C [12]

Vliv samotného žíhání na vnitřní napětí

Vliv žíhání na vnitřní napětí ukazuje část práce Becker a Dimitrov [13]. Tepelné zpracování je provedeno ve formě žíhání. Postup žíhání začíná ohřevem vzorku rychlostí 200 °C/h na teplotu 830 °C, výdrž 1 h a ochlazení na vzduchu pokojové teploty. Vzorky jsou poté podrobeny měření zbytkového napětí pomocí vrtání otvorů vysokorychlostním vrtákem. Ten odhaluje důsledky žíhání na materiál.

V Tab. 2 lze vidět znatelný pokles průměrného zbytkového napětí díky žíhání, a to na vzorcích jak s jedním, tak s dvojitým přetavením. Ztráta vnitřního napětí po žíhání zapříčinila dle studie [9] mírný pokles mikrotvrdosti a nárůst vrubové houževnatosti.

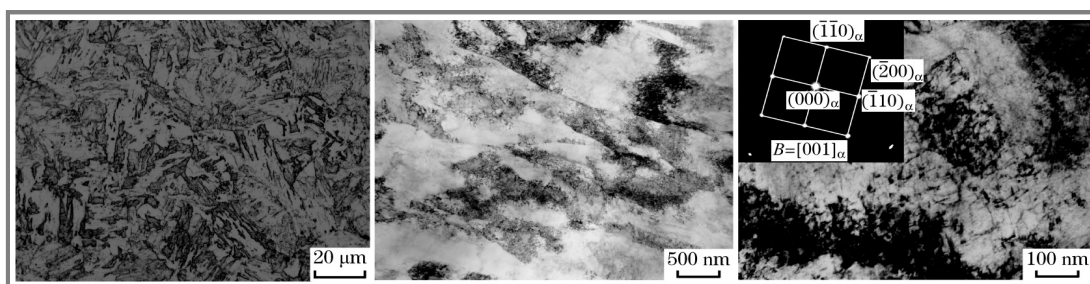
Tab. 2 Průměrné zbytkové napětí [13]

Způsob stavby vzorku	Průměrné $\sigma_{\max}$ (MPa) bez TZ	Průměrné $\sigma_{\max}$ (MPa) žíháno	Průměrný pokles napětí (%)
Dvojité přetavení	455 ± 91	102 ± 18	-76
Jedno přetavení	720 ± 142	121 ± 21	-83

2.5.3 Vlastnosti materiálu po žíhání a stárnutí při 430 °C

2.5.3

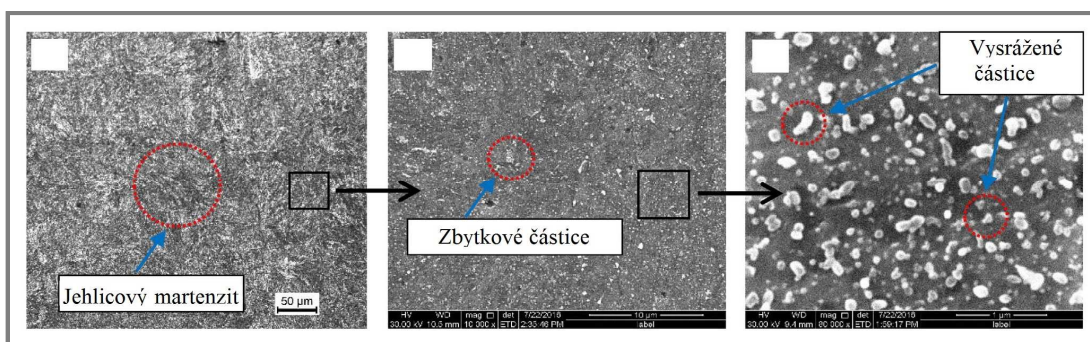
Mikrostruktura kovu ve vzorcích připravených žíháním na teplotě 840 °C po dobu 1 h a stárnutím na teplotě 430 °C po dobu 4 h se podle studie Yang a kol. [14] skládá z martenzitické matrice (Obr. 2-13), minimálního množství zbytkového austenitu a minimálního množství precipitátů. Množství austenitu a precipitátů je zapříčiněno nízkou teplotou stárnutí a předchozím žíháním. Vzorek byl vyroben svařováním wolframovou elektrodou v ochranné atmosféře argonu (TIG, WIG) z materiálu C300, avšak dle studie Sakai a kol. (2015) [32] má svár vyrobený laserem a wolframovou elektrodou srovnatelné vlastnosti. Vzorek má střední pevnost a vrubovou houževnatost vzhledem ke vzorkům studie, jenž byly stárnuty při teplotách 430–580 °C.



Obr. 2-13 Mikrostruktura žíhána a stárnutá při 430 °C [14]

2.5.4 Vlastnosti materiálu SLM po žíhání a stárnutí 480–490 °C

Zrna jehlicového martenzitu po žíhání a 6 h stárnutí na teplotě 480 °C ztrácí jasné hranice podle studii Bai a kol. [9] (Obr. 2-14). Množství rozpuštěného titanu, niklu a molybdenu v mřížce kvůli žíhání se opět odděluje, formují se Ni_3Mo , Fe_2Mo a Ni_3Ti . Precipitát Ni_3Ti má nejvyšší vliv na konečnou tvrdost. V materiálu je tedy zapotřebí příměs titanu a vysoký obsah niklu, jak je popsáno ve studii Galindo-Nava a kol. [15], kde byl ověřen růst Ni_3Ti v materiálu C300 podrobeného stárnutím. Zmíněný precipitát propůjčuje materiálu vysokou pevnost, ale také snižuje vrubovou houževnatost. To způsobuje čárový tvar precipitátu, který funguje jako iniciátor trhlin. Tohle chování uvádí práce Yang a kol. [14].

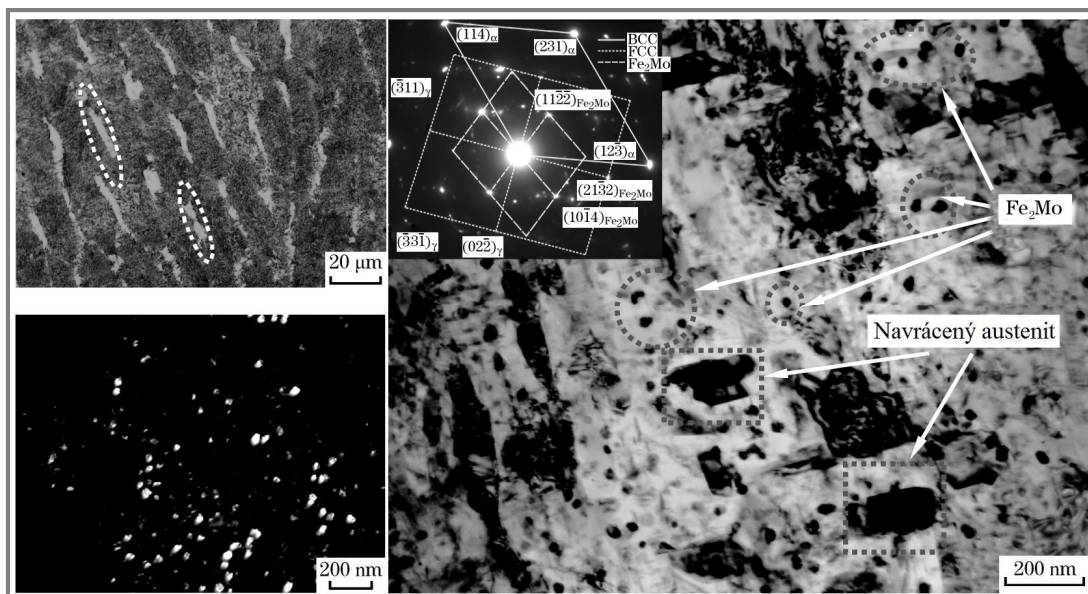


Obr. 2-14 Mikrostruktura žíhána a stárnutá při 480 °C [9]

Ve studiích [5], [15], [14], [16] se shodně dochází k závěru, že stárnutí v rozmezí teplot 480–490 °C pod dobu 4–6 h má za následek nárůst tvrdosti a pevnosti za snížení vrubové houževnatosti. Mechanické vlastnosti jsou srovnatelné s materiálem vyrobeným kováním.

2.5.5 Vlastnosti materiálu po žíhání a stárnutí při 580 °C

Precipitát Ni_3Ti je dle studie Yang a kol. [14] nahrazen precipitátem Fe_2Mo , který je stabilnější a má nižší Gibbsovu volnou energii. Velké množství austenitu vysráženého na hranicích zrn, které činí 30 %, zamezuje růstu trhlin (Obr. 2-15). Vzorek vykazuje vyšší vrubovou houževnatost, avšak za poklesu pevnosti. Vzorek byl vyroben z materiálu C300 pomocí svařování wolframovou elektrodou v ochranné atmosféře argonu (TIG, WIG), dále byl 4 h stárnut při teplotě 580 °C.



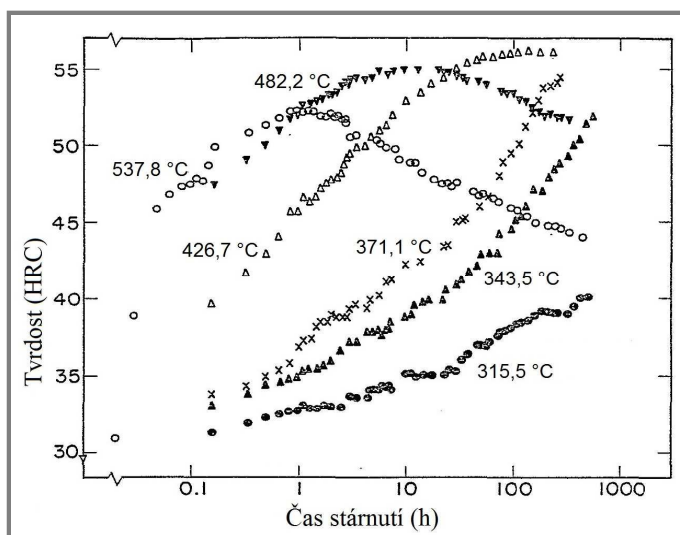
Obr. 2-15 Mikrostruktura žíhána a stárnutá při 580 °C [14]

2.5.6 Vliv teplot stárnutí na mechanické vlastnosti

2.5.6

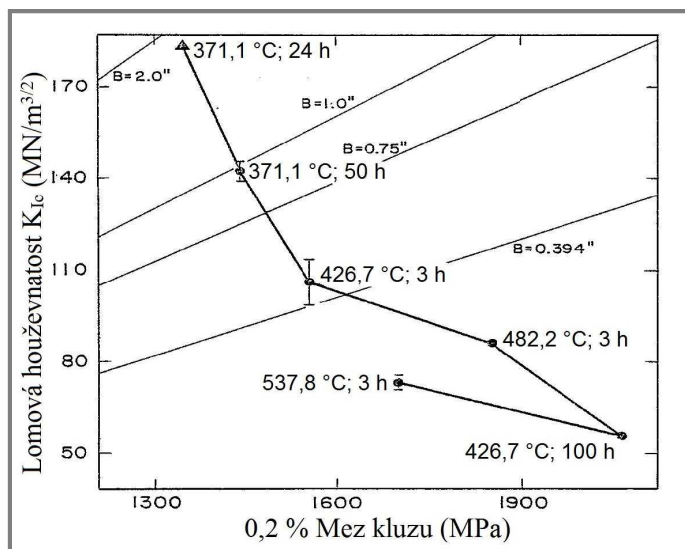
Teploty stárnutí u kovaného materiálu

Mechanické vlastnosti kovaného materiálu v závislosti na stárnutí popisuje studie Psioda a kol. [33]. Tvrdost v závislosti na teplotách stárnutí je vyobrazena na Obr 2-16. V daném časovém měřítku dosahuje největší tvrdosti materiál stárnut na teplotě 426,7 °C, avšak doba, za kterou je tato tvrdost dosažena, se pohybuje okolo 100 h. Za optimální teplotu stárnutí pro dosažení vysoké tvrdosti, a to v přiměřené době, lze považovat teplotu 482,2 °C.



Obr. 2-16 Tvrdost v závislosti na času stárnutí [33]

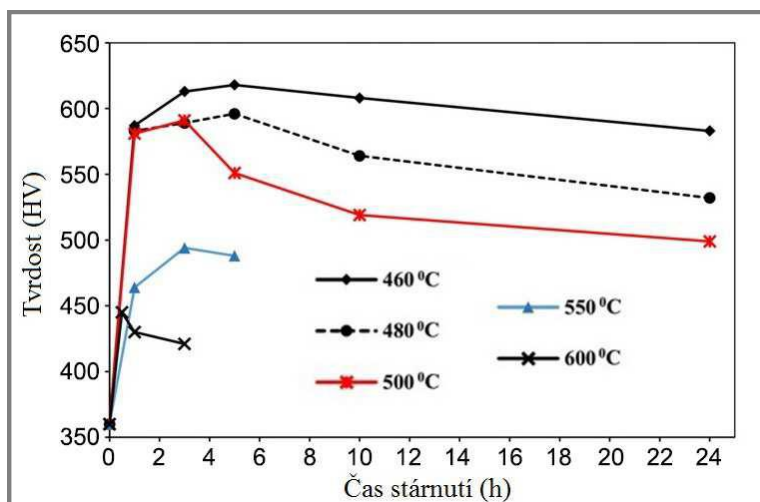
Studie [33] se také zabývá vrubovou houževnatostí v závislosti na mez kluzu. S rostoucí mezí kluzu roste tvrdost a klesá vrubová houževnatost (Obr. 2-17). Tato závislost je způsobena precipitáty po stárnutí, mezi které patří Ti_2S , $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$, TiC , Ni_3Ti , Fe_2Ti , FeTi , Fe_2Mo , Ni_3Mo a NiTi .



Obr. 2-17 Lomová houževnatost v závislosti na mez kluzu [33]

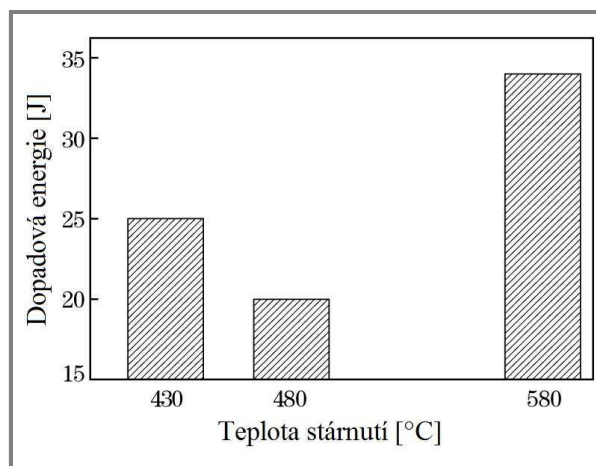
Teploty stárnutí u materiálu vyrobeného SLM

Studie Casati a kol. [11] a Mutua a kol. [10] popisují tvrdost vzorků v závislosti na teplotě a času stárnutí. Stárnutí ve studiích je provedeno při teplotách 460–600 °C po dobu 10 min až 8 h (Obr. 2-18). Vzorky v rozmezí teplot stárnutí 540–600 °C vykazují nižší tvrdost. Po několika minutách stárnutí tvrdost výrazně klesá, avšak v rozmezí teplot 460–500 °C je tvrdost znatelně vyšší a strmý pokles nenastává. Optimální hodnota tepelného zpracování byla určena na 5 h při 480 °C. Lze však dosáhnout také vyšší tvrdosti a to teplotou stárnutí 460 °C s delším časem stárnutí, ale zvýšení tvrdosti přitom není výrazné vzhledem k době stárnutí.



Obr. 2-18 Závislost teplot a času stárnutí na tvrdosti vzorku [10]

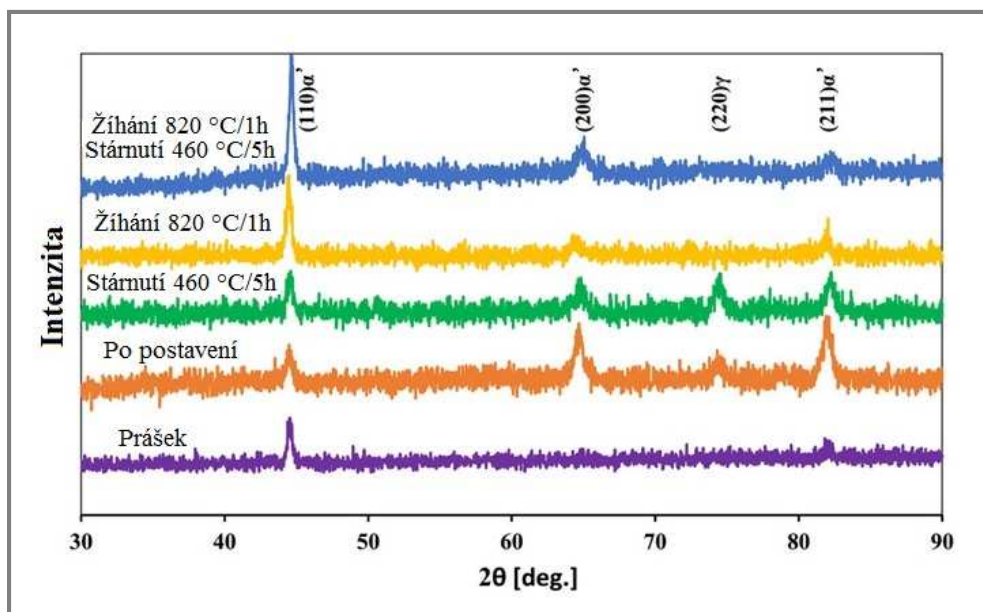
Vrubovou houževnatost v závislosti na teplotě a času stárnutí popisuje Yang a kol. [14]. Stárnutím na teplotě 430 °C dochází k precipitaci intermetalických prvků velmi pomalu, dle studie je materiál stárnut 4 h. Vzhledem k času stárnutí nedojde v materiálu k precipitaci většího množství precipitátů, které jsou příčinou výrazného vytvrzení. Až stárnutím na teplotě 480 °C dochází za 4 h k dostatečné precipitaci Ni_3Ti , jež způsobí výrazný pokles vrubové houževnatosti. Při 4 h stárnutí na teplotě 580 °C je množství precipitátu Ni_3Ti zastoupeno precipitátem Fe_2Mo za přítomnosti většího množství vysráženého austenitu, jenž zamezuje růstu trhlin. Vrubová houževnatost je výrazně zvýšena (Obr. 2-19).



Obr. 2-19 Závislost teplot a času stárnutí na houževnatosti [14]

2.5.7 Množství navraceného austenitu vůči martenzitu

Několik studií pomocí rentgenové difrakční analýzy (XRD) zjišťuje množství austenitu v maraging oceli vyrobené SLM vzhledem k různým tepelným úpravám. Již materiál po výrobě obsahuje dle studií Tan a kol. [8] a Mutua a kol. [10] určité množství austenitu, avšak po žíhání se v materiálu nevyskytuje, jelikož teploty žíhání jsou vyšší než teplota austenit finish. Ochlazením lze dosáhnout zcela martenzitické struktury. Samotné žíhání v rozmezí teplot 860–1100 °C po dobu 1 h má dle studie Masoumi a kol. [12] jen minimální vliv na navracený austenit. Je nevyhnutelné, že tento tuhý roztok se navrátí při procesu stárnutí. Ve studii Casati a kol. [11] jsou vyhodnocovány hodnoty stárnutí od 460–600 °C. Nejmenší zvýšení austenitu, a to o 4,17 %, bylo zaznamenáno po 8 h stárnutí na teplotě 460 °C. Nejvyšší zvýšení, a to o 9,92 %, bylo zaznamenáno po 8 h stárnutí na teplotě 540 °C. Jelikož obě stárnutí trvala stejnou dobu, rozdíl mezi teplotami stárnutí 80 °C zapříčinil zvýšení austenitu o 5,75 %. Z těchto výsledků lze pozorovat, že zvyšující se teplota napomáhá navracejícímu se austenitu. Tuto závislost potvrzuje i studie Yang a kol. [14]. Množství austenitu ve vzorcích bez tepelného zpracování po žíhání a po stárnutí lze pozorovat z výsledků rentgenové difrakční analýzy (XRD) na Obr. 2-20.



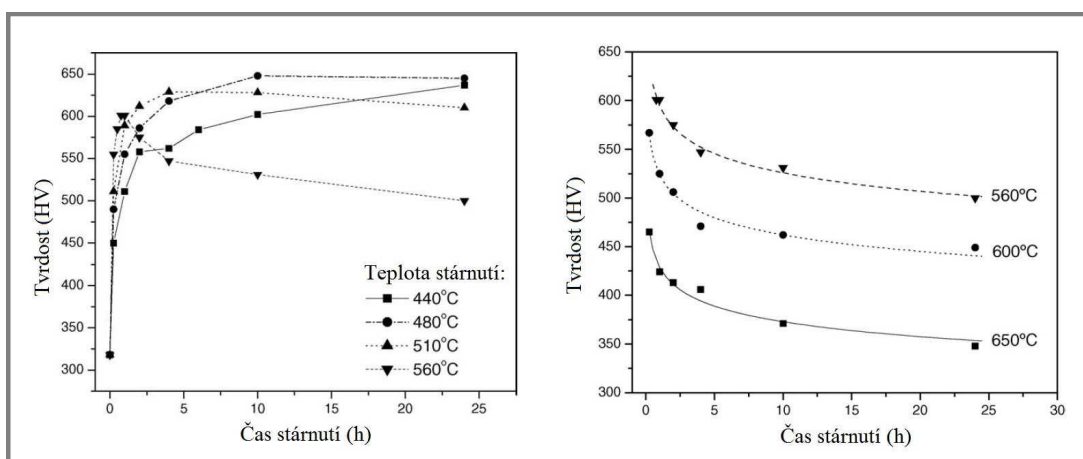
Obr. 2-20 Rentgenová difrakční analýza (XRD) [10]

2.5.8 Matematický popis závislosti teplot stárnutí na tvrdosti

Rovnice, které udávají závislost teplot stárnutí a tvrdosti, popsala studie Pardal a kol. [17]. Ocel však byla vyrobena kovářím. Vzorky jsou žhánuty v teplotě 900 °C 40 min, poté stárnuté v rozmezí teplot 440–650 °C. Tvrdost v závislosti na teplotě stárnutí je zobrazena na Obr. 2-21. V rozmezí teplot 440–560 °C je použit kinetický model stárnutí, sestávající z precipitačního vytvrzování slitiny. Popisuje ho Avramiho rovnice:

$$\Delta H = (K t)^n, [HV] \quad (2)$$

kde K je konstanta závislá na teplotě [h^{-1}], n je časový exponent mírně závislý na teplotě, ΔH popisuje změnu vytvrzení [HV], t je čas stárnutí [8].



Obr. 2-21 Závislost teplot stárnutí 440–650 °C na tvrdost (HV) [17]

Pro teploty přestárnutí 560–650 °C je použita rovnice:

$$H = H_1 \cdot t^p, [HV] \quad (3)$$

kde H znamená tvrdost [HV], t je čas stárnutí [8], H_1 je hodnota dosažené tvrdosti za jednu hodinu [HV], p popisuje negativní exponent času. Tato studie hlavně ověřuje matematický popis stárnutí, avšak ze zkoušek také vyplývá, že pevnostní chování odpovídá výsledkům ze studií [5], [15], [14], [11], [10].

2.5.9 Význam určitých prvků chemického složení materiálu

2.5.9

Nikl a titan

Obsah niklu a titanu v maraging oceli je velmi důležitý, neboť spolu precipitují v průběhu stárnutí na Ni_3Ti . Tyto precipitáty na bázi niklu se vytvářejí mnohem dříve než navracený austenit, jehož následný vznik je řízen obsahem niklu v mřížce po precipitaci. [18]

Kobalt a molybden

Kobalt slouží hlavně ke snížení molybdenu v martenzitické matici. Tím je dosaženo vyššího množství molybdenu pro tvorbu precipitátů [18], které tvoří spolu se železem Fe_2Mo [14]. Avšak ve většině materiálů, na nichž je aplikováno tepelné zpracování, není tento druh precipitátů vytvořen, neboť většinou je cílem vytvořit precipitáty Ni_3Ti , a k tomu je zapotřebí nižší teplota stárnutí než pro precipitát na bázi molybdenu. Molybden je feritotvorný prvek, neboť uzavírá oblast austenitu. Patří mezi středně silné karbidotvorné prvky, snižuje rozsah teplot martenzitické transformace a zvyšuje stabilitu martenzitu [19].

2.5.10 Vlastnosti žíhaného materiálu stejné výroby

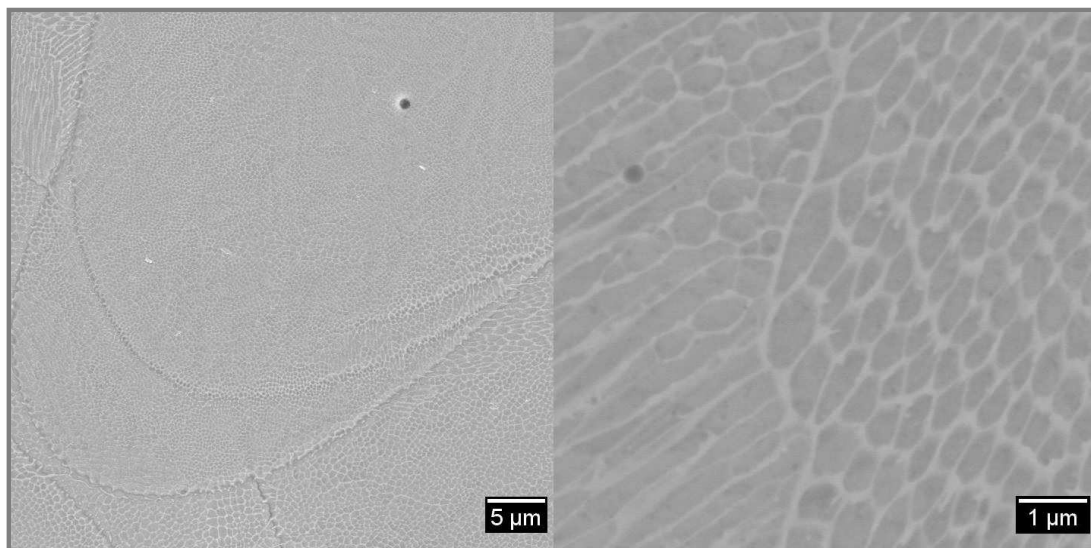
2.5.10

Výsledné mechanické vlastnosti ze studie [23] jsou vypsány v Tab. 3. Vzorky byly žíhány. Průměrná mez pevnosti všech vzorků z obou sérií činí 1145,3 MPa, průměrná hodnota poměrného prodloužení všech vzorků z obou sérií činí 8,1 %, průměrná tvrdost vzorků je 34,7 HRC. Tyto hodnoty jsou srovnatelné se studiemi [5], [6], [7], [8], [9], [11], [13], [21], kde TZ nebylo provedeno.

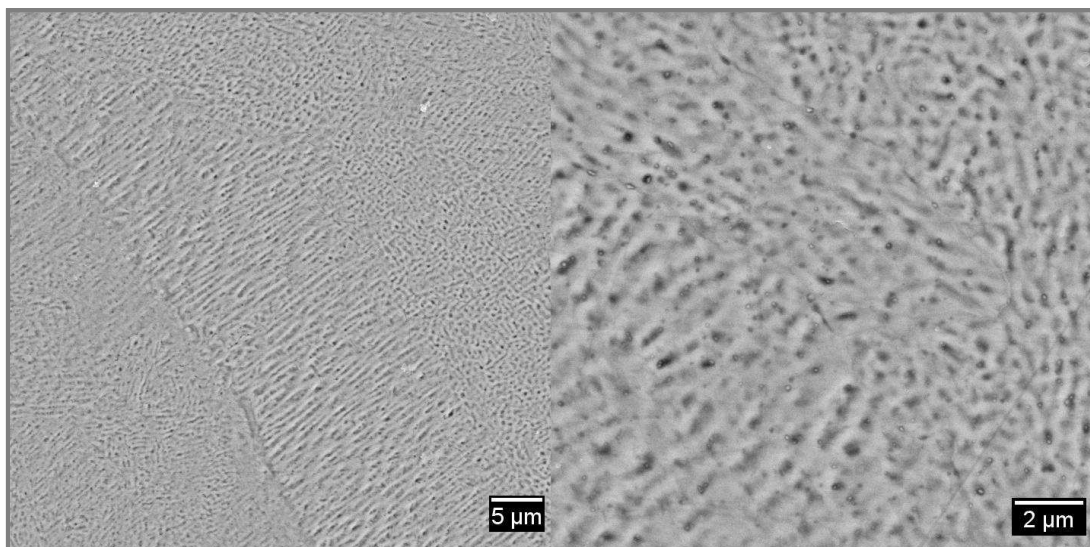
Tab. 3 Mechanické vlastnosti vzorků stejné výroby po žhání [23]

Vzorek	E [GPa]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]	H [HRC]
PXL - 1	171	786	1098	2,2	36,0
PXL - 2	180	847	1214	12,6	
PXL - 3	190	831	1213	13	
Průměr	180	821,3	1175	9,3	
M2 - 1	138	793	1105	4,4	33,3
M2 - 2	169	770	1127	11,0	
M2 - 3	149	837	1115	5,4	
Průměr	152	800	1115,7	6,9	
Celkový průměr	166	810,7	1145,3	8,1	34,7

Mikrostruktura materiálu ve studii [23] byla testována na vzorcích po výrobě a po tepelném zpracování. Vzorky byly vyrobeny na zařízení M2 Cusing. Na Obr. 2-22 je vyobrazena mikrostruktura materiálu po výrobě. Lze na ní pozorovat znatelnou buněčnou strukturu s různým tvarem zrn, jež je zapříčiněná rychlostí tuhnutí materiálu v oblasti tavné lázně.

**Obr. 2-22** Mikrostruktura vzorků po výrobě vyrobených na M2 Cusing [23]

Obr. 2-23 ukazuje, že po zvoleném tepelném zpracování původní buněčná struktura ztrácí své hranice.



Obr. 2-23 Mikrostruktura vzorků po tepelné upravě vyrobených na M2 Cusing [23]

3 ANALÝZA PROBLÉMŮ A CÍL PRÁCE

3.1 Analýza problému

Tepelné zpracování maraging oceli je velmi důležitý proces, při němž lze materiálu výrazně změnit jeho mechanické vlastnosti. Mezi ty hlavní patří pevnost a houževnatost. Tyto mechanické vlastnosti jsou však na sobě částečně závislé [5], [14], [33]. Tepelné zpracování začíná žíháním a končí stárnutím. V některých případech je žíhání vynecháno [5], [8], [11]. Tepelné zpracování je vhodné přizpůsobit požadovaným vlastnostem materiálu.

Žíhací teplota a teploty stárnutí

Materiál je žíhán pro stabilizaci struktury a následně ochlazen vzduchem [8], [13], [20], [21] či vodou [12] pokojové teploty. Zmíněné způsoby ochlazování nemají výrazný vliv na martenzitickou přeměnu [12], [17]. U technologie SLM se nachází v materiálu po výrobě zbytkové napětí, žíháním lze toto napětí výrazně zredukovat [13]. Teplota a čas žíhání ovlivňuje vlastnosti, které se promítají v dalším tepelném zpracování, teploty žíhání od 860 do 1100 °C nepodporují navrácení austenitu [12]. Žíháním může u materiálu vyrobeného kováním vzrůst vrubová houževnatost a tažnost za poklesu tvrdosti [12]. Mikrostruktura po žíhání je relativně měkká BCC martenzitická matrice jehlicového tvaru, jež nahradí buněčnou strukturu, která vznikla po výrobě [9], [10].

Stárnutí má hlavní dopad na mechanické vlastnosti. Při teplotě kolem 430 °C nedojde k větší precipitaci intermetalických prvků, které zapříčiňují hlavní vytvrzení [14]. Až při teplotě kolem 480 °C dochází za určitý časový interval k výraznému vzrůstu pevnosti a tvrdosti, avšak za poklesu vrubové houževnatosti [5], [8], [9], [10], [11], [12], [14], což je zapříčiněné především precipitací Ni_3Ti , který funguje jako iniciátor trhlin [14], [15]. Tvorba precipitátů Ni_3Ti je doprovázena vysrážením malého množství austenitu na hranici zrn [5], [11], [14]. U vyšších teplot kolem 580 °C dochází k nahrazení Ni_3Ti precipitátem Fe_2Mo , jelikož je při této teplotě stabilnější [14]. Také se na hranicích zrn vysráží větší množství austenitu, který zamezuje růstu trhlin. Vrubová houževnatost se zvýší, ale sníží se pevnost [14], [17]. Chlazení vzorků probíhá většinou na vzduchu pokojové teploty [8], [20], nebo s pomalým řízeným chlazením [12].

Tepelné zpracování

Charakteristiky materiálu vyrobeného technologií SLM se v některých aspektech liší od konvečně vyráběného materiálu kováním. Odlišnost se projevuje v mechanických vlastnostech. Jeden z hlavních rozdílů mezi materiálem vyrobeným technologií SLM oproti kování spočívá v pórovitosti, tu ovlivňuje více faktorů, mezi ty hlavní patří tloušťka vrstvy a také skenovací rychlost [5], [6], [7]. Další z rozdílů je znatelné zbytkové napětí v materiálu. Toto napětí zapříčiňuje deformaci a praskání vytvořené součásti po narušení celistvosti. Různorodost napětí v materiálu je ovlivněna rozdílným růstem zrn, tento růst je dán teplotním gradientem vytvořeným vztahem mezi již vytvořenou částí a tavnou lázní [8]. Žíhání redukuje vnitřní napětí na minimální hodnotu, následné zbytkové napětí nemá významný vliv na tahové vlastnosti [3], [13]. Srovnání tepelného zpracování vůči dosaženým mechanickým vlastnostem ve zmíněných studiích je vyobrazeno v Tab. 4.

Tab. 4 Srovnání dosažených mechanických vlastností ze studií

Technologie výroby dle studií či výrobců		Tepelné zpracování				Mechanické vlastnosti materiálu			
		Žíhání		Stárnutí		H	Rp _{0,2}	Rm	A
		čas	teplota	čas	teplota				
		[8]	[°C]	[8]	[°C]				
[13]	SLM	není		není		35	900	1010	8,3
[7]	SLM	není		není		36,5 ± 0,5	-	1147 ± 13	5,12
[8]	SLM	není		není		35-36	915 ± 7	1165 ± 7	12,44 ± 0,14
[9]	SLM	není		není		39	-	1177,61	7,9
[11]	SLM	není		není		38	914,9 ± 12,5	1187,6 ± 10,4	6,14 ± 1,33
[6]	SLM	není		není		30-35	-	1085-1192	5-8
[21]	SLM	není		není		-	768,0 ± 29	1260,1 ± 79	13,9
[5]	SLM	není		není		39,9 ± 0,1	1214 ± 99	1290 ± 114	13,3 ± 1,9
[13]	SLM	1	830	není		32	810	1000	11,9
[14]	TIG	1	840	není		-	890	1020	-
[8]	SLM	1	840	není		28-29	962 ± 6	1025 ± 5	14,4 ± 0,35
[9]	SLM	1	840	není		35	-	1080,17	10,2
[11]	SLM	není		8	540	51	1545,9 ± 103,1	1655,5 ± 87,5	1,77 ± 0,05
[11]	SLM	není		1/6	600	52	1557,2 ± 140,4	1659,1 ± 119,4	1,60 ± 0,09
[11]	SLM	není		4	490	56	1793,3 ± 96,5	1814,6 ± 95,1	1,20 ± 0,13
[11]	SLM	není		1	540	54	1870,3 ± 53,8	1956,9 ± 54,2	2,07 ± 0,32
[8]	SLM	není		6	490	53-55	1967 ± 11	2014 ± 9	3,28 ± 0,05
[11]	SLM	není		8	460	57	1956,8 ± 43,3	2017,1 ± 57,7	1,51 ± 0,20
[21]	SLM	není		5	480	-	1953,0 ± 87	2216,1 ± 156	3,1 ± 0,4
[5]	SLM	není		5	480	58 ± 0,1	1998 ± 32	2217 ± 73	1,6 ± 0,26
[14]	TIG	1	840	4	580	-	1329	1464	-
[14]	TIG	1	840	4	430	-	1561	1669	-
[14]	TIG	1	840	4	480	-	1801	1884	-
[13]	SLM	1	830	6	490	55	1790	1840	4,4
[8]	SLM	1	840	6	490	52-54	1882 ± 14	1943 ± 8	5,60 ± 0,08
[22]	Kování	1	829	6	490	50-55	1972	2020	10
[20]	Kování	1	816	3-6	482	52	1930-1995	2025-2070	9-11,3
[9]	SLM	1	840	6	480	58	-	2163,92	2,5

3.2 Cíl bakalářské práce

Firma Continental Barum s. r. o. vyžaduje pro svůj nový výrobní proces materiál, jenž bude mít výborné mechanické vlastnosti. Firmou byl zvolen jako vhodný materiál maraging ocel. Tato ocel díky tepelnému zpracování dosahuje vysoké pevnosti, avšak ze zvyšující se pevností většinou klesá tažnost a houževnatost. Cílem práce je identifikovat důsledky TZ na maraging ocel, navrhnout vhodné TZ a docílit požadovaných vlastností.

Dílčí cíle bakalářské práce:

- 1) Identifikovat vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti maraging oceli
- 2) Navrhnout experimentální tělesa a jejich testování
- 3) Otestovat určené tepelné zpracování dle předchozí analýzy
- 4) Vyhodnotit vliv tepelného zpracování na materiál

4 MATERIÁL A METODY

4

4.1 Výrobní zařízení a zkušební tělesa

4.1

Pro účel bakalářské práce jsou využity zkušební vzorky, které byly vyrobeny pro diplomovou práci *Analýza přesnosti výroby lamel formy pneumatiky vyráběných SLM technologií* [23] napsanou Ing. Janem Tomešem, ale v jeho práci nebyly použity. Zkušební vzorky jsou ve stavu po výrobě SLM určeny k tepelnému zpracování a následnému opracování na zkušební tyč pro tahovou zkoušku. Jsou použity dvě série vzorků po třech. Jedna série je vyrobena na stroji ProX 300 od firmy 3D Systems, druhá série je vyrobena na stroji M2 Cusing od firmy Concept Laser (Obr 4-1).



Obr. 4-1 SLM výrobní zařízení [24], [25]

Parametry obou zařízení jsou vyobrazeny v Tab. 5 a procesních parametry, s kterými byly vyrobeny zkušební tělesa, jsou vyobrazeny v Tab. 6.

Tab. 5 SLM zařízení

Parametry výrobních zařízení SLM		
Zařízení	ProX 300 [24]	M2 Cusing [25]
Firma	3D Systems	Concept Laser
Rozměry pracovního prostoru [mm]	250 × 250 × 300	250 × 250 × 280
Tloušťka vrstvy [μm]	10–50	20–80
Výkon laseru [W]	500	400
Vlnová délka laseru [nm]	1070	1070
Průměr laserového paprsku [μm]	70–80	80

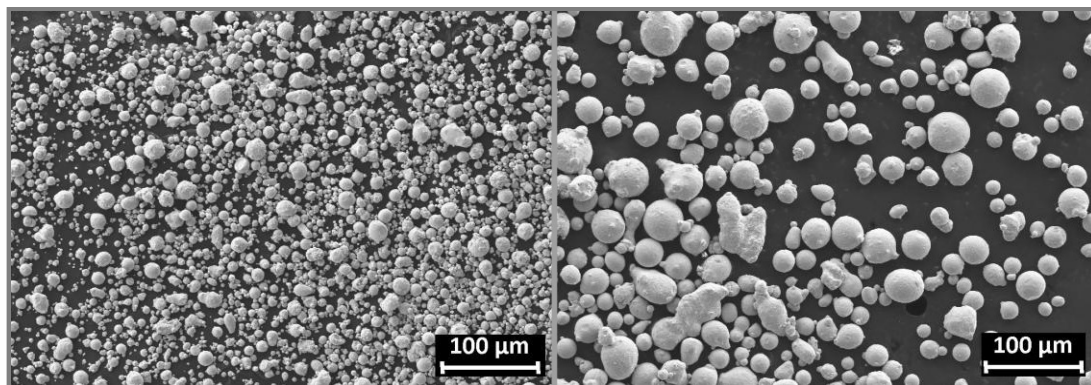
Zařízení ProX 300 disponuje laserem o větším výkonu, větším pracovním prostorem a také umožňuje vytvořit menší tloušťku vrstvy.

Tab. 6 Procesní parametry SLM [23]

SLM zařízení		ProX 300	M2 Cusing
Kontura	Výkon laseru [W]	210	180
	Rychlost laseru [mm/s]	1200	900
Šrafovací plocha	Výkon laseru [W]	220	180
	Rychlost laseru [mm/s]	1200	800
	Šraf. vzdálenost [μm]	0,07	0,105
	Strategie šraf.	Normal (Continuous exp.)	Island exposure

4.2 Použitý materiál

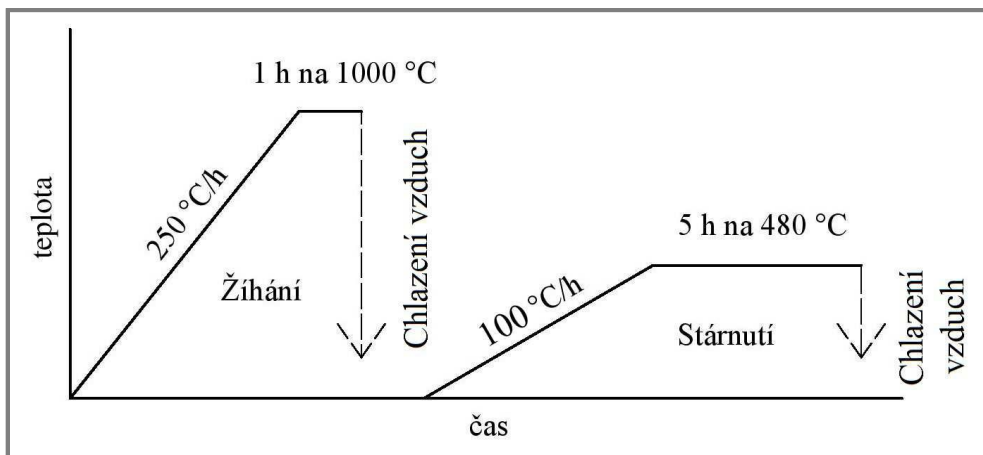
Zařízení ProX 300 používá práškový materiál s označením ST2709B, druhé zařízení M2 Cusing používá odlišný materiál s označením CL50WS. Dle práce [23], kde byla provedena analýza rozložení velikosti částic, má práškový materiál ST2709B střední hodnotu velikosti částic 10,438 μm . Tato hodnota je výrazně menší než u materiálu CL50WS, který má střední hodnotu velikosti částic 29,498 μm (Obr. 4-2).



Obr. 4-2 SEM snímky materiálu ST2709B (vlevo) a CL50WS (vpravo) [23]

4.3 Tepelné zpracování

Cílem tepelné úpravy je docílit kromě vysoké pevnosti také vyšší tažnosti a houževnatosti. Teplota a čas stárnutí jsou navrženy tak, aby byla pevnost maximální. Teplota a čas žhání jsou navrženy k docílení vyšší tažnosti a houževnatosti, nicméně docílení vyšší tažnosti a houževnatosti tímto postupem není u materiálu vyrobeného SLM testováno (Obr. 4-3).



Obr. 4-3 Graf navrhovaného tepelného zpracování

Tepelné zpracování bylo provedeno v peci *LH 30/13* (Obr. 4-4) od firmy LAC s. r. o., jež disponuje příkonem 3,2 kW a vnitřním prostorem tvaru krychle o velikosti strany 310 mm. Doporučený rozsah pracovních teplot v peci leží v rozmezí 700–1300 °C. Daná pec je řízena PID regulátorem *Ht40 AL*, jenž je nastavován skrz monitorovací program *HtMonit*. [31]



Obr. 4-4 Pec LAC LH 30/13 [31]

V horní části zadní stěny pece je umístěn vestavěný termočlánek, který snímá teplotu vzduchu v daném místě. Podle jeho hodnot je pec řízena. Teplota vzorků při ohřevu je však vyšší než teplota vzduchu v peci, a proto je do pece umístěn přídavný termočlánek, který je upevněn na podkladovou desku vzorků. Vzorky jsou ohřívány rychleji než okolní vzduch kvůli účinnějšímu přenosu tepla skrze tepelné záření od topných těles. Pro programování pece je sestavena přepočtová tabulka mezi oběma termočlánci, kde nastavená teplota v regulátoru, na které se ohřev zastaví, neboli teplota vzduchu v peci po ohřevu, značí skutečnou teplotu vzorků změřenou přídavným termočláncem. Také je vyžadováno v určitých bodech technologického postupu tepelného zpracování operativní řízení.

Postup tepelného zpracování již s přepočítanými teplotami konce ohřevu začíná nahráním programu do PID regulátoru. V něm je zvolena vyšší teplota výdrže, které se bude pec snažit docílit, protože kdyby byla nastavena přesná teplota výdrže, došlo by k oblému přechodu teplotní křivky asymptoticky k nastavené teplotě výdrže. Žádaný přechod je však ostrý.

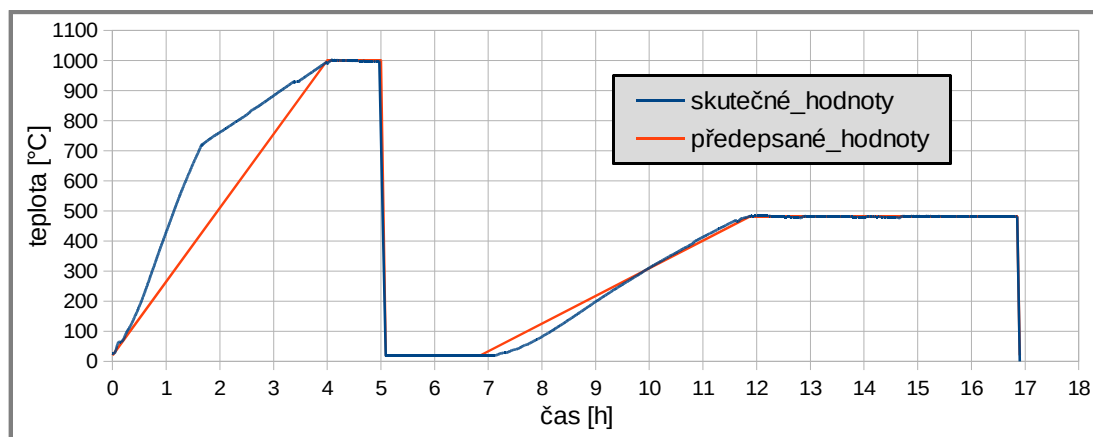
V určitou dobu před docílením požadované teploty výdrže je teplota v programu operativně snížena na cílenou teplotu výdrže. Setrvačností systému je tato teplota dosažena, tím je zajištěn ostřejší přechod teplotní křivky. Teplota vzorků je po ohřevu vyšší než teplota vzduchu v peci. V oblasti výdrže teplota vzorků klesá, vyrovnává se s teplotou vzduchu pece, a proto je nutné teplotu pece operativně zvyšovat.

Technologický postup tepelného zpracování se skládá z žíhání a následného stárnutí. Žíhání i stárnutí začíná plynulým ohřevem na předepsanou teplotu, pokračuje výdrží na této teplotě a je ukončeno ochlazením na pokojovou teplotu. Hodnoty a zobrazení tohoto postupu lze vidět v Tab. 7 a na Obr. 4-3.

Tab. 7 Zvolený technologický postup

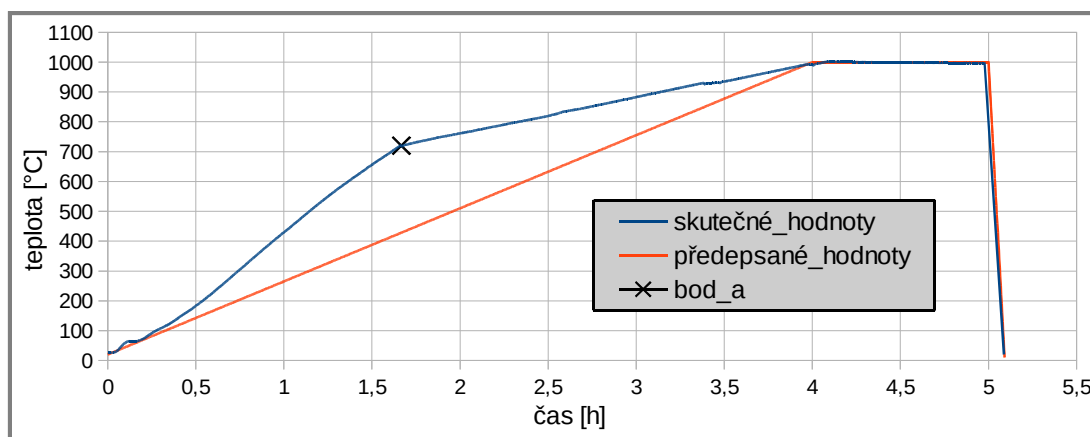
Předepsaný technologický postup tepelného zpracování			
Následné operace	Ohřev	Výdrž	Chlazení
Žíhání	250 °C/h	1 h na 1000 °C	klidný vzduch pokojové teploty
Stárnutí	100 °C/h	5 h na 480 °C	klidný vzduch pokojové teploty

Graf průběhu celého tepelného zpracování lze vidět na Obr. 4-5, skutečné hodnoty jsou zde proloženy předepsanými. Ne vždy se stopy od obou dat shodují, avšak v důležitých částech technologického postupu, což jsou výdrže na určených teplotách, je docílena dostatečná shoda mezi skutečnými a předepsanými hodnotami.



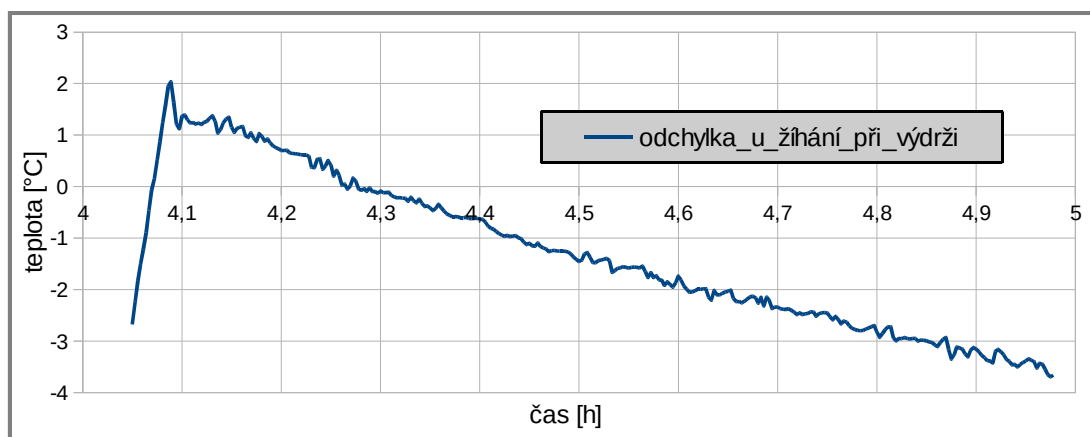
Obr. 4-5 Graf celého tepelného zpracování

V bližším pohledu na žíhání (Obr. 4-6) lze pozorovat, že ohřev začal nejprve moc vysokým tempem a to asi průměrnou rychlostí $416,5\text{ }^{\circ}\text{C/h}$. Při teplotě $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ v čase 100 min po začátku ohřevu byla tato rychlost upravena na průměrnou rychlost asi $116,4\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ z důvodu docílení předepsané doby ohřevu na 4 h. Maximální odchylka při ohřevu činí $293,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ a nachází se v bodě **a** na Obr. 4-6. Rychlost ohřevu se obtížně předpovídá kvůli odlišnému ohřevu vzorků a vzduchu v peci. To zapříčinilo vytvoření odchylky, avšak výsledky tepelného zpracování tímto nebyly ohroženy, neboť rychlost ohřevu nemá výrazný vliv na vlastnosti materiálu.



Obr. 4-6 Graf žíhání

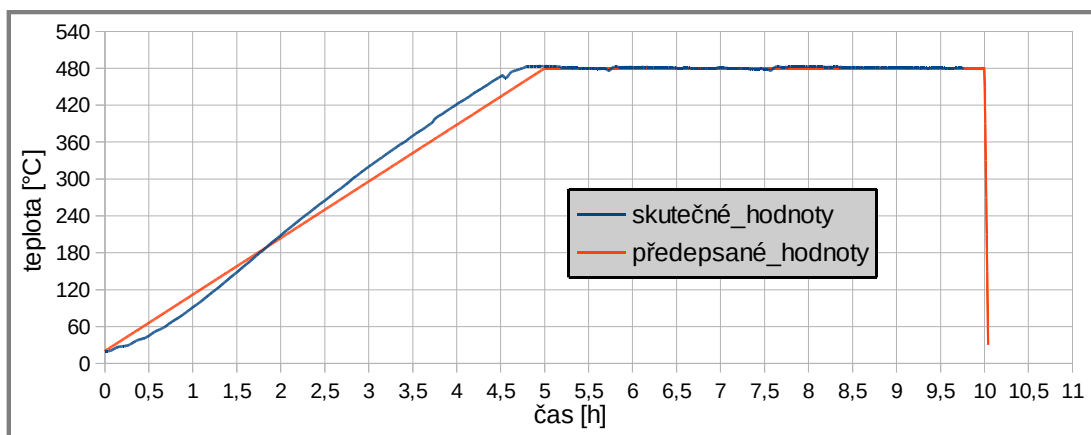
Důležitou oblastí žíhání je doba výdrže. V této oblasti je nutné docílit předepsané teploty s minimálními odchylkami, teplota by ideálně měla být konstantní. Na Obr. 4-7 jsou zobrazeny odchylky v této části žíhání.



Obr. 4-7 Graf odchylek při žíhání v době výdrže

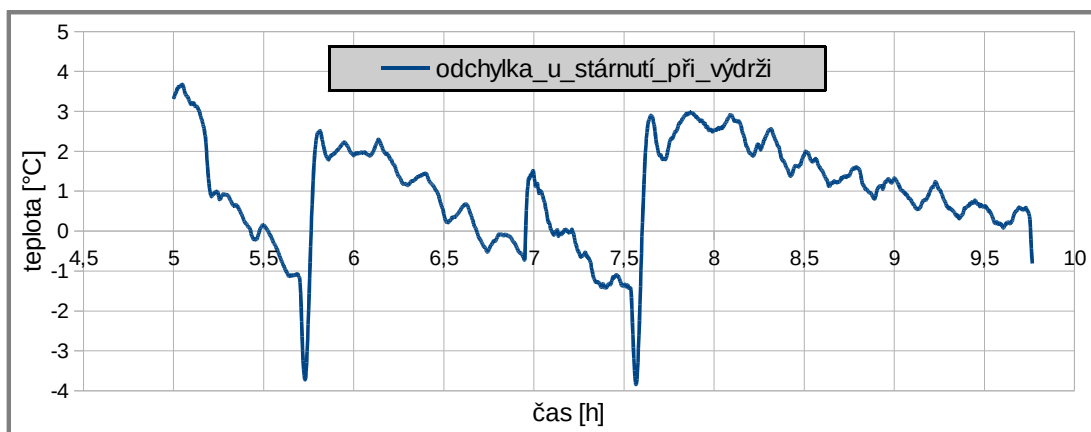
Maximální hodnota absolutní odchylky v oblasti výdrže je $3,7\text{ }^{\circ}\text{C}$. Celkový trend teploty výdrže má v této oblasti klesající tendenci. Ta je zapříčiněná ohřevem v oblasti výdrže a vyrovnáváním teplot vzduchu pece a vzorků. Jelikož výchylka se od požadované teploty liší minimálně, nebylo nutné na rozdíl od stárnutí zvýšit teplotu výdrže v programu.

Při bližším pohledu na stárnutí (Obr. 4-8) lze vidět obstojné proložení skutečných hodnot předepsanými. Maximální odchylka při ohřevu je pouze 33,7 °C.



Obr. 4-8 Graf celého stárnutí

Maximální hodnota absolutní výchylky v oblasti výdrže je 3,8 °C. Jak již bylo zmíněno výše, teplota výdrže v peci byla navyšována, aby bylo docíleno minimální výchylky od předepsané hodnoty. Na Obr. 4-9 lze pozorovat dvě zvýšení teploty, čímž je kompenzován pokles teploty vzorků.



Obr. 4-9 Graf odchylek při stárnutí v době výdrže

Chlazení vzorků po žíhání i po stárnutí bylo provedeno v klidném vzduchu pokojové teploty. Rychlost poklesu teploty nebyla měřena, avšak její odhad činí 10800 °C/h, tato rychlost má klesající tendenci.



Obr. 4-10 Umístění vzorků v prostou peci a termočlánek

Vzorky v prostorách peci (Obr. 4-10) jsou uspořádány do kruhu, kdy minimální vzdálenost mezi sousedními tělesy je asi polovina průměru tělesa (Obr. 4-11). Vzorky jsou umístěny do středu peci na kovovou podkladovou desku, ke které je umístěn termočlánek.



Obr. 4-11 Umístění vzorků v prostou peci detail

Další fotodokumentace umístění vzorků v peci je uvedena v Příloze 1.

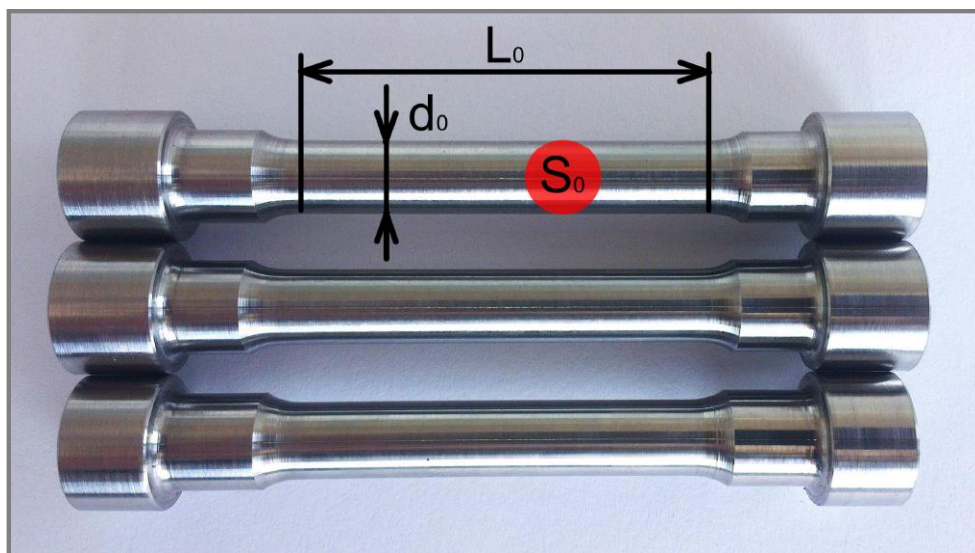
4.4 Analýzy použitého materiálu

4.4.1 Tahová zkouška

Jedná se o nejrozšířenější statickou zkoušku, pomocí které lze experimentálně stanovit důležité materiálové vlastnosti, jež se používají při řešení konstrukčních úloh. Hlavní veličiny získané ze zkoušky jsou smluvní mez kluzu, mez pevnosti a poměrné prodloužení vzorku. Smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa] se stanovuje u materiálů, kde není mez kluzu zřetelná. Jedná se o odečtené napětí při poměrném prodloužení vzorku $\epsilon_p = 0,002$. Mez pevnosti v tahu R_m [MPa] je hodnota daná podílem největší dosažené zatěžující síly k počátečnímu průřezu zkoušené tyče. Tažnost vzorku A [%] se určí jako podíl změny délky vůči počáteční délce zkušebního tělesa, pro procentuální vyjádření se výsledek násobí stem. [27]

Maraging ocel dosahuje po stárnutí dle studií (Tab. 2) maximální průměrné hodnoty meze pevnosti asi 2000 MPa. Vzorek vyrobený technologií SLM má srovnatelné vlastnosti s materiálem vyrobeným kováním. Po zvoleném tepelném zpracování lze předpokládat, že mez pevnosti a tvrdost bude dosahovat vysokých hodnot.

Zkušební tyče byly opatřeny válcovitými konci, závitové konce nebyly uvažovány kvůli vysoké tvrdosti, která při orientačním měření činila 55 HRC. Zkoušeny byly dvě sady tyčí po třech, z nichž jedna tyč z každé sady byla kratší kvůli odřezání vzorku pro metalografickou analýzu. Zkušební tyče jsou vyrobeny dle normy DIN 50125, přičemž rozměry střední části $d_0 \times L_0$ jsou 8 x 40 mm (Obr. 4-12).



Obr. 4-12 Zkušební tyče s válcovitými konci

Další fotodokumentace vyrobených zkušebních tyčí je v Příloze 2.

4.4.2 Metalografická analýza

Jde o metodu testování, při níž je zkoumána struktura materiálu. Proces začíná přípravou metalografického vzorku, ta se skládá z několika kroků. Prvním krokem je odběr vzorku. Vzorek nesmí být tepelně ani mechanicky ovlivněn. Místo odběru vzorku musí být voleno tak, aby reprezentovalo charakter zkoumané struktury. Pokud je vzorek malých rozměrů, které by zhoršovaly jeho manipulaci, nebo je požadováno zachovat složitý tvar vzorku, který by se mohl porušit při technologické přípravě, následuje preparace vzorku. Jde o proces, kdy je vzorek zalit do pomocné hmoty. Dalším krokem je broušení vzorku, to minimalizuje povrchové nerovnosti. Při broušení se postupně snižuje drsnost brusného papíru. Pak následuje leštění. Na vzorku se již neodebírá materiál, jde jen o deformaci vrcholů povrchové drsnosti. Proces přípravy končí u leptání vzorku, které zviditelňuje mikrostrukturu. Výsledné hodnocení se provádí z leštěného či leptaného vzorku. [26]

Struktura vzorku se zkoumá buď světelným mikroskopem, který je složen ze systému čoček, nebo rastrovacím elektronovým mikroskopem (SEM), jehož funkce spočívá ve vysílání svazku elektronů a vyhodnocování detekovaných složek. Tento druh mikroskopu dokáže prozkoumat materiál do mnohem menších detailů oproti světelnému mikroskopu [10]. Dle potřebného zvětšení je pro tuto práci zvolen světelný mikroskop.

Materiál vyrobený technologií SLM je charakteristický pórovitostí [5], [6], [7]. Mohou se také objevit vady materiálu v podobě trhlin či dutin. Lze analyzovat strukturu materiálu a zhodnotit vliv množství a druhu zmíněných charakteristik na mechanické vlastnosti, které jsou zapotřebí pro posouzení dopadu tepelného zpracování.

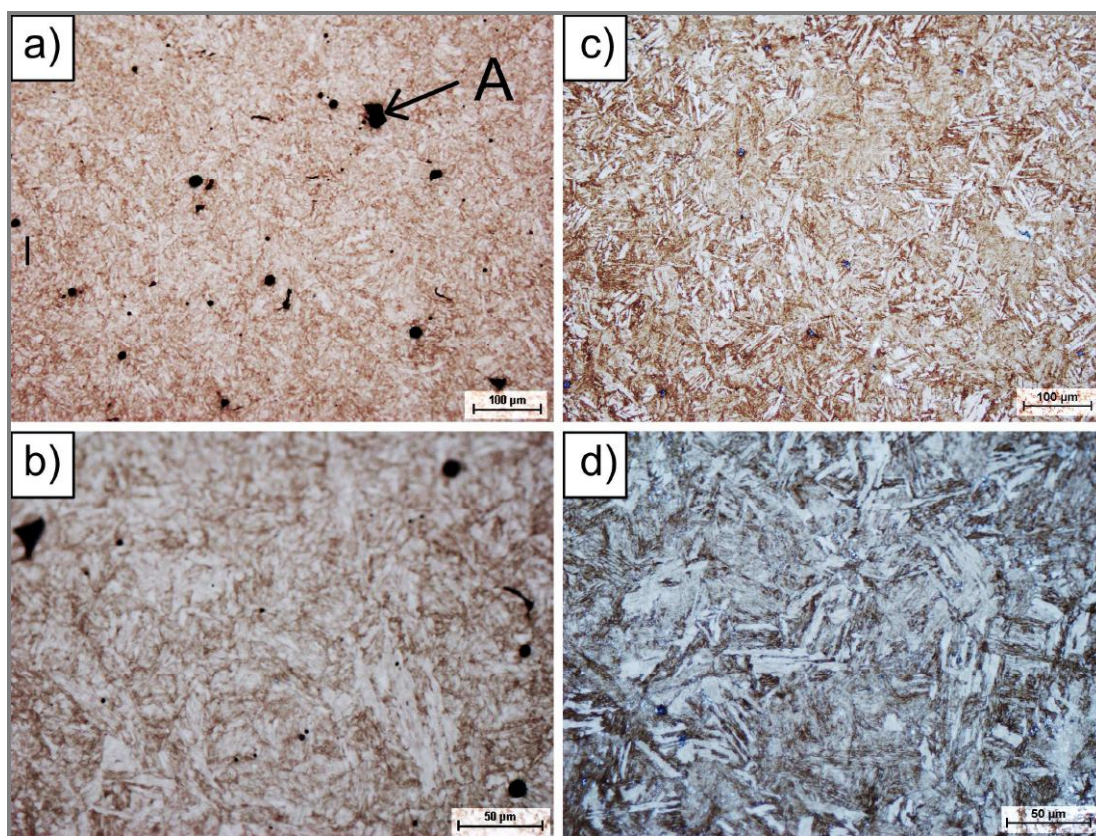
Vzorky pochází od jednoho válečku z každé sady. Váleček je zkrácen o délku nutnou pro metalografickou analýzu, poté je z něho vyrobena zkušební tyč pro tahovou zkoušku.

5 VÝSLEDKY

5.1 Mikrostruktura SLM materiálu

Výsledná mikrostruktura materiálu, jenž byl tepelně zpracován nejprve žíháním a následně stárnutím, je vyobrazena na Obr. 5-1. Jedná se o snímky plochy v příčném směru na osu biletu. Osa původního válečku, z něhož byl vzorek odřezán, má stejný směr jako osa biletu. Mikrostruktura materiálů byla dokumentována při celkovém zvětšení 200x, 500x a 1000x. Tepelné zpracování obou vzorků je totožné.

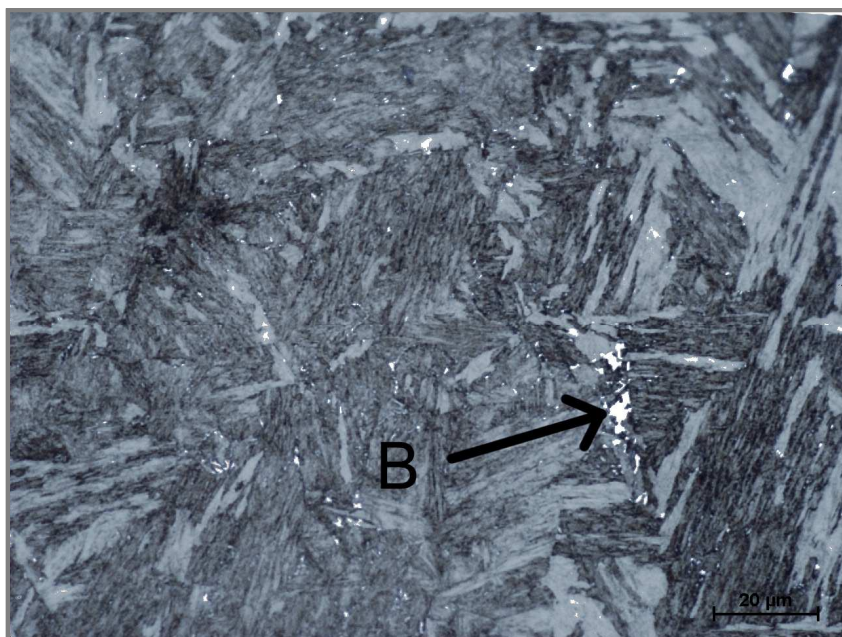
Mikrostruktura vzorku vyrobeného na zařízení M2 Cusing (Obr.5-1a,b) má společné rysy s mikrostrukturou vzorku, jenž je vyroben pomocí zařízení ProX 300 (Obr.5-1c,d). Pozorovatelné odlišnosti mezi oběma vzorky jsou pravděpodobně způsobeny rozdílnou přípravou vzorků, především naleptáním. Mikrostruktura obou vzorků je tvořena martenzitem jehlicového tvaru. Mikrostruktura vzorků byla zkoumána také v podélném řezu na osu biletu. Její charakteristické znaky jsou totožné s příčným řezem, lze je vidět v Příloze 3 a Příloze 4.



Obr. 5-1 Snímky mikrostruktury z příčného řezu k ose biletů od a), b) M2 Cusing a c), d) ProX 300

Vzorek od zařízení M2 Cusing má dle metalografických snímků vysokou pórovitost v porovnání ze vzorkem od zařízení ProX 300. Póry lze vidět v bodě A na Obr. 5-1a, vysoká pórovitost má obecně negativní vliv na materiálové vlastnosti.

Přítomnost precipitátů v podobě bílých částic lze pozorovat na Obr. 5-2 v bodě B, kde byla mikrostruktura snímána při celkovém zvětšení 1000x.



Obr. 5-2 Mikrostruktura dokumentovaná při celkovém zvětšení 1000x

Lze předpokládat, že hlavní zastoupení má precipitát Ni_3Ti , který je přítomen po navržené teplotě stárnutí a propůjčuje materiálu jeho vysokou pevnost, které byly zaznamenány při tahové zkoušce.

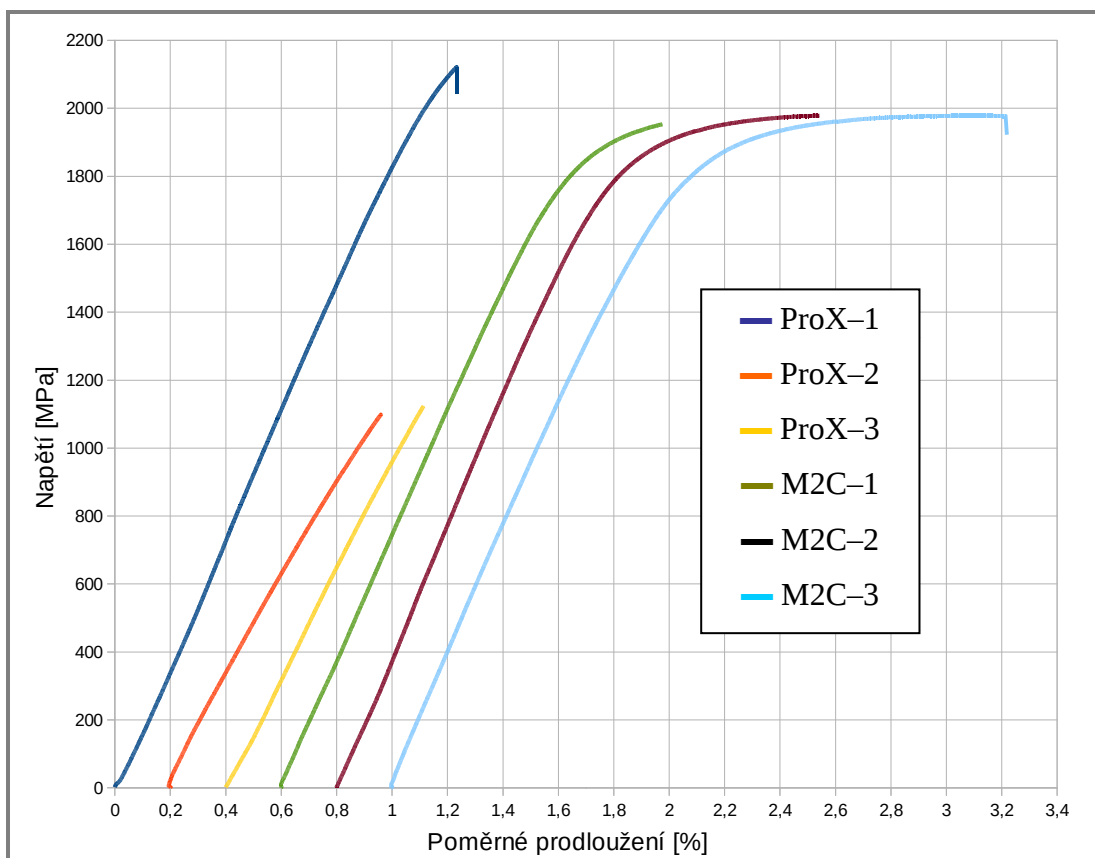
Na Obr. 2-12 ze studie [12] jsou vyobrazeny mikrostruktury po žíhání v rozmezí teplot 900–1150 °C. Mikrostruktura na Obr. 5-1 je srovnatelná s mikrostrukturou po teplotě žíhání 1000 °C ze studie [12] (Obr. 2-12c).

5.2 Mechanické vlastnosti SLM materiálu

5.2

Tahová zkouška, která byla provedena, odhalila, že vzorky po navrženém TZ dosahují vysoké meze pevnosti a také vysoké meze kluzu. Mez kluzu dosahuje asi jen o 5 % menší hodnoty než mez pevnosti. Tažnost dosahuje velice nízkých hodnot, jedná se o křehký lom. Označení ProX značí vzorky vyrobené na ProX 300 a označení M2C značí vzorky vyrobené na M2 Cusing.

Dva ze tří vzorků (Obr. 5-3) ze série vyrobené na zařízení ProX 300 byly utrženy předčasně v oblasti, kde by měla nastat pouze elastická deformace. K porušení celistvosti došlo při srovnatelně nízkém napětí. Chování naznačuje vady výrobního charakteru. Všechny vzorky z druhé série (Obr. 5-3), jenž byly vyrobeny na zařízení M2 Cusing, dosahují srovnatelných hodnot mezí kluzu a mezí pevnosti i přes to, že vzorek M2C–1 byl utržen mimo zkoušenou délku. Tažnost u těchto vzorků se znatelně liší.



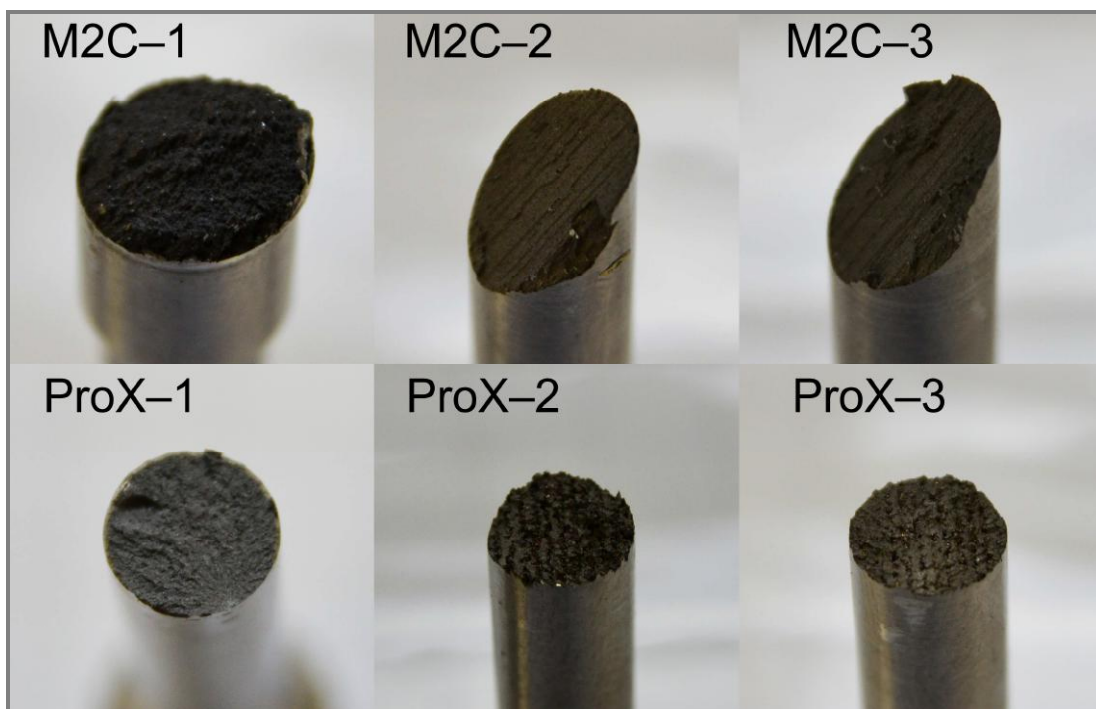
Obr. 5-3 Diagram z tahové zkoušky

Důležité veličiny z tahové zkoušky se nachází v Tab. 8, graf z tahové zkoušky lze vidět na Obr. 5-3. Laboratorní protokol z tahové zkoušky je v Příloze 6.

Tab. 8 Mechanické vlastnosti

značení vzorků	d ₀	L ₀	E	R _{p0,2}	R _m	A
	[mm]	[mm]	[GPa]	[MPa]	[MPa]	[%]
ProX-1	8,032	39,98	199	-	2122	0,2
ProX-2	8,078	39,98	142	-	1098	0,0
ProX-3	8,086	39,99	164	-	1125	0,0
Průměr	8,065	39,98	168	-	-	-
M2C-1	8,065	39,98	187	1910	1953	0,3
M2C-2	8,070	40,02	200	1890	1979	0,7
M2C-3	8,084	40,00	188	1860	1978	1,2
Průměr	8,073	40	192	1887	1970	0,7
Celkový průměr bez zmetků			194	-	2008	0,6

Na Obr. 5-4 lze vidět lomové plochy vzorků po tahové zkoušce. Ve všech případech se nejedná o křehký lom. Na dvou vzorcích, jenž byly vyrobeny na zařízení M2 Cusing lze pozorovat smykový lom typický pro hliníkové slitiny. Lom vzorků ProX-2 a ProX-3 ukazuje množství dutin, které jsou zapříčiněny špatným protavením prášku při výrobě. Fotodokumentace utržených zkušebních tyče pro tahovou zkoušku lze najít v Příloze 3.



Obr. 5-4 Lomové plochy

6 DISKUZE

Tepelné zpracování

Většina studovaných prací, které byly rozebrány v rešeršní části, se věnuje především důsledkům stárnutí na materiálové vlastnosti. Výzkum žíhání a jeho vliv na materiál je oproti stárnutí zastoupen minimálně. TZ předepsané v této práci se věnuje právě určité žíhací teplotě a jejímu vlivu na materiálové vlastnosti. V rešeršní části této práce je popsána žíhací teplota, při které došlo k nárůstu tažnosti a vrubové houževnatosti, avšak ostatní materiálové vlastnosti nebyly dostatečně popsány. Tento jev byl však pozorován u materiálu, který byl vyrobený kováním, a proto není jednoznačně dokázáno, jestli k nárůstu dojde. Bylo rozhodnuto studovat právě tuto teplotu.

Tahová zkouška a vady

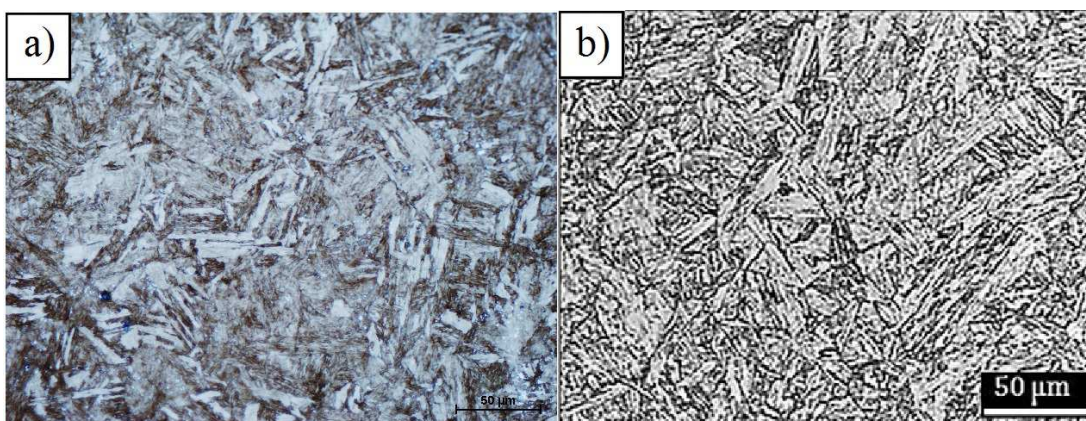
Mez pevnosti a smluvní mez kluzu testovaného materiálu je srovnatelná se studiem v Tab. 4, kde byl materiál ošetřen TZ zakončeným stárnutím v rozmezí teplot 480–490 °C. Maximální mez pevnosti testovaných vzorků je 2122 MPa, maximální hodnota meze pevnosti v Tab. 4 je 2217 ± 73 MPa dle studie [5]. Tato hodnota byla dosažena 5 h stárnutím bez žíhání při 480 °C. Hlavním důvodem vysoké pevnosti je právě stárnutí, při němž dochází k precipitaci intermetalických prvků, mez pevnosti je u studovaného materiálu pomocí stárnutí navýšena z průměrné hodnoty 1145,3 MPa [23] na 2008 MPa.

Žíhání při tepelném zpracování, které je zakončené stárnutím, nemá dle výsledků a studovaných prací výrazný vliv na mez pevnosti a ani na smluvní mez kluzu, avšak dle studie [12] ovlivňuje tažnost a vrubovou houževnatost, avšak v této práci nebylo prokázáno navýšení tažnosti. Lomové plochy vzorků, které nebyly postihnuty vadami, vykazují křehký lom. Výsledné hodnoty tažnosti z navrhnutého TZ v této práci jsou velice nízké ve srovnání se studiem v Tab. 4. Maximální tažnost testovaných vzorků je 1,2, maximální hodnota tažnosti v Tab. 4 je $14,4 \pm 0,35$. Tato hodnota byla dosažena 5 h žíháním při 840 °C. Lze předpokládat, že pokles tažnosti je způsoben zvětšením austenitického zrna při žíhání. Pro docílení vyšší tažnosti nehledě na ostatní vlastnosti je dle zkoumaných studií neoptimálnější použít pouze 1 h žíhání okolo hodnoty 840 °C.

Při tahové zkoušce byly odhaleny vady výrobního charakteru, které zapříčinily předčasný lom vzorků. Jedná se o dva vzorky ze tří vyrobené na zařízení ProX 300. V oblasti lomu byly pozorovány dutiny, jež byly způsobeny špatným protavením prášku při výrobě. Tento jev se jeví jako klíčový, neboť v porovnání s ostatními vzorky je dosaženo asi jen poloviční meze pevnosti. Tato vada je hlavním faktorem limitujícím mechanické vlastnosti materiálu. Mez pevnosti dvou vadných vzorků ze série vyrobené na zařízení ProX 300 dosahuje průměrné hodnoty 1111,5 MPa, což je srovnatelná hodnota s totožným materiálem, který byl podroben pouze žíhání dle studie [23]. Avšak tažnost u vadných kusů je minimální, neboť porušení celistvosti došlo v oblasti, kde by mělo dojít jen k elastickému prodloužení.

Mikrostruktura po tepelném zpracování

Mikrostruktura vzorků po tepelném zpracování, které se skládalo ze žhánání a stárnutí, je tvořena martenzitem jehlicového tvaru. Tato struktura je typická právě pro maraging ocele, neboť chlazením vodou či vzduchem pokojové teploty dochází k celkové přeměně austenitu na martenzit. Velikost a tvar martenzitu dosahuje srovnatelných hodnot jako ve studii [12] (Obr. 6-1), v níž jsou testovány obdobné teploty žhánání kvůli zvýšení tažnosti a vrubové houževnatosti. S vyšší teplotou žhánání se zvyšují velikosti zrn austenitu, který je následně ochlazením přeměněn na martenzit. V mikrostruktuře bylo také zaznamenáno množství precipitátů, které se vzhledem k předepsané teplotě stárnutí a mechanickým vlastnostem vzorku částečně skládají z Ni_3Ti , neboť právě tento precipitát dodává maraging oceli vysokou pevnost.



Obr. 6-1 Srovnání a) vytvořené mikrostruktury s b) mikrostrukturou vytvořenou ve studii [12] při srovnatelném TZ

Vzorek ze zařízení M2 Cusing obsahuje velké množství pórů. Vysoká pórovitost materiálu má obecně negativní vliv na mechanické vlastnosti, avšak dle výsledků z tahové zkoušky lze předpokládat, že dané póry v tomto případě významný vliv na mechanické vlastnosti nemají. Na vzorku ze zařízení ProX 300 nebyly v mikrostruktuře pozorovány znatelné póry, avšak při tahové zkoušce došlo k předčasnému porušení kvůli výrobním vadám, které nebyly zaznamenány v mikrostruktuře.

Především vzorky vyrobené na zařízení ProX 300 obsahují znatelné výrobní vady, které nepříznivě ovlivňují mechanické vlastnosti. Nedoporučuje se provádět další testy, dokud se nepodaří tyto vady eliminovat, neboť výrobní vady nemohou být vynahrazeny vhodným tepelným zpracováním.

7 ZÁVĚR

Tato bakalářská práce, která byla řešena na základě podnětů od firmy Continental Barum s. r. o., měla za cíl objasnit vliv různého tepelného zpracování na materiál, jenž byl vyroben na dvou zařízeních SLM. Dle provedené rešerše byly objasněny vlivy různého tepelného zpracování na mechanické vlastnosti. Žihání jako součást tepelného zpracování nebyla u materiálu vyrobeného pomocí SLM dostatečně prozkoumána, a proto bylo zvoleno právě tepelné zpracování, kde byla teplota žihání upravena tak, aby došlo k navýšení určitých mechanických vlastností.

Jako způsob testování byla zvolena metalografická analýza a také tahová zkouška. Výsledky z tahové zkoušky prokázaly výrazné navýšení meze pevnosti a meze kluzu, avšak za současného snížení tažnosti. Vysoká mez pevnosti a mez kluzu je srovnatelná s hodnotami v Tab. 4. Zvýšení tažnosti dle studie [12] nebylo prokázáno, i když snímky z metalografické analýzy potvrdily srovnatelné rysy mikrostruktury. Dle snímku z metalografické analýzy byla určena mikrostruktura, která je složena z martenzitu jehlicového tvaru a určitého množství precipitátu. Snímky také odhalily větší pórovitost u vzorku, který byl vyroben na zařízení M2 Cusing.

Na vzorcích se projeví vady výrobního charakteru. Především série vzorků vyrobená na zařízení ProX 300 byla těmito vadami silně postihnuta. Lze doporučit další testování tepelného zpracování až po minimalizaci výrobních vad, které jsou u testovaných vzorků limitujícím faktorem.

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] CAD House. [online]. [cit. 5.3.2017]. Dostupné z: http://www.cad-house.co.za/uploads/2/4/8/5/24856794/reifensegment_orig.jpg
- [2] ResearchGate. *Share and discover research* [online]. [cit. 5.3.2017]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/profile/Alfred_Sidambe/publication/269836411/figure/fig3/AS:295194013519877@1447391145484/Figure-3-Schematic-overview-of-selective-laser-melting-SLM-cycle.png
- [3] LI, Yingli, Kun ZHOU, Shu Beng TOR, Chee Kai CHUA a Kah Fai LEONG. *Heat transfer and phase transition in the selective laser melting process*. International Journal of Heat and Mass Transfer [online]. 2017, 108, 2408–2416. [cit. 3.3.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2017.01.093
- [4] Tire-mold. *Deshors Moulage* [online]. [cit. 8.3.2017]. Dostupné z: <http://www.deshors-tiremold.com/fr/products/tire-mold/>
- [5] KEMPEN, K., E. YASA, L. THIJS, J.-P. KRUTH a J. VAN HUMBEECK. *Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel*. Physics Procedia [online]. 2011, 12, 255–263. [cit. 13.2.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/j.phpro.2011.03.033
- [6] SANZ, C. a V. GARCÍA NAVAS. *Structural integrity of direct metal laser sintered parts subjected to thermal and finishing treatments*. Journal of Materials Processing Technology [online]. 2013, 213(12), 2126–2136. [cit. 26.2.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmatprotec.2013.06.013
- [7] SANTOS, L.M.S., J.A.M. FERREIRA, J.S. JESUS, J.M. COSTA a C. CAPELA. *Fatigue behaviour of selective laser melting steel components*. Theoretical and Applied Fracture Mechanics [online]. 2016, 85, 9–15. [cit. 26.2.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/j.tafmec.2016.08.011
- [8] TAN, Chaolin, Kesong ZHOU, Wenyong MA, Panpan ZHANG, Min LIU a Tongchun KUANG. *Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel*. Materials & Design [online]. 2017, 134, 23–34. [cit. 16.2.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2017.08.026
- [9] BAI, Yuchao, Yongqiang YANG, Di WANG a Mingkang ZHANG. *Influence mechanism of parameters process and mechanical properties evolution mechanism of maraging steel 300 by selective laser melting*. Materials Science and Engineering: A [online]. 2017, 703, 116–123. [cit. 16.2.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2017.06.033

- [10] MUTUA, James, Shinya NAKATA, Tetsuhiko ONDA a Zhong-Chun CHEN. *Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel*. Materials & Design [online]. 2018, 139, 486–497. [cit. 16.2.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2017.11.042
- [11] CASATI, Riccardo, Jannis LEMKE, Ausonio TUISSI a Maurizio VEDANI. *Aging Behaviour and Mechanical Performance of 18-Ni 300 Steel Processed by Selective Laser Melting*. Metals [online]. 2016, 6(9), 218. [cit. 26.4.2017]. Dostupné z: doi:10.3390/met6090218
- [12] MASOUMI, Mohammad, Isabel Ferreira DE BARROS, Luis Flavio Gaspar HERCULANO, Hana Livia Frota COELHO a Hamilton Ferreira Gomes DE ABREU. *Effect of microstructure and crystallographic texture on the Charpy impact test for maraging 300 steel*. Materials Characterization [online]. 2016, 120, 203–209. [cit. 8.3.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchar.2016.09.003
- [13] HERMANN BECKER, Thorsten a Dimitri DIMITROV. *The achievable mechanical properties of SLM produced Maraging Steel 300 components*. Rapid Prototyping Journal [online]. 2016, 22(3), 487–494. [cit. 26.4.2017]. Dostupné z: doi:10.1108/rpj-08-2014-0096
- [14] YANG, Shuai, Yun PENG, Xiao-mu ZHANG a Zhi-ling TIAN. *Phase Transformation and Its Effect on Mechanical Properties of C300 Weld Metal after Aging Treatment at Different Temperatures*. Journal of Iron and Steel Research, International [online]. 2015, 22(6), 527–533. [cit. 17.3.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/s1006-706x(15)30036-4
- [15] GALINDO-NAVA, E.I., W.M. RAINFORTH a P.E.J. RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO. *Predicting microstructure and strength of maraging steels: Elemental optimisation*. Acta Materialia [online]. 2016, 117, 270–285. [cit. 8.3.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2016.07.020
- [16] TAN, Chaolin, Kesong ZHU, Xin TONG, Yushan HUANG, Jing LI, Wenyou MA, Fuhai LI a Tongchun KUANG. *Microstructure and Mechanical Properties of 18Ni-300 Maraging Steel Fabricated by Selective Laser Melting*. In: 2016 6th International Conference on Advanced Design and Manufacturing Engineering (ICADME 2016): Proceedings of the 2016 6th International Conference on Advanced Design and Manufacturing Engineering (ICADME 2016) [online]. B.m.: Atlantis Press, 2016. [cit. 26.4.2017]. Dostupné z: doi:10.2991/icadme-16.2016.66
- [17] PARDAL, J.M., S.S.M. TAVARES, V.F. TERRA, M.R. DA SILVA a D.R. DOS SANTOS. *Modeling of precipitation hardening during the aging and overaging of 18Ni–Co–Mo–Ti maraging 300 steel*. Journal of Alloys and Compounds [online]. 2005, 393(1–2), 109–113. [cit. 8.3.2017]. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2004.09.049

- [18] SHA, W., A. CERESO a G. D. W. SMITH. Phase chemistry and precipitation reactions in maraging steels: Part IV. Discussion and conclusions. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 1993, 24(6), 1251–1256. [cit. 13.3.2018]. Dostupné z: doi:10.1007/bf02668193
- [19] NEJEDLÝ, Zdeněk. *Mechanické a technologické vlastnosti duplexních ocelí v závislosti na hodnotě PREN* [online]. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2014 [cit. 20.3.2017]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/34014> Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Antonín Záděra.
- [20] *Online Materials Information Resource - MatWeb* [online]. [cit. 28.3.2017]. Dostupné z: <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=36eb850f44d549b08cc777d2623b6bef&ckck=1>
- [21] SURYAWANSHI, Jyoti, K.G. PRASHANTH a U. RAMAMURTY. *Tensile, fracture, and fatigue crack growth properties of a 3D printed maraging steel through selective laser melting*. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2017, 725, 355–364. [cit. 16.2.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2017.07.177
- [22] SSA Documents. *Maraging data sheet*. [online]. Copyright © Service Steel Aerospace, Corp. [cit. 28.3.2017]. Dostupné z: <https://www.ssa-corp.com/en/documents.php>
- [23] TOMEŠ, Jan. *Analýza přesnosti výroby lamel formy pneumatiky vyráběných SLM technologií* [online]. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2016 [cit. 16.2.2017]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/59634>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav konstruování. Vedoucí práce Daniel Koutný.
- [24] Phenix Systems. *Phenix systems* [online]. [cit. 7.4.2018]. Dostupné z: <http://www.phenix-systems.com/en/phenix-systems>
- [25] Machine solutions for the automotive industry. *Concept Laser* [online]. [cit. 17.04.2017]. Dostupné z: <http://www.concept-laser.de/en/industry/automotive/machines.html>
- [26] ŠEBESTOVÁ, Hana. *Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii*. [online]. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2012 [cit. 24.4.2017]. Dostupné z: <http://docplayer.cz/8177076-Zaklady-pripravy-vzorku-pro-optickou-metalografii.html>

- [27] BÁRTA, Kamil. *Mechanické vlastnosti pozinkovaných prvků* [online]. Zlín, 2011. [cit. 25.4.2017]. Dostupné z: <https://theses.cz/id/tr6r42/>. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická. Vedoucí práce Ing. Milan Žaludek, Ph.D..
- [28] KOMÁREK, Jan. *Měření tvrdosti modifikovaných ocelí*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2013, 67 s. [cit. 25.4.2017]. Dostupné také z: <http://hdl.handle.net/10563/24643>. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Fakulta technologická, Ústav výrobního inženýrství. Vedoucí práce Mañas, David.
- [29] OSIČKA, Petr. *Problematika vnitřního pnutí v materiálech při obrábění tenkostěnných dílů* [online]. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2017 [cit. 26.2.2018]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/66551>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce Josef Sedlák.
- [30] YAO, Yongzhen, Yuhua HUANG, Bo CHEN, Caiwang TAN, Yi SU a Jicai FENG. *Influence of processing parameters and heat treatment on the mechanical properties of 18Ni300 manufactured by laser based directed energy deposition*. Optics & Laser Technology [online]. 2018, 105, 171–179. [cit. 9.4.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2018.03.011
- [31] *Laboratorní pec ideální pro testování materiálů*. [online]. Copyright © 2000 [cit. 12.04.2018]. Dostupné z: <http://www.lac.cz/cs/pece-a-susarny/laboratorni-pec-lh>
- [32] SAKAI, P.R., M.S.F. LIMA, L. FANTON, C.V. GOMES, S. LOMBARDO, D.F. SILVA a A.J. ABDALLA. *Comparison of Mechanical and Microstructural Characteristics in Maraging 300 Steel Welded by three Different Processes: LASER, PLASMA and TIG*. Procedia Engineering [online]. 2015, 114, 291–297. [cit. 13.3.2018]. Dostupné z: doi:10.1016/j.proeng.2015.08.071
- [33] PSIODA, J.A. a J.R. LOW, Jr. *The effect of microstructure and strength on the fracture toughness of an 18 Ni, 300 grade maraging steel*. [online]. NASA Lewis Research Center, 1977 [cit. 3.5.2018]. Dostupné z: <https://ntrs.nasa.gov/search.jsp?R=19780008207>
- [34] SCORZELLI, Rosa B. *Meteorites: messengers from the outer space*. Journal of the Brazilian Chemical Society [online]. 2008, 19(2), 226–231. [cit. 7.5.2018]. Dostupné z: doi:10.1590/s0103-50532008000200005
- [35] HALL, A.M. a C.J. SLUNDER. *The Metallurgy, Behavior, and Application of the 18-Percent Nickel Maraging Steels*. [online]. Technology Utilization Division, 1968 [cit. 7.5.2018]. Dostupné z: <http://www.dtic.mil/docs/citations/ADA382105>

9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ**9**

SLM	Selective laser melting
TZ	Tepelné zpracování
TIG, WIG	Svařování netavící se elektrodou v ochranné atmosféře inertního plynu
CAD	Počítačem podporované projektování
VIM	Vakuové indukční tavení
VAR	Vakuová oblouková rafinace

$Rp_{0,2}$	[MPa]	- smluvní mez kluzu v tahu
R_m	[MPa]	- mez pevnosti v tahu
A	[%]	- tažnost
HV	[1]	- tvrdost podle Vickerse
HRC	[1]	- tvrdost podle Rockwella
d_0	[mm]	- průměr měřené části tahové tyče
L_0	[mm]	- délka měřené části tahové tyče

10 SEZNAM OBRÁZKŮ

- Obr. 1-1** Segment formy pneumatiky vyrobené technologií
- Obr. 2-1** Schéma procesu SLM [2]
- Obr. 2-2** Binární rovnovážný diagram Fe-Ni [34]
- Obr. 2-3** Polymerní materiál s lamelami [4]
- Obr. 2-4** Závislost procesních parametrů na tvrdosti vzorku [5]
- Obr. 2-5** Relativní hustota materiálu vůči hustotě energie laseru (vlevo), tahový diagram (vpravo) [6]
- Obr. 2-6** Vzorky maraging oceli po tahové zkoušce [6]
- Obr. 2-7** Rozložení teplot při SLM [3]
- Obr. 2-8** Mikrostruktura vzorku SLM bez tepelného zpracování [9]
- Obr. 2-9** Mikrostruktura vzorku SLM po žíhání [9]
- Obr. 2-10** Vliv krátkého žíhání na tvrdost [11]
- Obr. 2-11** Závislost žíhacích teplot na a) houževnatost a b) na tvrdosti vzorku [12]
- Obr. 2-12** Mikrostruktura po 1 h žíhání na a) 900 °C, b) 950 °C, c) 1000 °C, d) 1050 °C, e) 1100 °C, f) 1150 °C a 3 h stárnutí při teplotě 480 °C [12]
- Obr. 2-13** Mikrostruktura žíhána a stárnutá při 430 °C [14]
- Obr. 2-14** Mikrostruktura žíhána a stárnutá při 480 °C [9]
- Obr. 2-15** Mikrostruktura žíhána a stárnutá při 580 °C [14]
- Obr. 2-16** Tvrdost v závislosti na času stárnutí [33]
- Obr. 2-17** Lomová houževnatost v závislosti na mez kluzu [33]
- Obr. 2-18** Závislost teplot a času stárnutí na tvrdosti vzorku [10]
- Obr. 2-19** Závislost teplot a času stárnutí na houževnatosti [14]
- Obr. 2-20** Rentgenová difrakční analýza (XRD) [10]
- Obr. 2-21** Závislost teplot stárnutí 440–650 °C na tvrdost (HV) [17]
- Obr. 2-22** Mikrostruktura vzorků po výrobě vyrobených na M2 Cusing [23]
- Obr. 2-23** Mikrostruktura vzorků po tepelné upravě vyrobených na M2 Cusing [23]
- Obr. 4-1** SLM výrobní zařízení [24], [25]
- Obr. 4-2** SEM snímky materiálu ST2709B (vlevo) a CL50WS (vpravo) [23]
- Obr. 4-3** Graf navrhovaného tepelného zpracování
- Obr. 4-4** Pec LAC LH 30/13 [31]
- Obr. 4-5** Graf celého tepelného zpracování
- Obr. 4-6** Graf žíhání
- Obr. 4-7** Graf odchylek při žíhání v době výdrže
- Obr. 4-8** Graf celého stárnutí
- Obr. 4-9** Graf odchylek při stárnutí v době výdrže
- Obr. 4-10** Umístění vzorků v prostou pece a termočlánek
- Obr. 4-11** Umístění vzorků v prostou pece detail
- Obr. 4-12** Zkušební tyče s válcovitými konci
- Obr. 5-1** Snímky mikrostruktury z příčného řezu k ose biletů od a), b) M2 Cusing a c), d) ProX 300
- Obr. 5-2** Mikrostruktura dokumentovaná při celkovém zvětšení 1000x
- Obr. 5-3** Diagram z tahové zkoušky
- Obr. 5-4** Lomové plochy
- Obr. 6-1** Srovnání a) vytvořené mikrostruktury s b) mikrostrukturou vytvořenou ve studii [12] při srovnatelném TZ

11 SEZNAM TABULEK**11**

Tab. 1 Chemické složení 18Ni-300**Tab. 2** Průměrné zbytkové napětí [13]**Tab. 3** Mechanické vlastnosti vzorků stejné výroby po žíhání [23]**Tab. 4** Srovnání dosažených mechanických vlastností ze studií**Tab. 5** SLM zařízení**Tab. 6** Procesní parametry SLM [23]**Tab. 7** Zvolený technologický postup**Tab. 8** Mechanické vlastnosti

12 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1 SLM vzorky umístěné v peci

Příloha 2 Zkušební tyče pro tahovou zkoušku

Příloha 3 Utržené tahové tyče z tahové zkoušky

Příloha 4 Snímky mikrostruktury z podélného řezu k ose biletů od M2 Cusing

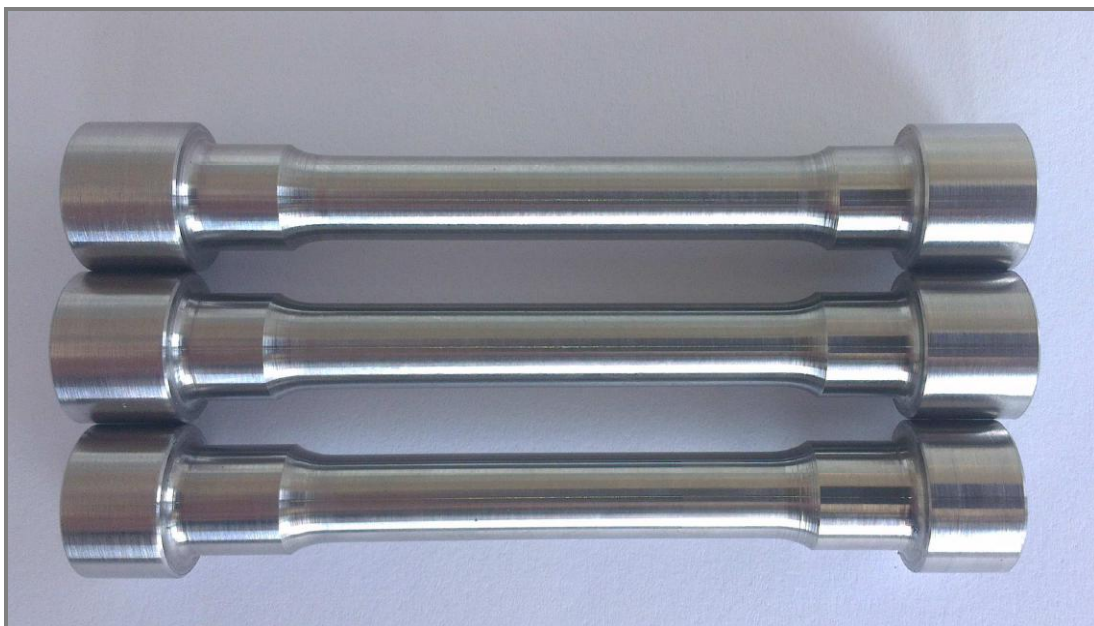
Příloha 5 Snímky mikrostruktury z podélného řezu k ose biletů od ProX 300

Příloha 6 Laboratorní protokol z tahové zkoušky

Příloha 1: SLM vzorky umístěné v peci



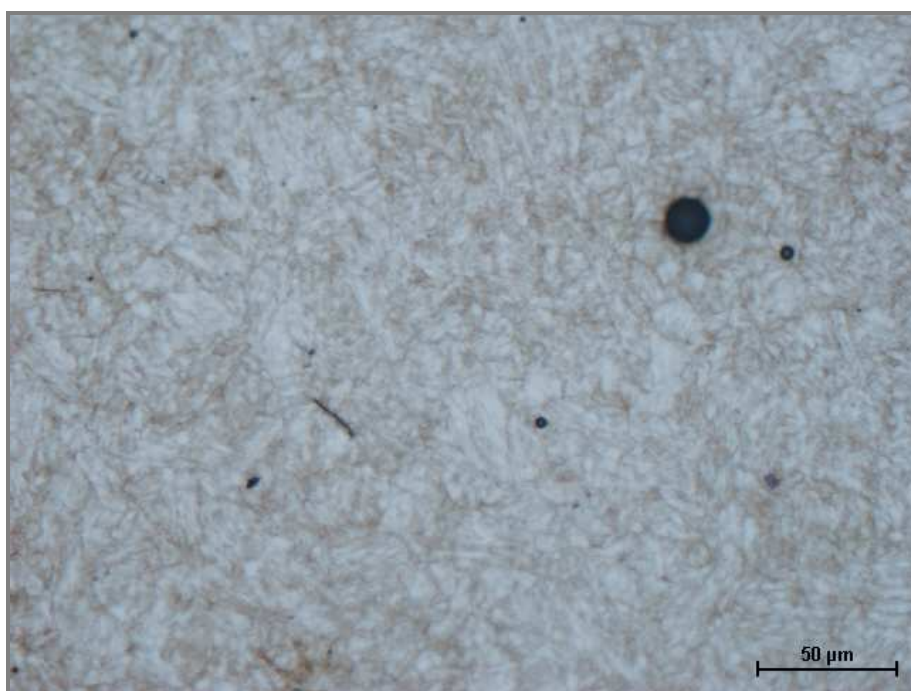
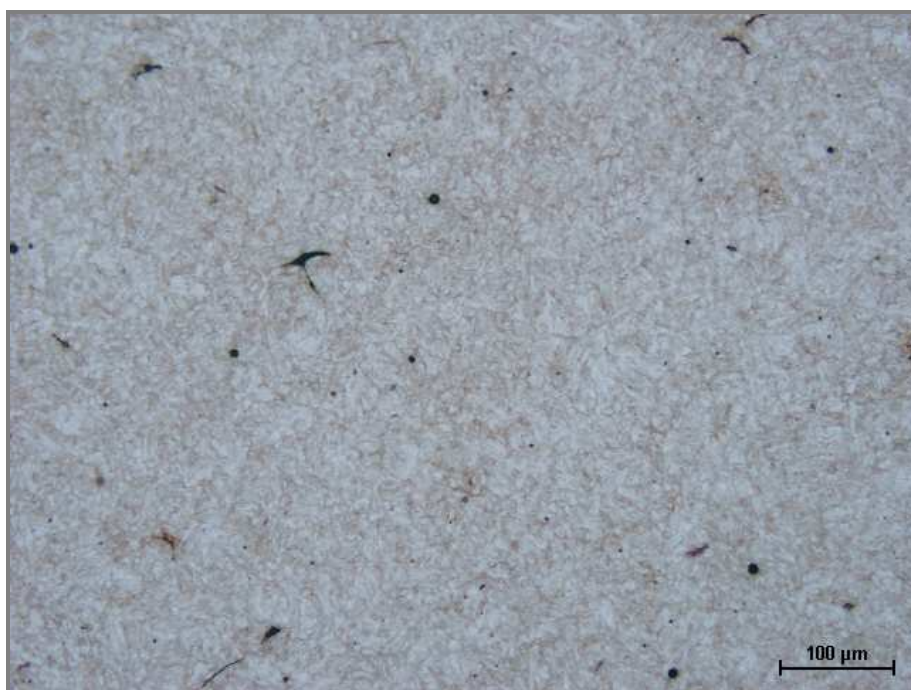
Příloha 2: Zkušební tyče pro tahovou zkoušku



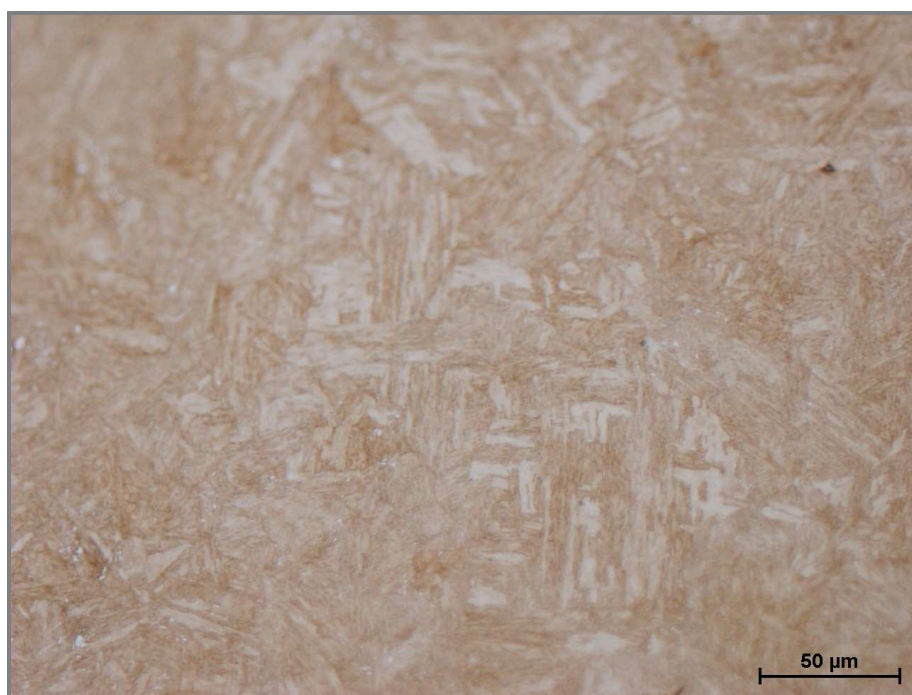
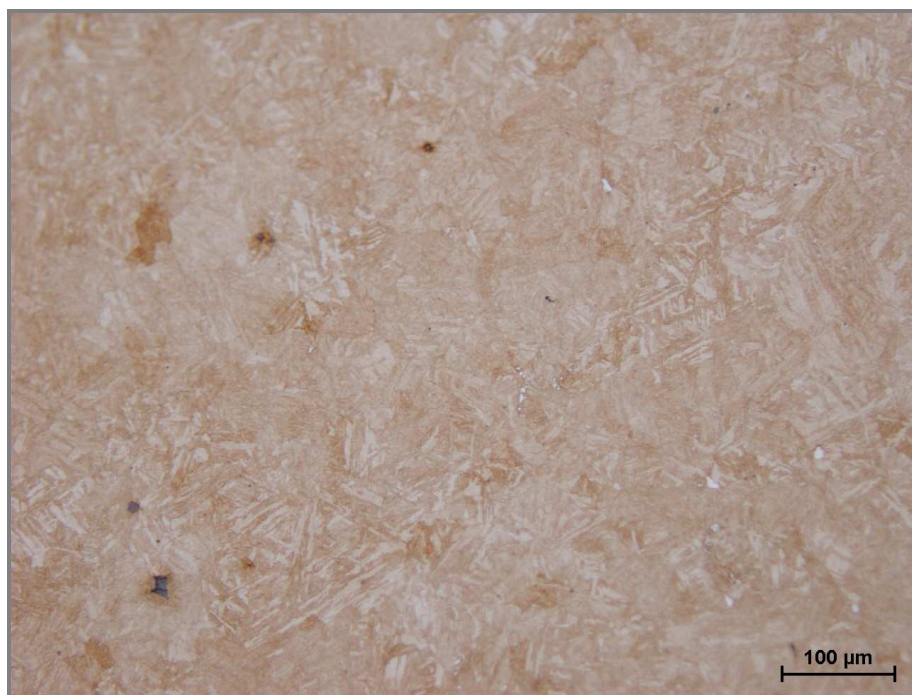
Příloha 3: Utržené tahové tyče z tahové zkoušky



Příloha 4: Snímky mikrostruktury z podélného řezu k ose biletů od M2 Cusing



Příloha 5: Snímky mikrostruktury z podélného řezu k ose biletů od ProX 300



Test report

Customer : Pantelejev - Koutný BP
 Test standard : CSN EN ISO 6892-1 (2017)
 Material : 1.2709-Maraging steel (SLM), HT
 Specimen type : 8x40mm, DIN 50125, Form C
 Tester : Ing. Josef Zapletal, Ph.D
 Machine data : Zwick Z250, Loadcell: 150 kN, Extensometer: MultiXtens,
 Pre-load : 2 MPa Speed, yield point : 0,00025 1/s
 Speed, E-Modulus : 0,00007 1/s Test speed : 0,0005 1/s

Test results:

Legend	Specimen ID	d ₀ mm	L ₀ mm	m _E GPa	R _{p0.2} MPa	F _m N	R _m MPa	R _B MPa	A _g %	A %
	PH1	8,032	39,98	199	-	107517	2120	2040	0,1	0,2
	PH2	8,078	39,98	142	-	56291	1100	1090	0,0	0,0
	PH3	8,086	39,99	164	-	57755	1120	1120	0,0	0,0
	CL1- lom mimo Lc	8,065	39,98	187	1910	99779	1950	1950	0,3	0,3
	CL2	8,070	40,02	200	1890	101211	1980	1980	0,7	0,7
	CL3	8,084	40,00	188	1860	101539	1980	1920	1,1	1,2

Series graph:

