



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV KONSTRUOVÁNÍ

INSTITUTE OF MACHINE AND INDUSTRIAL DESIGN

VÝVOJ MULTIMATERIÁLOVÉHO 3D TISKU KOVOVÝCH DÍLŮ TECHNOLOGIÍ SLM

THE DEVELOPMENT OF MULTIMATERIAL 3D PRINTING OF METAL PARTS BY SLM TECHNOLOGY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Jan Pliska

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav konstruování
Student: **Bc. Jan Pliska**
Studijní program: Strojní inženýrství
Studijní obor: Konstrukční inženýrství
Vedoucí práce: **doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D.**
Akademický rok: 2019/20

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 diplomové práce:

Vývoj multimateriálového 3D tisku kovových dílů technologií SLM

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Zpracování dvojice kovových materiálů aditivními technologiemi využívajícími lokálního nanášení prášku je možné a využívané, ovšem pomocí tzv. "powder bed" technologií (např. SLM) je to značně obtížné. V současné konfiguraci SLM 3D tiskárny na ÚK je možné nanášet více materiálů sekvenčně na sebe po skupinách vrstev nebo střídat nanášení různých materiálů po jednotlivých vrstvách. Ovšem vlastnosti spojení různých materiálů na rozhraní jednotlivých vrstev nejsou známy.

Typ práce: výzkumná

Výstup práce: publikační výsledek (J, D)

Projekt: MŠMT

Cíle diplomové práce:

Hlavním cílem je stanovit vhodné SLM procesní parametry pro zpracování multimateriálového rozhraní s kombinací materiálů na bázi mědi a železa.

Dílčí cíle diplomové práce:

- identifikovat vhodné materiálové dvojice na základě literární rešerše,
- navrhnout experimentální tělesa, metody testování a vyhodnocení,
- experimentálně stanovit optimální procesní parametry pro vybranou materiálovou dvojici,
- ověřit mechanické vlastnosti multi–materiálových vzorků.

Požadované výstupy: průvodní zpráva, fotografická dokumentace.

Rozsah práce: cca 72 000 znaků (40 – 50 stran textu bez obrázků).

Časový plán, struktura práce a šablona průvodní zprávy jsou závazné:

<http://ustavkonstruovani.cz/texty/magisterske–studium–ukonceni/>

Seznam doporučené literatury:

LIU, Z. H., D. Q. ZHANG, S. L. SING, C. K. CHUA a L. E. LOH. Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy. *Materials Characterization*. 2014, roč. 94, s. 116–125. ISSN 10445803.

BANDYOPADHYAY, A. a B. HEER. Additive manufacturing of multimaterial structures. *Materials Science and Engineering R: Reports*. 2018, roč. 129, č. March, s. 1–16. ISSN 0927796X.

SING, S. L., L. P. LAM, D. Q. ZHANG, Z. H. LIU a C. K. CHUA. Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Intermetallic phase formation between AlSi10Mg and C18400 copper alloy. *Materials Characterization*. 2015, roč. 107, s. 220–227. ISSN 10445803.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

V Brně, dne

L. S.

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

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

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá výzkumem a optimalizací procesních parametrů a metodologie výroby multimateriálových dílů vyrobených technologií SLM. V rámci práce jsou zkoumány materiály na bázi železa a mědi. Cílem práce je vytvoření kvalitního horizontálního a vertikálního multimateriálového rozhraní. V případě horizontálního rozhraní byly experimentálně stanoveny optimální procesní parametry pro zpracování vybraných materiálů, jejich následná optimalizace pro kvalitní horizontální rozhraní a ověření mechanických vlastností. Pro vertikální rozhraní bylo nutné navrhnout metodologii výroby a dále optimalizovat procesní parametry. Na závěr byly ověřeny některé mechanické vlastnosti rozhraní. Výzkum vertikálního rozhraní byl ovšem vědeckým úkolem s mírou nejistoty, a jelikož tato oblast ještě nebyla prozkoumána, ukázal se být komplexnějším problémem, než se předpokládalo. Nebylo možné jej tedy v daném časovém úseku a s dostupnými prostředky zcela objasnit. Práce poskytuje detailní popis mechanismů tvorby obou typů rozhraní a jejich vlastností a může sloužit jako základ pro další studium multimateriálového 3D tisku kovů na bázi železa a mědi.

KLÍČOVÁ SLOVA

SLM, multimateriál, měď, železo, materiálové rozhraní

ABSTRACT

This thesis deals with research and optimization of process parameters and methodology of production of multimaterial parts manufactured by SLM. This work investigates iron-based and copper-based materials. The aim of the work is to create a good-quality horizontal and vertical multimaterial interface. In the case of the horizontal interface, the optimal process parameters for the processing of selected materials, their subsequent optimization for a good-quality horizontal interface and verification of mechanical properties were experimentally determined. For the vertical interface, it was necessary to design a production methodology and further optimize the process parameters. Finally, some mechanical properties of the interface were determined. However, research of the vertical interface has been a scientific task with some degree of uncertainty, and as this area has not yet been fully explored, it has proved to be a more complex problem than previously thought. It was therefore not possible to completely clarify it in the given time and with the available means. This work provides a detailed description of the mechanisms of creating both types of interfaces and their properties and can serve as a basis for further study of multimaterial 3D printing of metals based on iron and copper.

KEYWORDS

SLM, multimaterial, copper, iron, material interface

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

PLISKA, Jan. *Vývoj multimateriálového 3D tisku kovových dílů technologií SLM*. Brno, 2020, 139 s. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/124833>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav konstruování. Vedoucí práce Daniel Koutný.

PODĚKOVÁNÍ

V první řadě bych rád poděkoval vedoucímu práce doc. Ing. Danielovi Koutnému, Ph.D. za vstřícný a obětavý přístup při řešení této diplomové práce, stejně jako všem ostatním z odboru RIAT, kteří mi byli neocenitelnou pomocí. Dále bych rád poděkoval doc. Ing. Liborovi Pantělejevovi, Ph.D. za konzultace a užitečné rady. V neposlední řadě bych rád poděkoval své rodině, bez jejichž pomoci a podpory by mé studium nebylo možné. Nakonec patří velký dík Patrikovi, Jakubovi a Tomášovi, bez vás by to nešlo.

PROHLÁŠENÍ AUTORA O PŮVODNOSTI PRÁCE

Prohlašuji, že diplomovou práci jsem vypracoval samostatně, pod odborným vedením doc. Ing. Daniela Koutného, Ph.D. Současně prohlašuji, že všechny zdroje obrazových a textových informací, ze kterých jsem čerpal, jsou řádně citovány v seznamu použitých zdrojů.

.....

Podpis autora

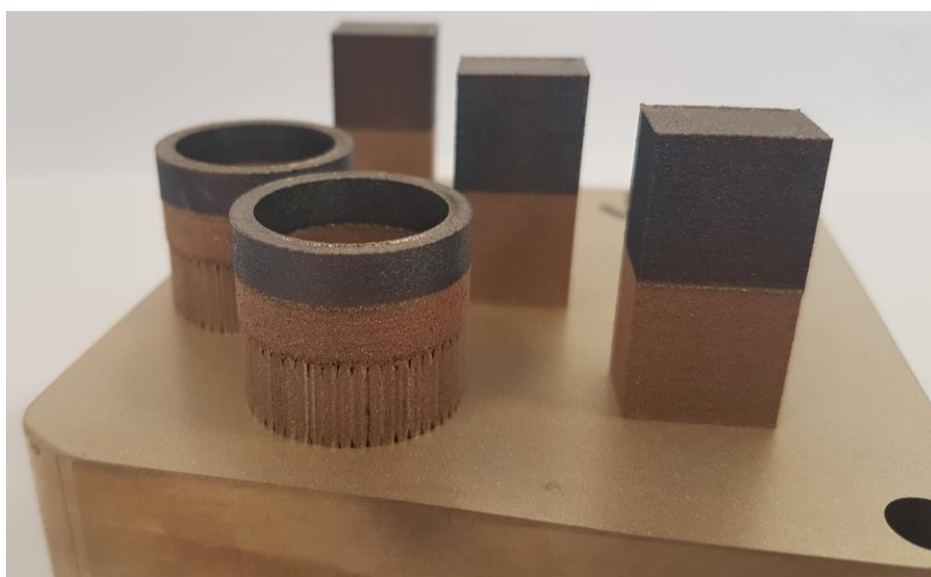
OBSAH

1	ÚVOD	13
2	PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ	14
2.1	Selective Laser Melting	14
2.1.1	Princip metody Selective Laser Melting	14
2.2	Multimateriálový 3D tisk	15
2.3	Multimateriálový 3D tisk kovů technologií SLM	15
2.3.1	Procesní parametry	15
2.3.2	Materiály vhodné pro multimateriálový 3D tisk kovů	17
2.3.3	Kombinace materiálů Fe-Cu	18
2.3.4	Kombinace materiálů Cu-Maraging ocel (1.2709)	21
2.3.5	Kombinace materiálů Cu-316L	25
2.3.6	Kombinace materiálů Fe-AlSi ₉ Cu ₃	30
2.3.7	Kombinace materiálů Cu-AlSi ₉ Cu ₃	31
2.3.8	Kombinace materiálů Cu-AlSi10Mg	32
3	ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE	36
3.1	Analýza problému	36
3.2	Analýza, interpretace a zhodnocení poznatků z rešerše	36
3.3	Cíle diplomové práce	38
4	MATERIÁL A METODY	39
4.1	Postup řešení	39
4.2	Zařízení SLM 280 HL	40
4.2.1	Popis zařízení	40
4.2.2	Nanášecí zařízení pro výrobu vertikálního rozhraní	41
4.3	Použité materiály	41
4.3.1	Slitina mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr	42
4.3.2	Maraging ocel (1.2709)	43
4.4	Metalografická analýza multimateriálových dílů	44
4.4.1	Vzorky pro metalografickou analýzu	44
4.4.2	Analýza rozhraní	44
4.5	Mechanické testování multimateriálových dílů	45
4.5.1	Testovací tělesa	45

4.5.2	Analýzy mechanických vlastností materiálů	46
4.6	Experimenty	46
4.6.1	Horizontální rozhraní	46
4.6.2	Vertikální rozhraní	49
5	VÝSLEDKY	58
5.1	Horizontální rozhraní	58
5.1.1	Výroba vzorků	58
5.1.2	Analýza relativní hustoty	60
5.1.3	Analýza rozhraní Experimentu H1 (Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr - Maraging ocel)	64
5.1.4	Analýza rozhraní Experimentu H2 (Maraging ocel - Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr; upskin/downskin)	67
5.1.5	Podrobná analýza vybraných vzorků	71
5.1.6	Mechanické testování	80
5.2	Vertikální rozhraní	83
5.2.1	Výroba vzorků	83
5.2.2	Ověření konceptu	85
5.2.3	Optimalizace PP Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr pro vertikální rozhraní a optimalizace nanášecí strategie	86
5.2.4	Optimalizace PP Maraging oceli pro vertikální rozhraní	91
5.2.5	EDS analýza vybraných vzorků	99
5.2.6	Mechanické testování	101
6	DISKUZE	103
7	ZÁVĚR	107
8	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	109
9	SEZNAM ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN	111
10	SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ	112
11	SEZNAM TABULEK	117
12	SEZNAM PŘÍLOH	119
13	PŘÍLOHY	120

1 ÚVOD

Selektivní laserové tavení (Selective Laser Melting, SLM) spadá do kategorie Aditivních výrobních technologií (Additive Manufacturing technologies, AM), využívajících k výrobě součástí natavování tenkých vrstev kovového prášku laserovým paprskem (tzv. metoda “powder bed“). Touto technologií lze vyrobit tvarově složité díly nevyrobitelné konvenčními metodami. Výroba součástí z jednoho druhu materiálu je již relativně běžně dostupnou výrobní metodou. Dalším logickým krokem ve vývoji a výzkumu této technologie je tedy simultánní zpracování dvojice materiálů a jejich kombinace přímo při výrobě metodou SLM (viz **obr 1-1**). Úspěšné zvládnutí tohoto procesu by mohlo vést k výrobě multimateriálových dílů žádaných například v lékařství, elektrotechnice, či leteckém nebo automobilovém průmyslu.



obr 1-1 Příklad multimateriálových těles vyrobených metodou SLM

V současné konfiguraci SLM 3D tiskárny na Ústavu Konstruování (VUT, FSI) lze nanášet více druhů materiálu sekvenčně na sebe v rámci jednotlivých vrstev, avšak vlastnosti rozhraní jednotlivých materiálů a samotná kvalita spojení zatím nebyla dostatečně prozkoumána.

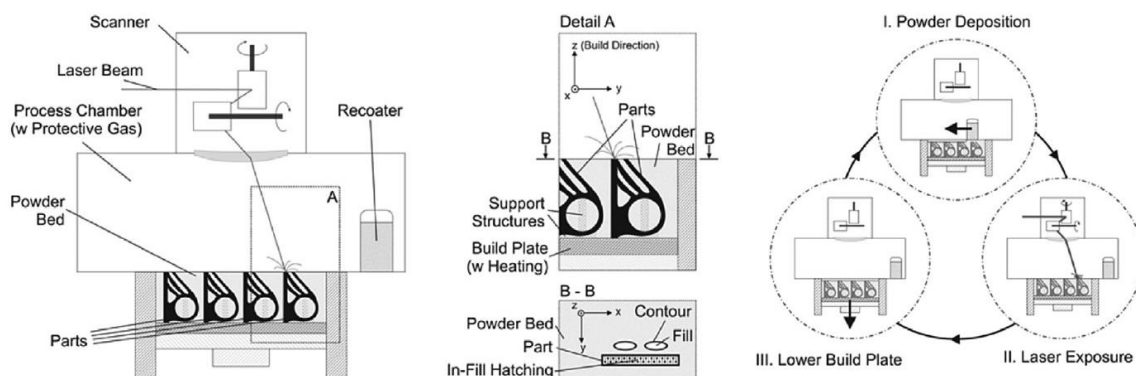
Tato diplomová práce si klade za cíl optimalizaci procesních parametrů a metodologie pro výrobu multimateriálových dílů technologií SLM. V rámci práce jsou zkoumány materiály na bázi železa a mědi. Spojení těchto materiálů má velký potenciál pro využití v praxi, například při výrobě konektorů či vstřikovacích forem pro výrobu plastů. Oproti svařování a jiným spojovacím technikám by tento způsob výroby přispěl ke zjednodušení konstrukce a zvýšení spolehlivosti spojů.

2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

2.1 Selective Laser Melting

2.1.1 Princip metody Selective Laser Melting

Metoda Selective Laser Melting (SLM), neboli selektivní laserové tavení, spočívá ve výrobě součástí natavováním tenkých vrstev prášku daného kovu přímo z 3D CAD (Computer Aided Design) modelu. Schéma výrobního procesu je vyobrazeno na **obr 2-1**.

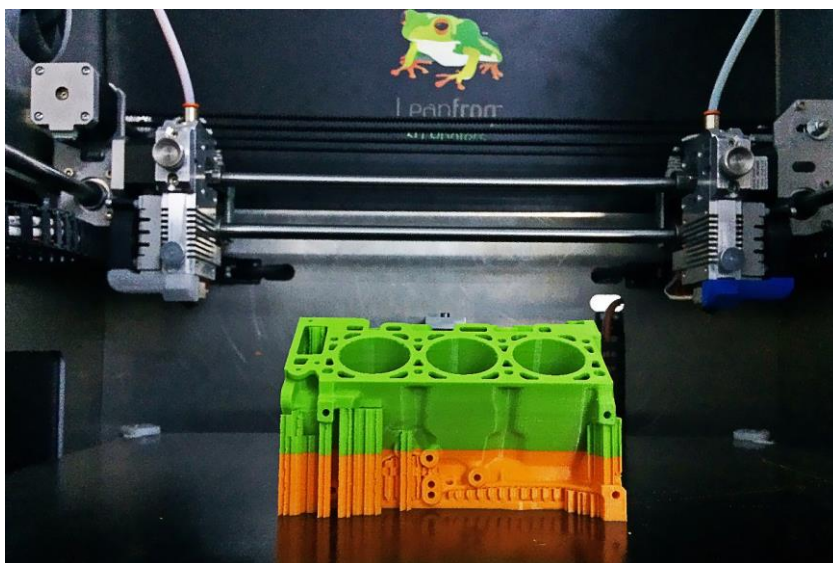


obr 2-1 Schéma výrobního procesu metodou SLM [1]

Kovový prášek je přiváděn na pracovní plochu buďto externě z nádoby mimo zařízení, nebo z vnitřního nanášecího zásobníku (recoateru), který zároveň při nanášení prášku pohybem přes pracovní plochu vytváří hladkou vrstvu materiálu konstantní tloušťky (viz I. Powder Deposition,). Následně dochází ke skenování daného průřezu součásti pomocí laseru. Překročením teploty tavení dojde k absolutnímu roztavení a spojení prášku ve skenovaném místě a po jeho následném ochlazení je výsledkem pevná kovová vrstva tvaru průřezu vyráběné součásti (viz. II Laser Exposure, **obr 2-1**). Posledním krokem výrobního procesu je pak snížení pracovní plochy o šířku vrstvy kovového prášku a celý proces je následně opakován (viz III. Lower Build Plate, **obr 2-1**). Celý proces výroby probíhá v ochranné inertní atmosféře tvořené obvykle argonem nebo dusíkem [1, 2].

2.2 Multimateriálový 3D tisk

Tisk objektů z více materiálů najednou je oblastí aditivních výrobních technologií, která přináší značnou výhodu oproti konvenčním výrobním procesům. Možnost vyrobit součást z více materiálů by mohla eliminovat nebo výrazně omezit nutnost sestavování složitějších celků, přispět ke zvýšení efektivity výroby či součásti samotné a snížení výrobních časů i nákladů. V současné době je ovšem multimateriálový 3D tisk doménou zejména plastového 3D tisku, jak je vyobrazeno na obrázku **obr 2-2** [3].



obr 2-2 Multimateriálový model vyrobený metodou Fused Deposition Melting [4]

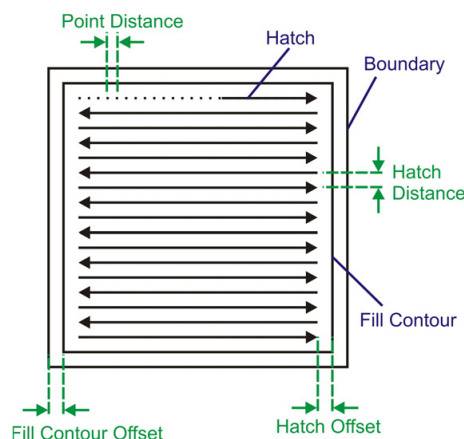
Obdobné zpracování kovových materiálů aditivními technologiemi je ovšem zatím poměrně neprobádanou oblastí. V současné době je možné nanášet vrstvy různých kovových prášku sekvenčně na sebe, ovšem procesní parametry, vzájemná interakce materiálů, a samotná kvalita rozhraní jsou hlavními problémy při tomto způsobu výroby.

2.3 Multimateriálový 3D tisk kovů technologií SLM

2.3.1 Procesní parametry

Procesní parametry mají zásadní vliv na výslednou kvalitu vyráběné součásti. Mezi nejdůležitější patří zejména výkon laseru, vzdálenost bodů, které jsou laserem skenovány (point distance) a délka expozice po kterou laser setrvává v určitém bodě (exposure time), potažmo rychlost skenování (která je rovna poměru point distance/exposure time), vzdálenost jednotlivých drah (hatch distance) a vypalovaných laserem.

Výkon laseru při skenování závisí na zpracovávaném materiálu. Nejvýznamnějšími faktory pro určení správné hodnoty výkonu jsou zejména teplota tavení materiálu a jeho odrazivost. Příkladem může být porovnání zpracování oceli a hliníku, kdy ocel má obecně vyšší teplotu tavení, ale v praxi je nutné použít vyšší výkon laseru pro zpracování hliníku kvůli jeho vyšší odrazivosti (viz **obr 2-3**) [5–7].



obr 2-3 Znárodnění vybraných procesních parametrů [7]

Skenovací rychlost laseru souvisí zejména s časem výroby dané součásti. Čím vyšší je rychlost skenování, tím je stavba rychlejší. Příliš vysoká rychlost má za následek menší hustotu energie v právě skenovaném místě, a tedy zde nemusí dojít k patřičnému prohřevu. Následkem nedostatečného ohřátí daného místa je rychlejší chladnutí taveniny, což má za následek jemnou mikrostrukturu, která ovlivňuje mechanické vlastnosti hotového materiálu [6].

Vzdálenost drah (hatch distance), tedy vzdálenost mezi jednotlivými stopami skenovanými laserem je dalším důležitým parametrem. Příliš velká vzdálenost mezi stopami může mít za následek nespojitost materiálu a vznik trhlin, nebo místa, kde nebyl prášek roztaven vůbec. V případě příliš malých vzdáleností je pak opětovně natavován již ztuhlý materiál a dochází tedy k nežádoucímu plýtvání energií a prodlužování výrobního času. [5, 6]

Dalším procesním parametrem je pak strategie skenování, tedy dráha, po které ke skenování během výroby dochází, čímž lze ovlivnit vnitřní pnutí materiálu a vznik trhlin při jeho chladnutí [6, 7].

Kombinací těchto parametrů pak lze získat výsledné množství energie přivedeného do skenovaného místa (tzv. melt pool), které je vyjádřeno rovnicí 2.1:

$$E = \frac{P}{v_s * h_d * t_l} \quad (2.1)$$

Kde E vyjadřuje hustotu energie ve skenovaném místě, P je výkon laseru, v_s skenovací rychlost, h_d je vzdálenost jednotlivých drah (hatch distance) a t_l je šířka provařené vrstvy [6].

2.3.2 Materiály vhodné pro multimateriálový 3D tisk kovů

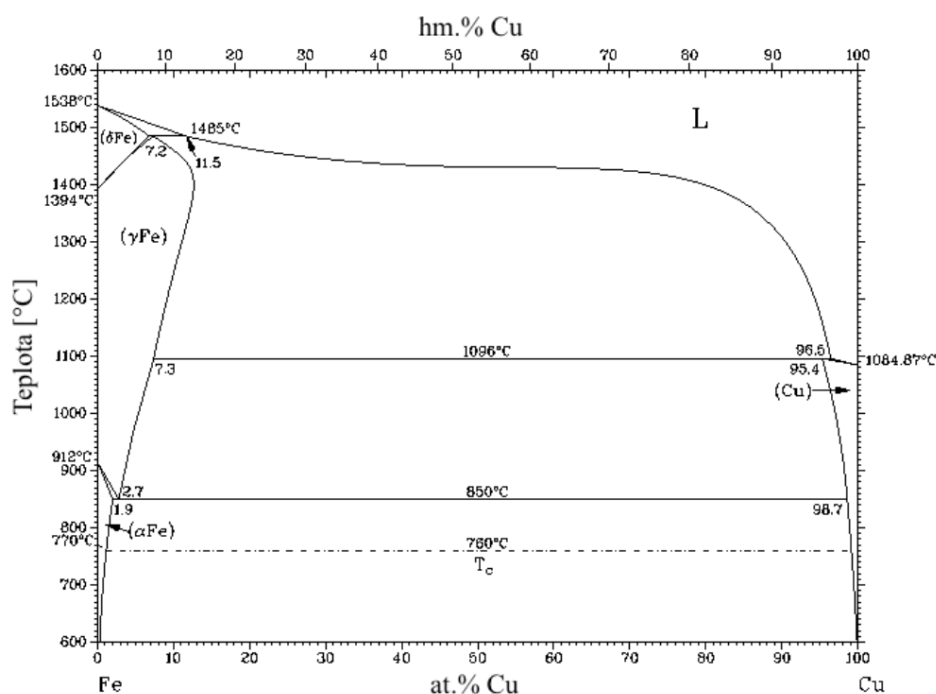
Během tavení a opětovném tunutí směsi dochází ke vzájemnému ovlivňování jednotlivých složek na rozhraní materiálů. Výsledkem těchto interakcí jsou časté problémy se vzájemným spojováním, které vyvstávají z rozdílných reakcí základních materiálů na termodynamickou aktivaci (tavení laserem). Mezi zásadní parametry ovlivňující spojení dvou materiálů patří koeficienty teplotní roztažnosti, míra absorpce energie, teploty tavení a teplotní vodivost. V současnosti je předmětem výzkumu v této oblasti kromě spojování materiálů na bázi polymerů či kovů i kombinace kovů a keramických materiálů [8] (viz **tab. 1**).

tab. 1 Vybrané materiálové kombinace, metody výroby (FDM – Fused Deposition Modeling, LC – Laser Consolidation, LENS – Laser Engineered Net Shaping, LMD – Laser Metal Deposition, DED – Direct Energy Deposition) a změna vlastností vzorku po spojení [8]

Compositions	Process	Properties (↑ Increase, ↓ Decrease, ↔ Moderate)
<i>Polymer-based</i>		
ABS + carbon fiber	FDM	↑↑ Tensile Strength, Modulus, ↓ Porosity
ABS + Fe/Cu	FDM	↑ Thermal Conductivity, ↓ Tensile Strength
PCL + TCP	FDM	↑ Osteoconduction, Bioactivity, Non-Toxic
PLA + carbon fiber	FDM	↑ Flexural Strength, Modulus
<i>Metal-Ceramic</i>		
16NCD13 + TiC	LC	↑ Hardness, No Defects, Fine TiC Particles
AZ91D + Al + SiC	LC	↓ Wear, ↑ Hardness, Dendritic Microstructure
CpTi + Zr	LENS	↓ Wear, ↑ Cell Attachment, Hardness
SS316 + Al ₂ O ₃	LENS	↑ Hardness, ↓↓ Porosity, Fine Grains
SS316 + BN	LENS	↑ Hardness, Wear Resistance
SS316 + YS-Zr	LENS	↑↑ Hardness, Micron-level Material Control
Ti6Al4V + TiC	LMD	↑ Hardness, Ultimate Tensile Strength
<i>Metal-Metal</i>		
CpTi + Ti-Ni-Si	LC	↑↑ Hardness, Wear Resistance
IN718 + Cu	LENS	↑ Thermal conductivity/diffusivity
IN718 + Ti6Al4V	LENS	↑ Functionality, Coherent Bimetallic Structure
IN625 + SS304	DED	↑↑ Hardness, Surface Finish, FGM
SS316 + SS430	LENS	↓ Porosity, ↓↑ Magnetism Functionality
SS316 + Ti6Al4V + NiCr	LENS	Coherent Multi-Layers, NiTi and Cr ₂ Ti Phase
Ti6Al4V + Ti + Al	DMD	↑ Hardness, ↓↑ Surface Finish, Cracks
Ti6Al4V + V	LMD	Coherent Bimetallic Structure, Crack-Free
Ti6Al4V + Nb	LMD	FGM, ↑ Thermal Performance Capabilities
Ti6Al4V + CoCrMo	LENS	↑ Hardness, Cell Proliferation, Wear Resistance

2.3.3 Kombinace materiálů Fe-Cu

Předmětem této práce je výzkum vzájemné interakce a procesních parametrů materiálů na bázi železa a mědi. Z binárního fázového diagramu čistého železa a mědi (viz **obr 2-4**) je patrné, že železo má výrazně vyšší teplotu tání (1538 °C) oproti mědi (1085 °C). Železo s mědí dále nevytvářejí žádnou intermediární fázi, ale vytvářejí stabilní tuhé roztoky. V diagramu lze dále pozorovat změnu rozpustností s klesající teplotou, kdy se snižuje mezní rozpustnost mědi v α Fe i rozpustnost železa v mědi. Nejvyšší rozpustnost mědi v α Fe nastává při 1,9 Hm.% za teploty 850 °C (levá strana diagramu). Obdobně nejvyšší rozpustnost železa v mědi nastává při teplotě 1096 °C a koncentraci 95,4 Hm.% Cu. Obecně lze říci, že za teploty nižší než 600 °C je železo s mědí jen málo mísitelné. Za pokojové teploty se materiál v diagramu Fe-Cu bude skládat ze směsi tuhého roztoku na bázi železa a tuhého roztoku na bázi mědi [9, 10].



obr 2-4 Binární fázový diagram Fe-Cu [9]

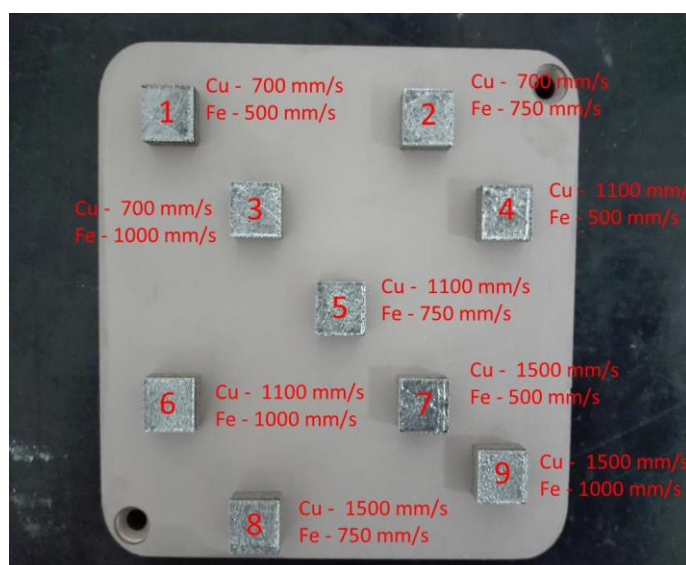
K zajištění kvalitního materiálového rozhraní při zpracování více materiálů metodou SLM je žádoucí mimo jiné i dobrá mísitelnost jednotlivých materiálů. Spolu s vysokou obtížností zpracování čisté mědi kvůli její vysoké odrazivosti a tepelné vodivosti se v praxi při spojování železa a mědi častěji využívá slitin na bázi alespoň jednoho z těchto prvků.

V práci [5] se **Plachý et al.** (2017) v rámci studijního projektu zabývali zpracováním čistého železa (Fe) a slitiny na bázi mědi (Cu7.2Ni1.8Si1Cr) metodou SLM. Použité procesní parametry jsou shrnuty v tabulce **tab. 2**.

tab. 2 Použité procesní parametry pro tisk Fe-Cu [5]

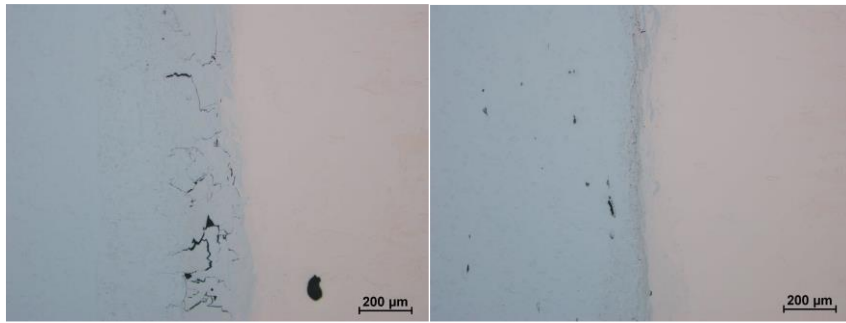
	Cu7.2Ni1.8Si1Cr	AlSi9Cu3	Fe
Výška vrstvy [μm]	50	50	50
Hatch distance [μm]	90	120	90
Výkon laseru [W]	400	350	400
Scanovací rychlost [mm/s]	1100	1200	750
Strategie tisku	chessboard	chessboard	stripe

Pro analýzu materiálového rozhraní bylo vyrobeno celkem 9 kvádrů o velikosti 10 x 10 x 5 mm. Spodní 3 milimetry byly vyrobeny ze slitiny mědi a zbylé 2 mm z čistého železa. Jedinou proměnnou výrobních parametrů byla v tomto případě skenovací rychlost laseru, viz **obr 2-5**.



obr 2-5 Vyrobená testovací tělesa s užitými rychlostmi skenování [5]

Tisk výše popsaných vzorků proběhl s uspokojivým výsledkem. Během výroby nedošlo k delaminaci materiálů. Po odřezání byly vzorky podrobeny metalografické analýze. Výsledky této analýzy jsou vyobrazeny na **obr 2-6**. Na snímku vlevo je možné vidět mikrotrhliny na straně čistého železa o velikosti dosahující až 200 mikrometrů, je tedy zřejmé, že u tohoto vzorku nedošlo k dokonalému spojení materiálů. Na snímku vpravo je vyobrazen jeden ze vzorků s minimem mikrotrhlin, a tedy použité procesní parametry pro takto hodnocené vzorky byly vyhodnoceny jako dostačující a použity pro tvorbu tahových těles, které sloužily k vyhodnocení mechanických vlastností (viz **obr 2-7**) [5].



obr 2-6 Snímky naleptaných metalografických výbrusů ze vzorků s největším výskytem trhlin (vlevo) a nejnižším výskytem trhlin (vpravo) [5]



obr 2-7 Lomová plocha tahových těles po materiálovém testování [5]

Tahová tělesa byla vyrobena s několika sety procesních parametrů vycházejících z materiálové analýzy. Ze snímku je patrné, že průběh a tvar deformace sledovaných těles je téměř shodný, a tedy různé procesní parametry v tomto případě nemají zásadní vliv na mechanické vlastnosti.

Bimetalický materiál vykazoval průměrnou hodnotu meze pevnosti $R_m = 506 \text{ MPa}$, což je hodnota přibližně v polovině rozmezí hodnot pro čisté železo (450 MPa) a měděné slitiny (545 MPa). Z **obr 2-7** je patrné, že výraznější kontrakce nastala v oblasti vzorků tvořené čistým železem, a že u měděné slitiny došlo k porušení v rovinách skluzu s úhlem 45° [5].

2.3.4 Kombinace materiálů Cu-Maraging ocel (1.2709)

Wallis et al. (2016) [11] se zabývali výrobou maraging oceli (1.2709) metodou SLM na pevnou desku z čisté mědi (2.0090) vyrobenou konvenčním způsobem. Jejich motivací byla snaha o spojení dobrých materiálových vlastností maraging oceli, zejména pevnosti a odolnosti proti namáhání, s vysokou tepelnou vodivostí mědi. Potenciál tohoto spojení by mohl být v praxi využit například při výrobě vstřikovacích forem pro výrobu plastů nebo výměníky tepla. Práce byla zaměřena na studium procesních parametrů a jejich vlivu na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti rozhraní materiálů.

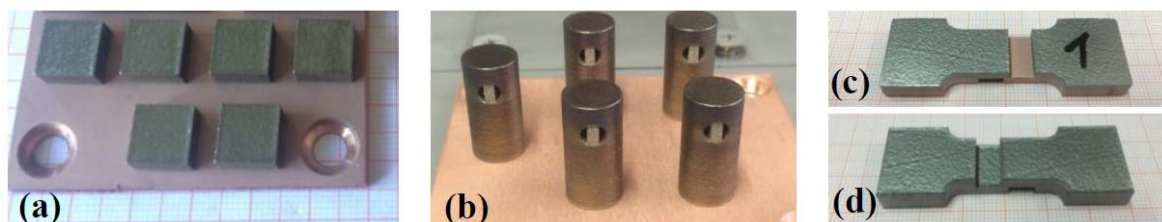
Jak již bylo zmíněno výše, výchozími materiály byl kovový prášek maraging oceli s velikostí částic 16-48 μm . Podkladem při výrobě byla měděná deska o velikosti 60 x 70 x 3 mm^3 . V první fázi byla provedena studie procesních parametrů s cílem nalézt optimální hodnoty pro co nejkvalitnější spojení mědi a oceli. Hodnoty procesních parametrů pro jednotlivé vzorky jsou vyobrazeny v **tab. 3**.

tab. 3 Varianty procesních parametrů pro výrobu maraging oceli metodou SLM [11]

Parameter	1	2	3	4	5	6
v_L [mm/s]	480	565	640	738	800	960
P_L [W]				285		
Δ_{xy} [mm]				0,11		
h [μm]				40		
E_L [J/mm]	0,6	0,5	0,45	0,4	0,35	0,3
E_V [J/mm ³]	135	115	101	88	81	68

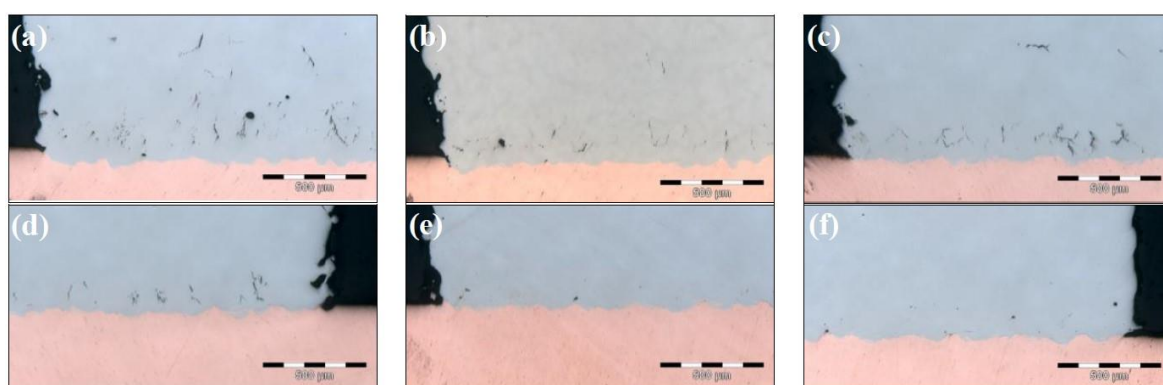
Pro metalografickou analýzu byly vyrobeny kvádry o velikosti 10 x 10 x 5 mm^3 . Příčné průřezy vzorků byly následně vyleštěny a zkoumány pomocí světelné mikroskopie. Pro získání detailnějších snímků a vyhodnocení kvality rozhraní byly vzorky dále vyhodnoceny pomocí elektronové mikroskopie (Scanning Electron Microscopy, SEM), energiově disperzní spektrometrie (Energy dispersive spectroscopy, EDS) a podrobeny analýze metodou difrakce zpětně odražených elektronů (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD).

Pro vyhodnocení mechanických vlastností materiálového rozhraní byla dále vyrobena válcová tahová tělíska o průměru 10 mm. Hodnocení spojení při namáhání smykem bylo provedeno na speciálních testovacích vzorcích (viz **obr 2-8**) [11].



obr 2-8 Testovací tělesa; a) kvádry pro metalografickou analýzu, b) tahová tělíska, c) bimetalová tělesa pro zkoušku zatížení smykem, d) tělesa pro zkoušku zatížení smykem vyrobená z maraging oceli [11]

Na základě výsledků světelné mikroskopie byly identifikovány optimální procesní parametry (viz **obr 2-9**). Ze snímků vyplývá, že se snižující se dodanou energií (tedy zvyšující se rychlostí skenování) se zmenšuje množství i velikost mikrotrhlin v oceli.

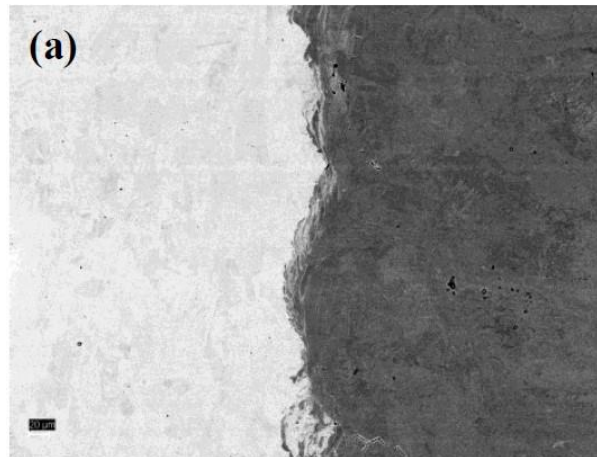


obr 2-9 Snímky materiálového rozhraní získané pomocí světelné mikroskopie pro jednotlivé sady procesních parametrů; a) set 1, b) set 2, c) set 3, d) set 4, e) set 5, f) set 6 [11]

Dále je důležité podotknout, že při vyšší dodané energii dochází k hlubší penetraci oceli do měděného substrátu, což vede k hlouběji položenému rozhraní (**obr 2-9 a**) versus **obr 2-9 f**). Materiálové rozhraní má vlnovitý charakter s odchylkou přibližně 70 µm.

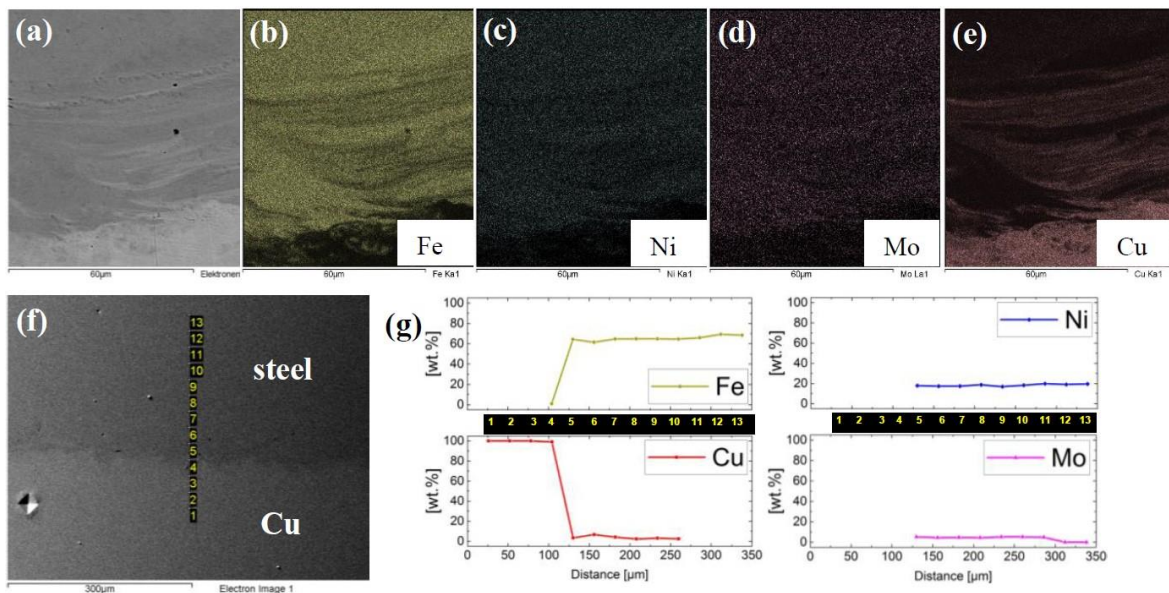
Díky téměř dokonale bezporuchovému rozhraní při použití procesních parametrů setu 6 byl tento vzorek podroben další analýze pomocí elektronové mikroskopie a tyto parametry byly zároveň použity pro výrobu testovacích těles.

Výsledek snímání elektronovým mikroskopem (SEM) je vyobrazen na **obr 2-10**. Je zde jasně viditelný vlnovitý charakter rozhraní, charakterizující mikrostrukturální vazby mezi ocelí a mědí. Nejsou zde viditelné žádné další intermetalické fáze, což je v souladu s binárním fázovým diagramem (viz **obr 2-4**).



obr 2-10 SEM snímek materiálového přechodu Maraging ocel/Cu [11]

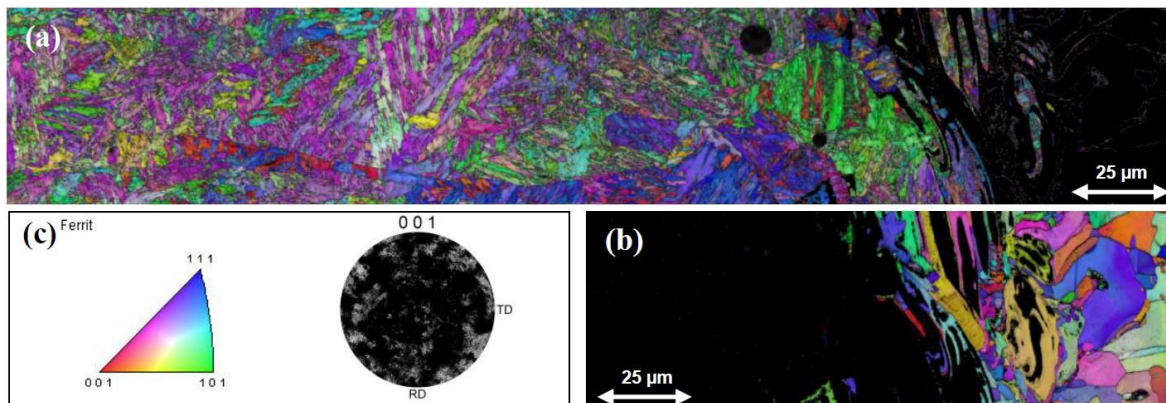
Dalším krokem bylo provedení EDS analýzy rozhraní, pro identifikaci prvků vyskytujících se v přechodové oblasti a určení míry difuze kovů během výroby.



obr 2-11 a) SEM snímek, b-e) EDS analýza jednotlivých prvků obsažených v oceli na rozhraní kovů, f) rozložení bodů snímaných metodou EDS, g) rozložení Fe, Cu, Ni a Mo v závislosti na vzdálenosti od rozhraní [11]

Z výsledků (obr 2-11) je patrné, že měď během výroby proniká až 150 μm do oceli, zatímco železo a další prvky obsažené v oceli nevyznačují téměř žádnou difuzi směrem do mědi. Dalším důležitým úkazem je rovnoměrné rozložení oceli na rozhraní, což opět naznačuje absenci intermetalických fází.

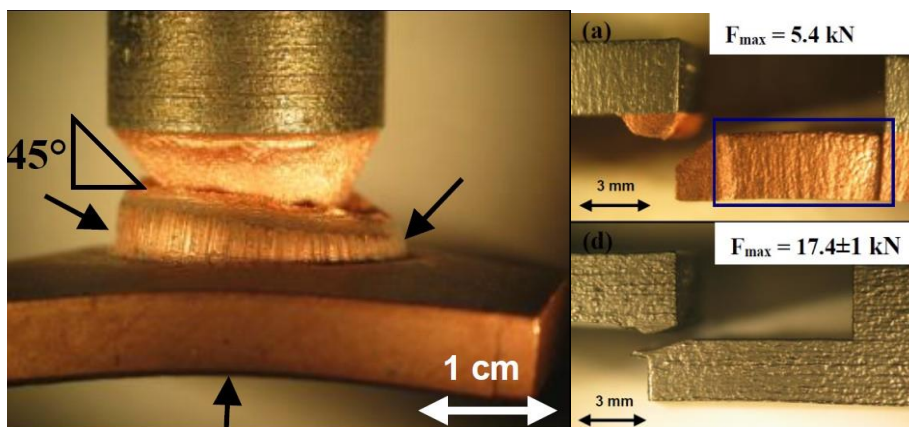
Nakonec byl vzorek podroben analýze pomocí difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) rozlišující měď, ferit a martenzit. Inverzní zobrazení orientace zrn v materiálu vyobrazené na **obr 2-12** dokazují, že v oceli (**obr 2-12 a**) neexistuje převládající směr orientace zrn a struktura je tedy tvořena ultrajemnou neorientovanou mikrostrukturou s velikostí zrn do několika μm , což je pravděpodobně způsobeno rychlým ochlazováním během výroby [11].



obr 2-12 Výsledky EBSD analýzy; a) martenzit, b) orientace zrn mědi, c) legenda ukazující barvy náležící jednotlivým orientacím zrn materiálu [11]

Oblast bohatá na měď naproti tomu obsahuje větší zrna. Materiálové rozhraní je charakterizováno vzájemným mícháním přesycených roztoků železa (oceli) a mědi na mikrostrukturálních úrovních.

Analýza materiálových vlastností se sestávala z tahové zkoušky (pull-off test) a testování speciálních těles pro smykové namáhání (viz **obr 2-8 b, c**). Po aplikaci tahové síly na válcové testovací těleso se měděný substrát začal plasticky deformovat až do selhání měděné části. Způsob selhání vyznačuje příznaky houževnatého lomu, například směr deformace měděné části se projevil pod úhlem 45° od směru zatěžující síly (viz **obr 2-13** (vlevo)). Ze snímku vyplývá, že pevnost materiálového rozhraní byla vyšší než mez pevnosti mědi. Během testu byla naměřena nejvyšší zátěžná síla 17 kN.



obr 2-13 vlevo: vzorek tahové zkoušky po ukončení testu, šipky znázorňují oblasti plastické deformace mědi; vpravo: výsledek testu smykového namáhání bimetallického vzorku (a) a referenčního ocelového vzorku (d) [11]

Dále byla pro ověření pevnosti rozhraní provedena smyková zkouška. Z **obr 2-13** (vpravo, a)) je zřejmé, že spojení materiálů bylo natolik pevné, že k selhání materiálu opět došlo v měděné části testovaného vzorku. Rovina lomu opět svírá úhel 45° ke směru zatěžování, poukazující na houževnatou povahu lomu. Dále lze na tomto snímku pozorovat deformaci měděné části v důsledku protažení před selháním (modrý obdélník), což naznačuje víceosé namáhání.

Obdobně jako u bimetallického vzorku, u celooceľového testovacího tělesa opět došlo k houževnatému lomu (viz **obr 2-13** (vpravo, d)), ovšem zde došlo k selhání v oblasti blízko stykové plochy. Maximální zátěžná síla u bimetallického vzorku dosáhla 5,4 kN a u celooceľového tělesa 17,5±1 kN.

Na závěr bylo provedeno měření mikrotvrdości na materiálovém rozhraní. Zde byl pozorován ostrý přechod z hodnoty 94 HV v měděné části vzorku na hodnotu 480 HV v případě maraging oceli. Přechodová oblast mezi těmito hodnotami činila přibližně 100-200 μm, což odpovídá difuzní oblasti získané z EDS analýzy. [11]

2.3.5 Kombinace materiálů Cu-316L

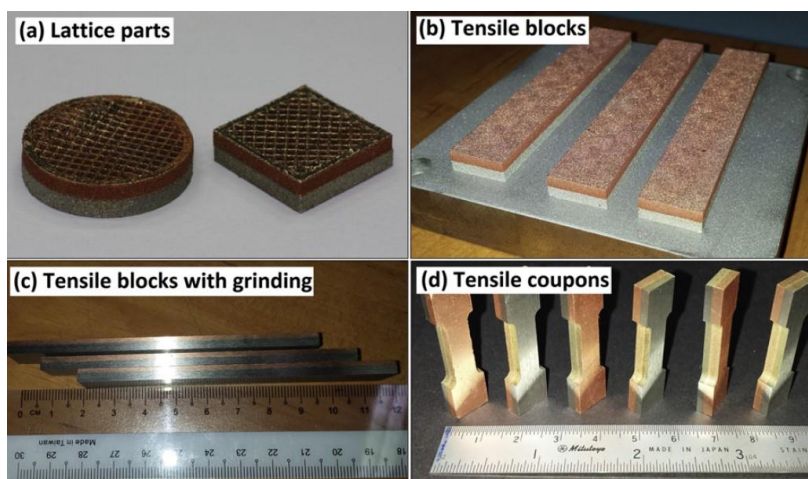
Liu et al. (2014) [12] se zabývali spojením nerezové oceli 316L a měděné slitiny C18400. Cílem tohoto výzkumu bylo zkombinovat vysokou pevnost a odolnost proti korozi materiálu 316L s dobrou elektrickou vodivostí mědi s potencionálním využitím ve fúzních reaktorech, automobilním či leteckém průmyslu nebo výrobě kuchyňského náčiní.

V této práci byly použity kovový prášek 316L s velikostí částic mezi 10 a 38 μm a prášek měděné slitiny C18400 o velikosti částic 38 μm. Pro zpracování byly použity procesní parametry z **tab. 4** [12].

tab. 4 Procesní parametry pro zpracování 316L a C18400 [12]

	316L stainless steel	Copper C18400
Laser power (W)	125	300
Laser scan speed (mm/s)	150	400
Layer thickness (μm)	50	50
Hatch spacing (mm)	0.15	0.15
Remelting	No	Yes
Island length (mm)	5 x 5	4 x 4
Island overlap (mm)	1	1
Relative density (%)	99.9	92.9

Byly vyrobeny dva typy testovacích těles, a to mřížkovité kupony (viz **obr 2-14** (a)) a bimetalové bloky (viz **obr 2-14** (b), (c)), ze kterých byla následně vyrobena tahová testovací tělesa (viz **obr 2-14** (d)). Žádné ze zmiňovaných těles nevykazovalo známky delaminace (viz **obr 2-14** (c)), a mohlo tedy být přikročeno k analýze materiálového rozhraní.

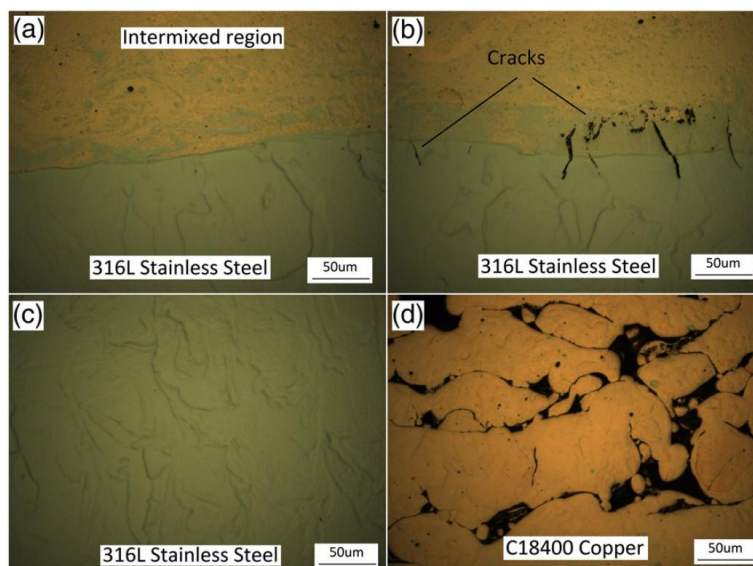


obr 2-14 Vyrobena testovací tělesa z 316L a C18400; (a) mřížkovité kupony, (b) bimetalové bloky, (c) boční profil bimetalových bloků bez známek delaminace, (d) hotová tahová testovací tělesa [12]

Pro analýzu přechodu byla využita světelná mikroskopie a pro důkladnější zkoumání iontová mikroskopie (Focused Ion Beam Imaging, FIB) a energiově disperzní spektrometrie (EDS). Na závěr byla použita analýza metodou EBSD ke zjištění velikosti a orientace zrn.

Vyhodnocování materiálových vlastností spočívalo z tahových zkoušek bimetalových tahových těles a měření mikrotvrdomosti jednotlivých složek.

Výsledné snímky ze světelné mikroskopie ukazují, že došlo k utvoření dobře přiléhajícího spojení mezi materiály. Na rozhraní lze vidět oblast kde došlo k promíchání jednotlivých složek zejména díky difuzi (viz **obr 2-15** (a)) Tato oblast má šířku přibližně 750 μm , což je nečekaně vysoká hodnota v porovnání s šířkou nanášené vrstvy 50 μm [12].

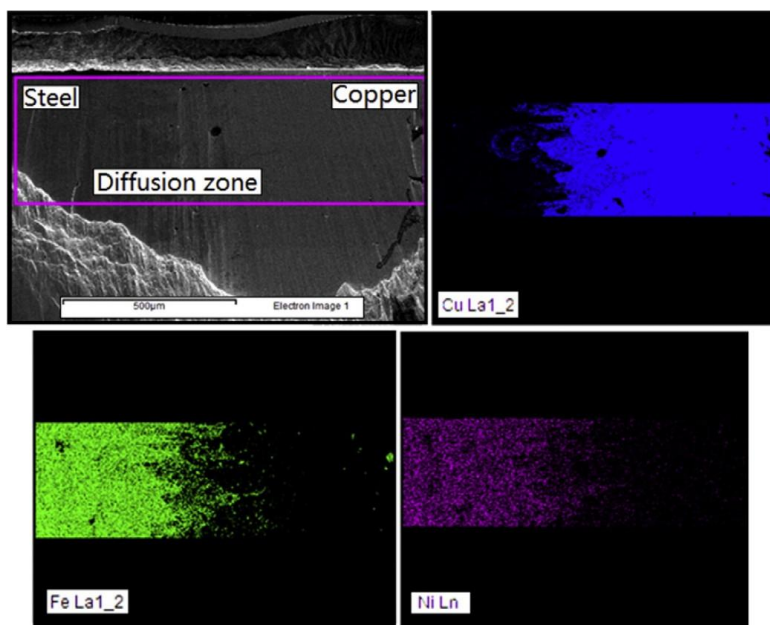


obr 2-15 Vybrúšené a vyleštené materiálové rozhraní; (a) prechodová oblasť, (b) poruchy na rozhraní materiálov, (c) mikrostruktúra oceli, (d) mikrostruktúra miedenej slitiny [12]

Na rozhraní sa objavili sporadické praskliny na strane oceli (viz **obr 2-15 (b)**). Ty boli spôsobené pravdepodobne rozdielnymi materiálovými vlastnosťami ako je koeficient teplotnej rozťažnosti. Dalším faktorom mohlo byť proniknutie miede na hranice austenitických zŕn oceli. Pri nízkem obsahu miede ve smiesi nemá vliv na vnútŕni pnutí v materiálu. Se zvyšujúcim se obsahom miede ovšem dojde k její difuzii do hranic zŕn oceli, kde spôsobuje zvýšenie pnutí a následně propagaci trhlin po hranách zŕn. Mikrostruktúra čisté oceli byla téměř neporézní a neobsahovala téměř žádné vady (viz **obr 2-15 (c)**), naproti tomu mikrostruktúra čisté miede vykazovala vysokou porozitu, pravdepodobne kvôli nedostatečnému roztavení prášku spôsobeném vysokou odrazivosťou a tepelnou vodivosťou miede (viz **obr 2-15 (d)**). Řešením tohoto problému by mohlo být navýšenie výkonu laseru, snížení skenovací rychlosti, popřípadě zmenšenie tloušťky nanášené vrstvy prášku při výrobě.

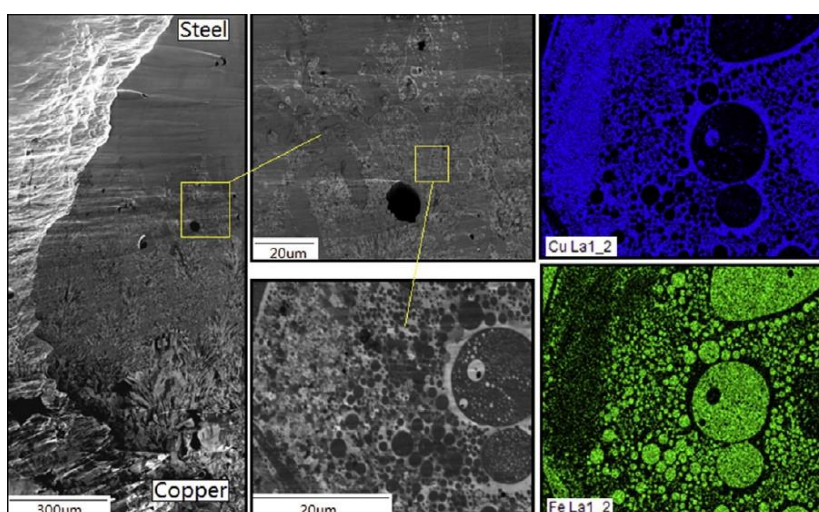
Analýza za pomoci FIB potvrdila jemnou mikrostruktúru na rozhraní s veľikostí zŕn od 1 do 10 μm i šířku oblasti kde došlo k promíchání materiálov (750 μm). Jemná mikrostruktúra je prisuzovaná rychlému chladnutí během výrobního procesu metódou SLM. Nicméně v oblastech čisté oceli i miede měla mikrostruktúra hrubší charakter v porovnání s oblastí na rozhraní [12].

Pro bližší prozkoumání difuze mezi ocelí a miedí v hraniční oblasti byla provedena analýza metódou EDS. Metoda prokázala dobré promíchání oceli s miedí, stejně jako projevy difuze na obě strany rozhraní (viz **obr 2-16**).



obr 2-16 EDS analýza rozhraní L316/Cu [12]

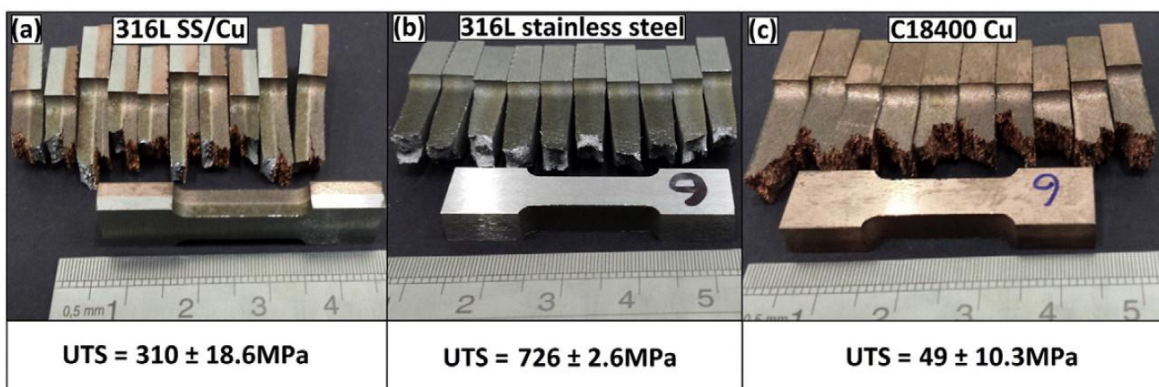
Při bližším zkoumání mikrostruktury bylo zjištěno, že ocel tvoří velké kulovité částice v měděné matici. Toto zjištění naznačovalo, že hraniční oblast byla z větší části tvořena mědí. Formování kulovitých částic mohlo být způsobeno úkazem známým jako separace tekutin, který se objevuje například při svařování mědi a železa [12]. Přestože jsou železo i měď v tekutém stavu bezesbýtku mísitelné, díky charakteru SLM procesu došlo k podchlazení směsi přesycených roztoků umocněnému tepelnou vodivostí mědi. V této fázi došlo opět k rozdělení směsi na tekuté železo a měď. Ten samý proces se následně opakoval ještě jednou což mělo za následek vznik jemných částic mědi uvnitř velkých ocelových částic (viz obr 2-17).



obr 2-17 EDS analýza při větším zvětšení směsi ocel/Cu na rozhraní [12]

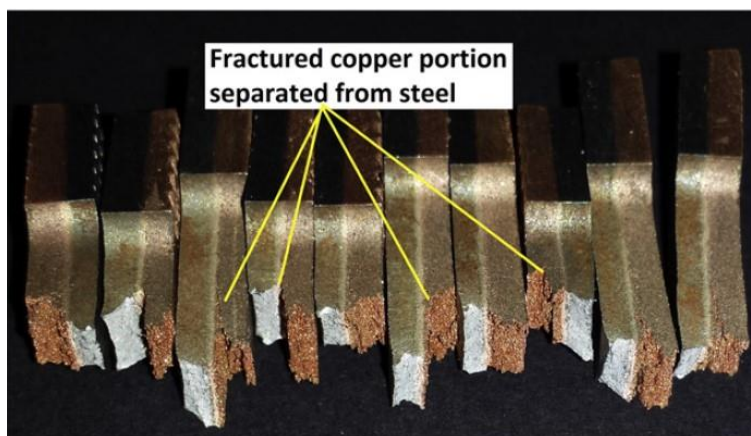
Na závěr byla provedena analýza rozhraní metodou EBSD, která ukázala, že v oblasti blíže oceli se mikrostruktura skládala z podlouhlých a velmi jemných zrn oceli, na pomezí materiálů byla struktura směsí jemných zrn a větších zrn mědi a v místě přechodu do oblasti měděné slitiny byla mikrostruktura dominantně tvořena širokými hrubými zrny mědi.

Testování mechanických vlastností probíhalo za použití tahových těles vyrobených z bimetalických bloků obrobených do podoby tahových těles. Zároveň byla vyrobena referenční tahová tělesa vyrobená z čisté oceli 316L a slitiny mědi. Hodnoty meze pevnosti v tahu (Ultimate Tensile Strength, UTS) pro jednotlivé kombinace jsou vyobrazeny na **obr 2-18**. U čistě ocelových těles bylo dosaženo přibližně o 15 % vyšší hodnoty UTS než u konvenčně vyráběné oceli, zejména díky jemné mikrostruktuře. Na druhou stranu hodnoty mědi vyrobené metodou SLM byly nižší než u konvenčně vyráběného materiálu, a to kvůli vysoké porozitě a nedokonalému roztavení prášku při výrobě. Hodnoty UTS u bimetalických těles byly výrazně vyšší než u těles vyrobených z čisté mědi, ale přibližně poloviční oproti tělesům vyrobených z oceli.



obr 2-18 Tahová tělesa po provedení zkoušky; (a) bimetalická, (b) čistá ocel 316L, (c) čistá C18400 [12]

Při bližším zkoumání místa poruchy bimetalických vzorků bylo zjištěno, že k porušení došlo většinou na straně mědi. Tento fakt naznačoval, že spojení obou materiálů bylo pevnější než nejslabší článek, tedy zmiňovaná měděná část. Samotné rozhraní neslo známky převážně houževnatého lomu zejména na straně oceli. Naproti tomu u měděné části se projevil vliv nedokonale roztaveného materiálu a vysoce porézní struktury (viz **obr 2-19**).



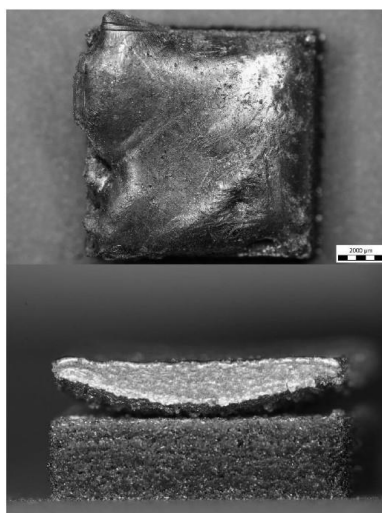
obr 2-19 Detail přetržených bimetalových tahových těles [12]

Nakonec bylo provedeno měření mikrotvrdomosti materiálů. Ocelová část vykazovala hodnotu 259 ± 7 HV, kdežto měď dosahovala hodnoty pouze 74 ± 5 HV. Celkem bylo provedeno 16 měření v okruhu 1 mm od rozhraní. Průběh mikrotvrdomosti byl přibližně lineární, plynule klesající od maximální hodnoty oceli na jedné k minimální hodnotě na straně mědi [12].

2.3.6 Kombinace materiálů Fe- AlSi_9Cu_3

Plachý et al. (2017) [5] se ve své práci dále zabývali studiem materiálového rozhraní čistého železa a AlSi_9Cu_3 . Byly vyrobeny kvádry o velikosti $10 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$, kdy spodní 3 mm byly tvořeny železem a zbylá část hliníkovou slitinou. Použité procesní parametry jsou zaznamenány v tab. 2. U jednotlivých vzorků byla měněna pouze rychlost skenování, která byla nastavena na 500, 750, 1000 mm/s pro Fe a 900, 1200 a 1500 mm/s pro hliníkovou slitinu. V této konfiguraci ovšem došlo k delaminaci při stavbě 7. vrstvy hliníku (viz **obr 2-20**). Jelikož se tento defekt projevil postupně u všech vzorků, bylo rozhodnuto v tomto experimentu nepokračovat.

Za jeden z důvodů neúspěchu byla považována kvalita povrchu spodního materiálu, proto byl vytvořen další experiment s cílem odladit procesní parametry pro horní vrstvu železné části vzorku. Bylo vytvořeno celkem 56 vzorků tvaru kvádr o rozměrech $5 \times 5 \times 3 \text{ mm}^3$, na kterých byly testovány různé hodnoty výkonu laseru (100-400 W), rychlost skenování (200-800 mm/s) spolu s různým nastavením fokusu laseru, strategie skenování. Na některé vzorky byl aplikován upskin-remelting (dvojitě skenování horní vrstvy bez posuvu platformy) a upskin recoating (nanesení další vrstvy materiálu bez poklesu platformy a opětovné skenování).



obr 2-20 Deformovaný vzorek kombinace Fe/hliníková slitina [5]

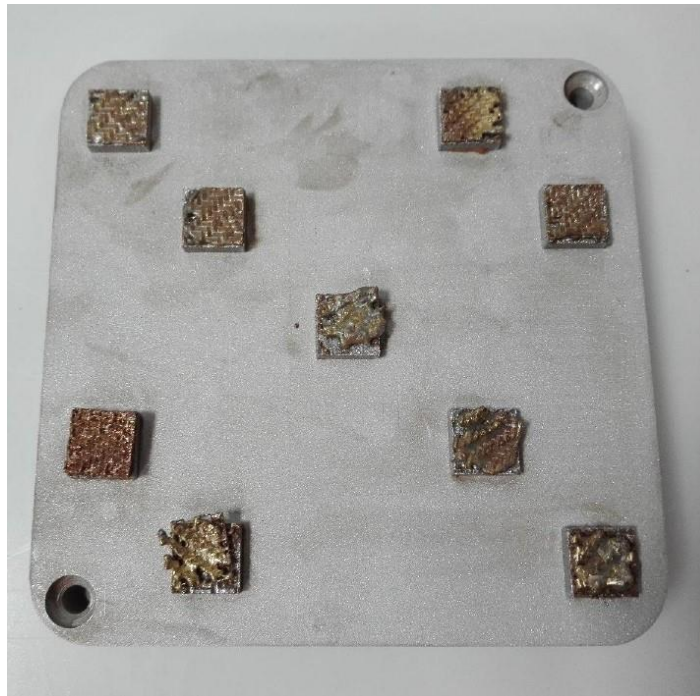
Těmito metodami se povedlo výrazně zlepšit kvalitu povrchu a bylo přikročeno ke třetímu experimentu ve snaze opět úspěšně spojit železo s hliníkovou slitinou.

Bylo vytištěno celkem 12 vzorků o stejné velikosti i složení jako v prvním experimentu za použití nejlépe hodnocených parametrů z druhého experimentu. Ovšem i v tomto případě dopadl experiment neúspěchem a opět došlo k delaminaci v oblasti materiálového přechodu.

Jako jeden z hlavních důvodů pro neúspěšné spojení byl vyhodnocen značný rozdíl v koeficientu tepelné roztažnosti pro železo a hliník ($11,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ a $23,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) Vzhledem ke způsobu výroby, kdy po vytištění prvního materiálu musel být tisk pozastaven kvůli vyčištění komory a výměně prášku, teplotní rozdíly během stavby byly nevyhnutelnou součástí stavebního procesu. Dalším důvodem pak mohlo být i chemické složení obou spojovaných materiálů a jejich neschopnost se vázat. [5]

2.3.7 Kombinace materiálů Cu- AlSi_9Cu_3

Dále se **Plachý et al.** (2017) [5] věnovali výzkumu rozhraní hliníkové slitiny AlSi_9Cu_3 a slitiny na bázi mědi (Cu7.2Ni1.8Si1Cr). Stejně jako v předešlé práci byly vytvořeny vzorky o velikosti $10 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$, kdy spodní 3 mm byly tvořeny hliníkem následovány 2 mm mědi. Procesní parametry jsou opět shrnuty v **tab. 2**. Byly provedeny celkem 3 experimenty zahrnující vzorky s opačným pořadím materiálů a mnoho kombinací procesních parametrů z různých zdrojů, ovšem ani jeden z těchto experimentů nedopadl pozitivně. U všech vzorků se projevila silná delaminace materiálů (viz **obr 2-21**).



obr 2-21 Cu-Al vzorky s deformovanou měděnou vrstvou [5]

Jako hlavní důvod neúspěchu experimentů zde byl opět zmíněn výrazný rozdíl koeficientů teplotní roztažnosti ($23,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro hliník a $16,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro měď) [5].

2.3.8 Kombinace materiálů Cu-ALSi10Mg

Sing et al. (2015) [13] se zabývali analýzou materiálového rozhraní kombinace hliníkové slitiny AlSi10Mg a měděné slitiny C18400. Motivací pro tuto práci bylo docílit kvalitního multimateriálového spojení, které by spojovalo dobrou elektrickou vodivost mědi a nízkou hmotnost a nižší cenu hliníku. Praktické využití této kombinace by mohlo být například v elektrotechnice pro tvorbu jednolitých spojů bez nutnosti svařování. Obvykle jsou tyto spoje realizovány tvarovým stykem (sešroubováním) a selhávají v důsledku galvanické koroze.

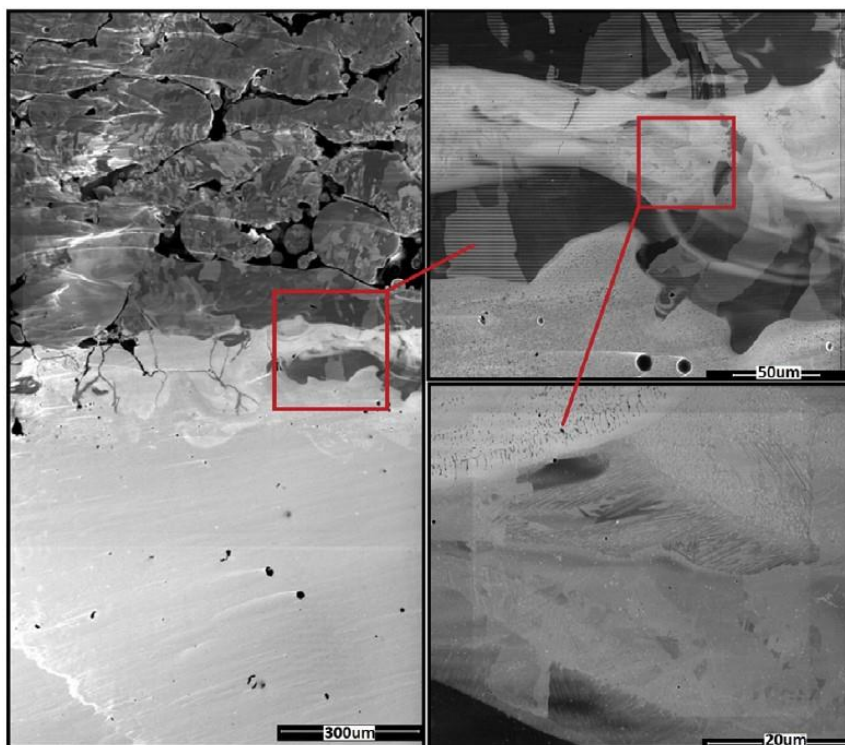
Kovový prášek v tomto případě dosahoval velikosti částic $38 \mu\text{m}$ v případě mědi a $20\text{--}63 \mu\text{m}$ v případě hliníkové slitiny. Použité procesní parametry spolu s relativní hustotou jsou vyneseny v **tab. 5**.

tab. 5 Procesní parametry pro zpracování AlSi10Mg a C18400 [13]

	UNS C18400 copper	AlSi10Mg
Laser power (W)	300	350
Laser scan speed (mm/s)	400	1140
Layer thickness (μm)	50	50
Hatch spacing (mm)	0.15	0.17
Remelting	Yes	No
Relative density (%)	92.9	98.1

Pro analýzu rozhraní bylo použito FIB, emisní elektronová mikroskopie, EDS, EBSD a rentgenová difrakční analýza. Materiálové testování bylo provedeno na tahových testovacích tělesech o velikosti 15 mm. Byla vyrobena referenční tělesa z čistých materiálů a bimetalové vzorky.

Z obr 2-22 je patrné, že vyrobené rozhraní obsahuje trhliny a nedokonalosti. Zároveň je důležité podotknout, že mikrostruktura mědi obsahuje velké množství defektů, což má za následek vysokou porozitu. Naproti tomu mikrostruktura čistého AlSi10Mg je téměř bez vad.



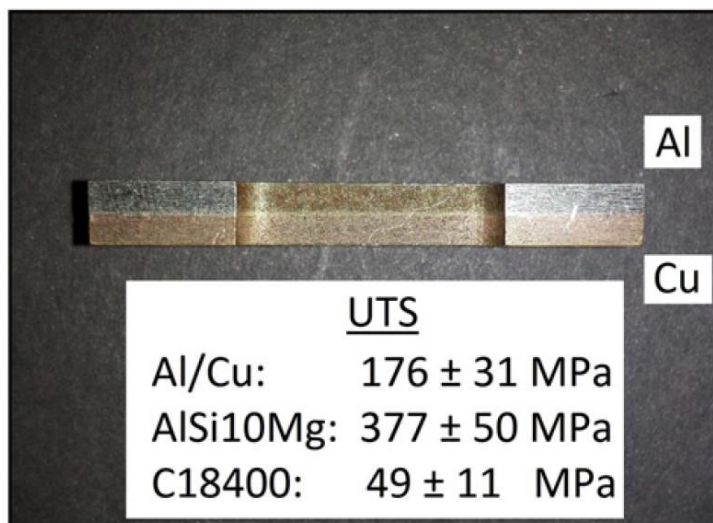
obr 2-22 FIB analýza materiálového rozhraní Al/Cu a přiblížení intermetalické fáze Al_2Cu [13]

Na rozhraní se nachází místa s velmi jemnou mikrostrukturou, kde došlo k dobrému spojení materiálů. Naproti tomu lze pozorovat i oblasti s větší velikostí zrn. Zde pravděpodobně došlo k výkyvům teplot z důvodu vysoké tepelné vodivosti mědi, důsledkem čehož jsou zrna přesahující hranice jediné nanosené vrstvy [13].

EDS analýza ukázala, že v místech blíže měděné části došlo k rovnoměrnému rozložení Si, zato hliník měl tendence se shlukovat a tvořit místa bohatá na Al. Ve střední oblasti došlo k segregaci částic mědi a hliníku, pravděpodobně kvůli jejich obdobné velikosti atomů. Zároveň zde došlo k formování intermetalické fáze (viz pravá strana **obr 2-22**). Tato fáze byla později identifikována jako Al_2Cu pomocí rentgenové difrakce. V oblastech blíže části bohaté na hliník bylo pozorováno rovnoměrné rozložení Si. Zároveň bylo pozorováno mísení mědi do oblastí bohatých na hliník vlivem difuze. K tomuto jevu mohl přispět i fakt, že těžší částice mědi klesaly na dno melt poolu při výrobě. Jelikož absorptivita mědi je nižší než u hliníku, k tavení došlo spíše v oblasti bohaté na hliník.

Výsledky EBSD analýzy byly v případě měděné slitiny shodné s článkem [12]. Rozhraní materiálů bylo charakterizováno většími rovnoměrnými zrny, Toto mohlo být způsobeno vznikem intermetalických fází, což přispělo k nižší tepelné vodivosti v této oblasti. Na straně AlSi10Mg byla pozorována podlouhlá sloupcovitá zrna.

Výsledky materiálového testování jsou vyobrazeny na snímku **obr 2-23**. Z výsledků je patrné, že bimetalické vzorky vykazují hodnoty meze pevnosti v tahu nižší než hodnoty čistého AlSi10Mg, ale vyšší než hodnoty čisté C18400. K porušení vzorku došlo převážně v oblasti mědi, což naznačuje, že síla spoje je vyšší než mez pevnosti mědi [13].



obr 2-23 Výsledky tahové zkoušky Al/Cu a referenčních vzorků [13]

Oblast porušení nesla známky převážně houževnatého lomu, ačkoliv v oblasti mědi byly pozorovány četné neroztavené částice a několik porézních vad. Samotný lom v této části nenesl znaky typického selhání namáháním v tahu, což naznačovalo nedostatečné spojení měděných vrstev důsledkem nedostatečného natavení při výrobě.

V rámci materiálového testování byl proveden třibodový ohybový test. Testovací vzorky byly tvaru kvádrů o délce 40 mm, šířce 15 mm a tloušťce 5 mm. Pevnost v ohybu je charakterizována odolností proti ohybu a je ovlivněna pevností vazeb mezi jednotlivými vrstvami. Pozorované způsoby porušení byly rozděleny do 3 kategorií: 1) adhezivní – vyskytuje se v hraniční vrstvě mezi materiály, 2) kohezní – v oblastech čisté mědi/hliníku, 3) smíšené – směs adhezivní a kohezní deformace [13].

Při průhybu o velikosti 10 % nebyla pozorována žádná delaminace naznačující dobré spojení obou materiálů. Při ohybu až do bodu porušení bylo zjištěno, že vždy došlo ke smíšenému porušení, což prokázalo, že ohybová pevnost bimetalického spojení je větší než mez ohybové pevnosti jednotlivých materiálů. Pokud je na spodní straně část tvořená hliníkem, vzorek vydržel 10% přetvoření a dosahoval hodnot pevnosti 457 a 507 MPa. Pokud byla ovšem při zatěžování na spodní straně měděná část, došlo k lomu před dosažením desetiprocentního přetvoření. Vzorky pak dosahovaly hodnot pevnosti 184 a 244 MPa. To mohlo být způsobeno vyšší porozitou a nižší pevností mědi, a tedy menší pevností v tahu.

Na závěr bylo provedeno měření mikrotvrdomosti. Ta byla měřena v 6 místech v každé z oblastí. V oblasti tvořené mědi dosahovala hodnota $71,74 \pm 7,5$ HV, kdežto v oblasti tvořené hliníkem $119,06 \pm 9,15$ HV. Napříč vzorkem vzrůstala hodnota téměř lineárně s několika silně anomálními body dosahující mikrotvrdomosti 400 až 600 HV. Tyto anomálie byly přisuzovány výskytu tvrdého, ale křehkého intermetalika Al_2Cu [13].

3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE

3.1 Analýza problému

Zpracování dvojice kovových materiálů během jedné stavby technologií SLM je možné, ale k jejímu praktickému využití je potřeba překonat celou řadu problémů. Největším problémem v této oblasti je vytvoření kvalitního rozhraní obou materiálů bez vad a trhlin (např. viz **obr 2-22**). V této oblasti hraje nezanedbatelnou roli problematika procesních parametrů zpracovávaných materiálů, a to zejména mědi a jejích slitin, která je technologií SLM zpracovatelná velmi obtížně kvůli její vysoké tepelné vodivosti a odrazivosti. Tyto vlastnosti přispívají při nevhodně zvolených procesních parametrech jako je výkon laseru či skenovací rychlost k velmi porézní mikrostruktuře (viz **obr 2-15** (d)), což má za následek špatné mechanické vlastnosti vyrobeného dílu (viz **obr 2-18**).

3.2 Analýza, interpretace a zhodnocení poznatků z rešerše

Oblasti multimateriálového 3D tisku kovových materiálů se v současnosti věnuje mnoho vědeckých skupin s cílem nalezení nejvhodnějších materiálových kombinací a procesních parametrů pro jejich zpracování. Úspěšné zvládnutí problematiky MM 3D tisku by přispělo k jeho využití v praxi při výrobě složitých tvarů či komponent tvořených více kovovými materiály, které jsou omezené dostupnými spojovacími prostředky (například lepení či svařování).

Z vědeckých prací [9, 10] vyplývá, že čisté železo a čistá měď netvoří žádné intermetalické fáze a jejich vzájemná rozpustnost je velmi nízká (viz **obr 2-4**). Pro zvýšení vzájemné vazebnosti obou materiálů, a i z hlediska většího praktického využití se častěji přistupuje ke kombinaci slitin na bázi alespoň jednoho z těchto prvků.

Plachý et al. (2017) [5] se tedy zabývali spojením čistého železa a slitiny na bázi mědi ($\text{Cu}_{7.2}\text{Ni}_{1.8}\text{Si}_{1}\text{Cr}$). Během této práce bylo modifikacemi procesních parametrů dosaženo dobré kvality materiálového rozhraní (viz **obr 2-6**). Následné testy hodnoty meze pevnosti v tahu pro bimetalová tělíška dosahovaly přibližně poloviny rozmezí hodnot daných jednotlivými materiály. Byla tedy ověřena hypotéza možného kvalitního spojení železa a slitiny na bázi mědi.

Následně byla zpracována práce **Wallis et al.** (2016) [11], kteří se ve své práci zabývali tiskem maraging oceli (1.2709) na předem vyrobenou pevnou desku z čisté mědi (2.0090). Byla vybrána nejvhodnější kombinace pomocí světelné mikroskopie bimetalických vzorků (viz **obr 2-9**).

Další materiálová analýza prokázala, že došlo k téměř dokonalému spojení obou materiálů (viz **obr 2-10**). Materiálové testování vyrobených vzorků potvrdilo vysokou kvalitu spojení obou materiálů, jelikož veškerá porušení se odehrála v oblasti čisté mědi, a nikoliv v oblasti přechodu (viz **obr 2-13**). Tato materiálová kombinace se tedy ukázala jako velmi perspektivní jak z hlediska kvality materiálového spojení, tak z hlediska praktické využitelnosti.

Dalším zdrojem informací byla práce **Liu et al.** (2014) [12], kteří se zabývali spojením nerezové oceli 316L a měděné slitiny C18400. Analýza rozhraní vzorků pomocí světelné mikroskopie odhalila několik prasklin na straně oceli. Dále zde byla odhalena velmi špatná kvalita mikrostruktury C18400, která obsahovala velké množství pórů a oblasti s neroztaveným kovovým práškem (viz **obr 2-15**). Toto **Liu et al.** zdůvodnili tím, že vlivem podchlazení umocněného vysokou tepelnou vodivostí mědi došlo k separaci směsi železa a mědi, a vzniku tuhých roztoků na bázi jednotlivých prvků. Toto pozorování tedy ověřilo teorii z prací [9, 10] o vzniku směsi přesycených roztoků. Celkově se ovšem spojení mědi nebo jejích slitin a oceli 316L jeví jako perspektivní materiálovou kombinací pro multimateriálový 3D tisk. Publikované výsledky jsou mimo jiné důkazem o důležitosti správného nastavení procesních parametrů a složitosti zpracování materiálu na bázi mědi.

Dále se **Plachý et al.** (2017) [5] věnovali studiu spojení čistého železa a hliníkové slitiny $AlSi_9Cu_3$ a slitiny na bázi mědi ($Cu_{7.2}Ni_{1.8}Si_1Cr$) s touž hliníkovou slitinou. Oba tyto experimenty skončily neúspěchem.

V případě železa došlo k delaminaci na rozhraní materiálů (viz **obr 2-20**). Za hlavní problém zde byla považována špatná kvalita navazujícího povrchu spodního materiálu (Fe). Tento problém se **Plachý et al.** snažili řešit modifikací procesních parametrů a strategie skenování, včetně speciálních metod upskin-remelting a upskin-recoating. Těmito postupy se povedlo výrazně zlepšit kvalitu výše zmíněného povrchu. Navzdory těmto opatřením však stále docházelo k delaminaci, a proto byly pokusy o spojení těchto materiálů pozastaveny. Jako hlavní důvod neúspěchu byl vyhodnocen značný rozdíl v hodnotách koeficientu tepelné roztažnosti pro hliník a železo, což zdůrazňuje nutnost volby vhodných materiálů s obdobnými materiálovými vlastnostmi. Obdobným výsledkem skončil i experiment se spojením $AlSi_9Cu_3$ a $Cu_{7.2}Ni_{1.8}Si_1Cr$.

Nakonec byla shrnuta práce **Sing et al.** (2015) [13], kteří se zabírali analýzou materiálového rozhraní hliníkové slitiny $AlSi_{10}Mg$ a měděné slitiny C18400. Analýzou materiálového rozhraní byl opět prokázán výskyt porozity a neroztaveného prášku na straně mědi (viz **obr 2-22** vlevo). Zároveň byl pozorován výskyt mikrotrhlin a místa s nedokonalým spojením materiálů. Oproti všem předchozím pracím zde poprvé došlo i k výskytu intermetalické fáze Al_2Cu . Při měření mikrotvrdomosti **Sing et al.** zdokumentovali velké výkyvy hodnot na rozhraní materiálů díky vzniku křehkého, ale velmi tvrdého Al_2Cu , což prokazuje možné vlivy intermetalických fází na mechanické vlastnosti multimateriálového spojení.

Žádná z výše uvedených prací se nezabývala rozhraním materiálů v jiné než horizontální rovině.

3.3 Cíle diplomové práce

Cílem této diplomové práce je výzkum a optimalizace procesních parametrů a metodologie zpracování výroby multimateriálových (MM) dílů metodou SLM. V rámci práce jsou zkoumány materiály na bázi mědi a železa, konkrétně slitina Cu7.2Ni1.8Si1Cr v kombinaci s nástrojovou Maraging ocelí (1.2709). Dílčími cíli práce jsou experimentální stanovení optimálních PP pro zpracování jednotlivých materiálů a optimalizace PP pro horizontální MM rozhraní. Dále pak navržení metodologie výroby a optimalizace PP pro vertikální MM rozhraní a ověření mechanických vlastností v obou směrech rozhraní.

Pro splnění dílčích cílů je v případě horizontálního rozhraní nutné ověřit, jak ovlivňují PP (výkon laseru, rychlost skenování, hatch distance) charakter rozhraní, jaký vliv má pořadí materiálů při výrobě a jak ovlivňují charakter rozhraní parametry upskin a downskin. Jelikož výzkum vertikálního rozhraní je zatím zcela neprozkoumanou oblastí, v první řadě je nezbytné ověřit jeho vyrobitelnost a odladit metodologii výroby pomocí experimentálního nanášecího zařízení. Dále je nutné ověřit vliv PP, typu rozhraní (ostré/„powder blend“), skenovací strategie a strategie nanášení na provázání obou materiálů. Závěrem je nutné popsání principů vzájemné interakce materiálů ovlivňující kvalitu MM rozhraní i objemové části dílu.

Pro dosažení kvalitního MM rozhraní byly zformulovány 3 základní hypotézy k ověření:

Hypotéza 1: Pořadí materiálů při výrobě horizontálního rozhraní ovlivňuje kvalitu rozhraní

Pořadí materiálů při výrobě horizontálního rozhraní má značný vliv na odvod tepla z místa tavby vlivem rozdílné teplotní vodivosti vybraných materiálů, a tedy i na charakter rozhraní.

Hypotéza 2: Procesní parametry odladěné v rámci výzkumu horizontálního rozhraní jsou vhodné i pro rozhraní vertikální

Jelikož je vertikální MM rozhraní zatím zcela neprozkoumanou oblastí, použití odladěných PP na tento typ materiálového spojení může způsobovat řadu zatím nepopsaných jevů.

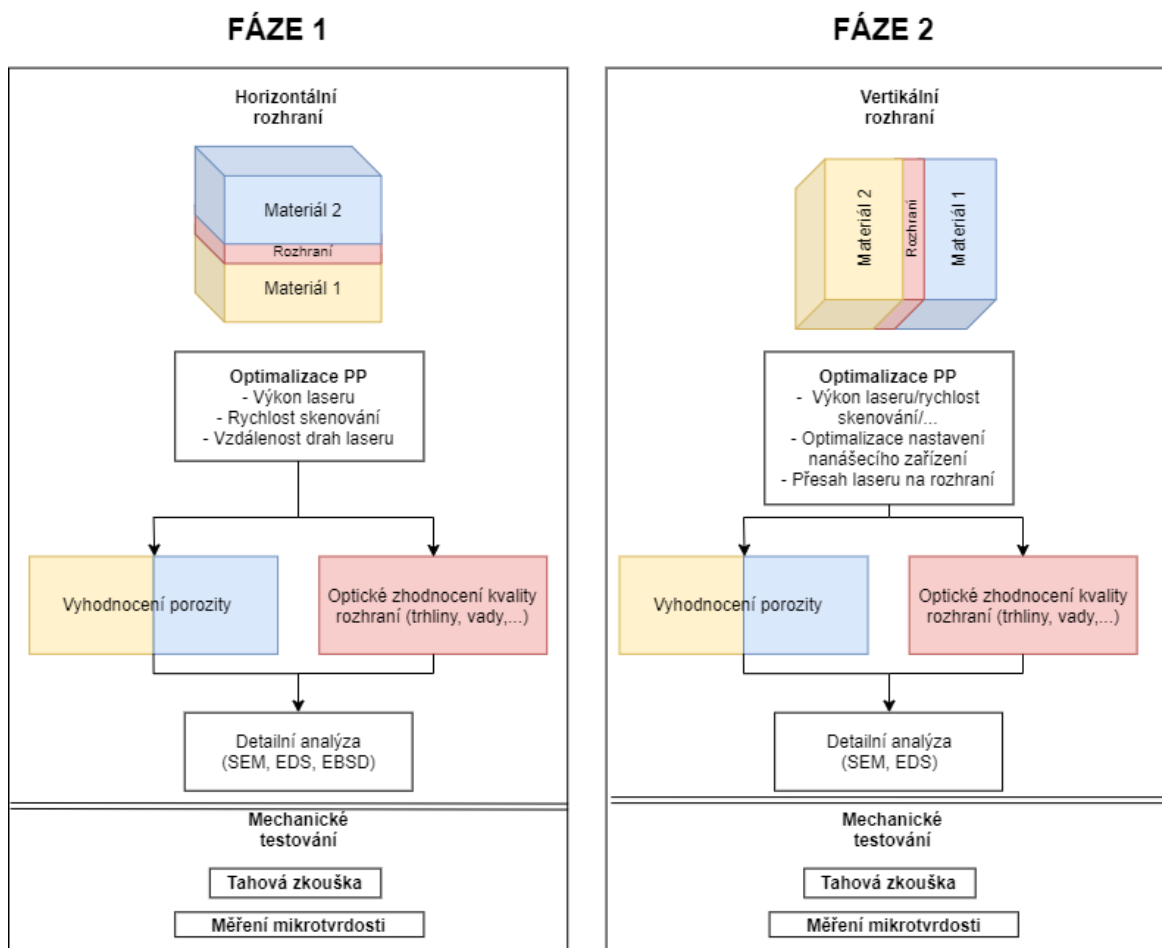
Hypotéza 3: Typ rozhraní a skenovací strategie mají zásadní vliv na míru smísení materiálů u vertikálního rozhraní

Typ rozhraní a skenovací strategie jsou určujícími faktory charakteru rozhraní, což může ovlivňovat jeho mechanické vlastnosti.

4 MATERIÁL A METODY

4.1 Postup řešení

Postup řešení této diplomové práce je vyobrazen na **obr 4-1**. První část experimentů bude rozdělena do dvou fází: v první fázi proběhne tzv. *screening* procesních parametrů pro vzorky s horizontálním rozhraním, tedy odladění procesních parametrů pro co nejpevnější a nejkvalitnější rozhraní bez vad a trhlin mezi danými materiály při zachování nízké porozity jednotlivých materiálů. Takto vyrobené vzorky budou následně podrobeny metalografické analýze pomocí výbrusů a světelné, případně elektronové mikroskopie a dalších metod vhodných pro charakterizaci kvality rozhraní. Cílem bude posouzení kvality jednotlivých materiálů (relativní hustoty objemového materiálu) a kvality rozhraní.



obr 4-1 Diagram postupu řešení

Druhá fáze práce se bude zabývat optimalizací a hodnocením kvality materiálového spojení u vzorků s vertikálním rozhraním. Výchozím bodem zde budou procesní parametry dosahující nejlepších výsledků ve fázi 1. Výrobu vertikálního materiálového rozhraní umožnilo experimentální nanášecí zařízení vyvinuté na Ústavu Konstruování Fakulty Strojního Inženýrství VUT v Brně.

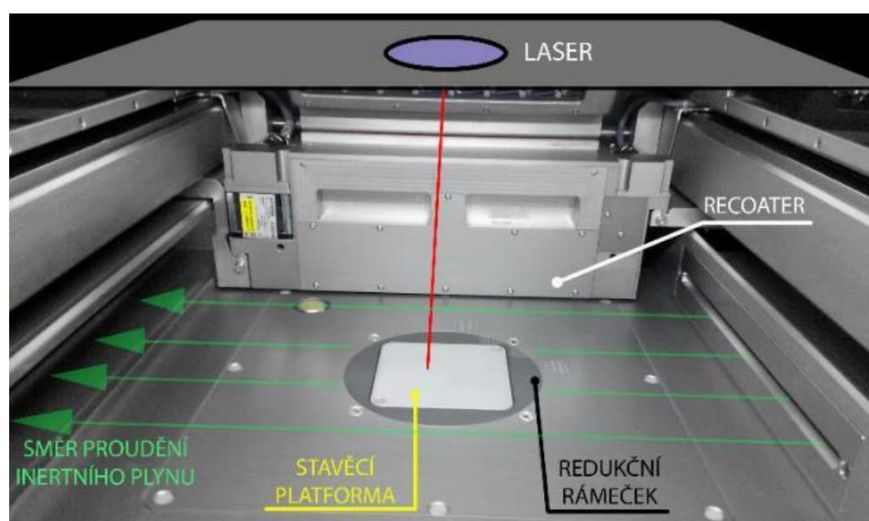
4.2 Zařízení SLM 280 HL

4.2.1 Popis zařízení

Zařízení SLM 280 HL dodávané firmou SLM Solutions Group AG (Lubeck, Německo) je vybaveno 400 W ytterbiovým vláknovým laserem (YLR-400-WC-Y11). Zde je nutno podotknout, že reálná maximální naměřená hodnota výkonu laseru dosahovala 389 W.

Maximální užité rozměry stavební komory mají velikost 280 x 280 x 365 mm bez podkladové desky, jejíž maximální přehřev dosahuje až 200 stupňů celsia. SLM 280HL je schopno vyrábět rychlostí 20 cm³/h s maximální rychlostí skenování 10 m/s.

Stavební komora zařízení je vyobrazena na **obr 4-2**. Na horní straně se nachází výstup laseru spolu s kamerou, která slouží ke kontrole nanášených vrstev. Vrstvy metalurgického prášku jsou nanášeny *recoaterem* při přejezdu stavěcí platformy. Celý proces probíhá v inertní atmosféře tvořené dusíkem nebo argonem (max. obsah kyslíku 0,2 %), která kromě zamezení oxidace během procesu výroby slouží k odvodu spalin a ochlazování vyráběného dílu.

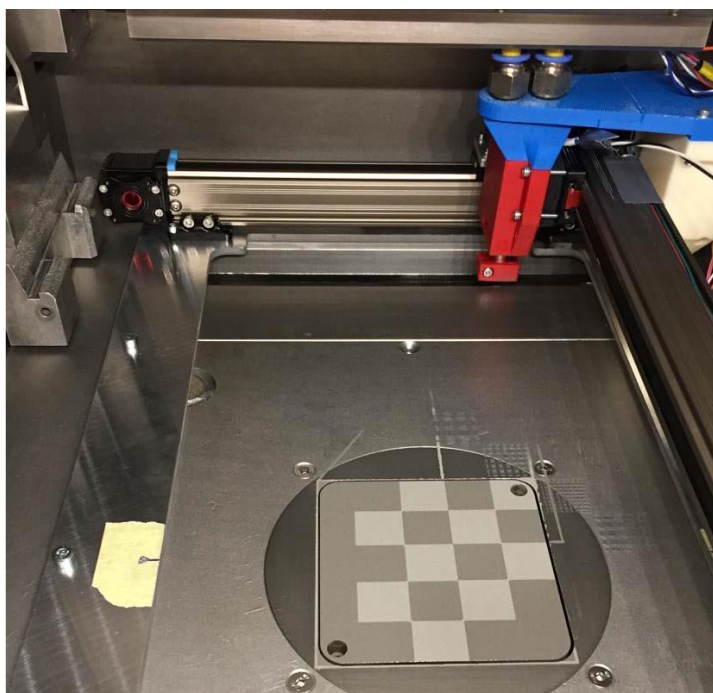


obr 4-2 Stavební komora SLM 280 HL [14]

4.2.2 Nanášecí zařízení pro výrobu vertikálního rozhraní

V první fázi bude pro nanášení prášku využito standardní nanášecí zařízení, které má dostatečnou kapacitu prášku pro výrobu vzorků požadované velikosti.

V druhé fázi práce bude využito nanášecí zařízení vyvinuté v rámci diplomové práce [15] (viz **obr 4-3**), které umožňuje výrobu objemových vzorků s rozhraním materiálů i v rámci jedné vrstvy. Zařízení disponuje zásobníkem na 2 prášky, ze kterého jsou prášky dávkovány do nanášecí hlavy se dvěma komorami. Tyto komory slouží jako zásobníky rezervy prášku pro aktuálně nanášenou vrstvu. Nanášení probíhá jedinou tryskou, která je společná pro oba materiály.



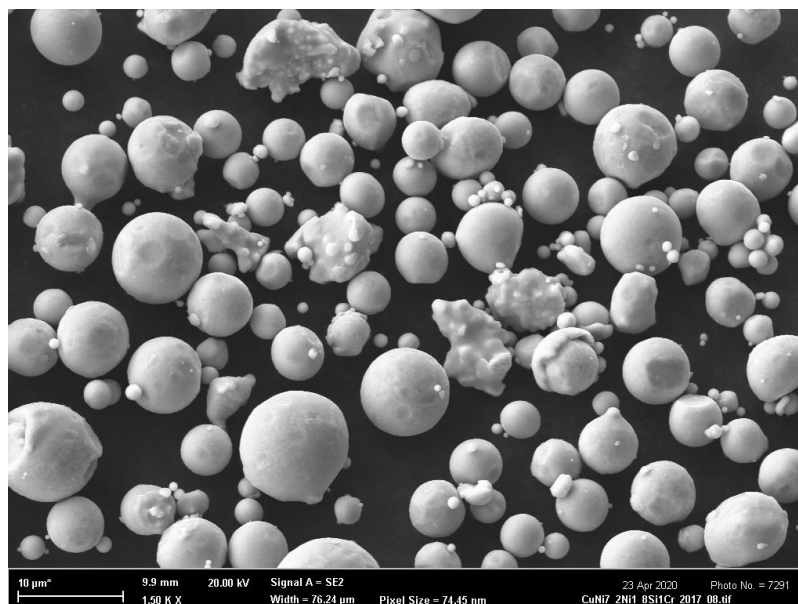
obr 4-3 Demontrace nanášení multimateriálové vrstvy v komoře tiskárny SLM 280HL pomocí experimentálního zařízení [15]

4.3 Použité materiály

Na základě literární rešerše v kapitole výše byly vybrány následující materiály: slitina na bázi mědi (Cu7.2Ni1.8Si1Cr) a nástrojová Maraging ocel (1.2709). Jednotlivé materiály a hranice výchozích hodnot procesních parametrů jsou popsány v **Příloze A** a podkapitolách níže.

4.3.1 Slitina mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr

Slitina na bázi mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr (při konvenčním způsobu výroby označovaná názvem AMPCOLOY944) je zatím pro zpracování metodou SLM relativně novým materiálem. Jeho charakterizací, zpracováním a vývojem procesních parametrů se zabývaly práce [14, 16, 17] vypracované na Vysokém Učení Technickém v Brně pod záštitou Ústavu Konstruování.



obr 4-4 Metalurgický prášek slitiny na bázi mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr

Metalurgický prášek zakoupený od firmy Sandvik Osprey byl podroben analýze chemického složení a velikosti částic. Zastoupení významných prvků dle měření provedeného v rámci DP je shrnuto v **tab. 6**.

tab. 6 Zastoupení významných prvků v metalurgickém prášku Cu7.2Ni1.8Si1Cr

Prvek	Hm. %	Prvek	Hm. %
Cu	86,8	Cr	0,92
Ni	8,4	O	1,9
Si	2	Fe	0,06

Analýza pomocí elektronové mikroskopie ukázala následující rozložení velikosti částic: medián 22,9 μm , průměrná velikost 24,1 μm . Celkově je 10 % částic menší než 11 μm a 90 % částic menší než 38,6 μm , což prášek činí vhodným pro zpracování po vrstvách o šířce 40-50 μm [16]. Samotný prášek je vyobrazen na **obr 4-4**. Pro měděnou slitinu bylo převzato okno procesních parametrů z práce [16] a v rámci tohoto okna byly zvoleny nejvyšší, nejnižší a střední hodnoty parametrů shrnutých v **tab. 7**

tab. 7 Výchozí procesní parametry pro slitinu Cu7.2Ni1.8SiCr

Veličina	A1	A2	A3
Výkon laseru (W)	350	375	389
Rychlost skenování (mm/s)	950	1025	1100
Tloušťka vrstvy (mm)	0,05	0,05	0,05
Hatch distance (mm)	0,09	0,09	0,09

4.3.2 Maraging ocel (1.2709)

Maraging ocel 1.2709 (nebo také 18Ni-300 či DIN X3NiCoMoTi18-9-5) je vysokopevnostní martenzitická ocel, která pro dosažení maximálního potenciálu mechanických vlastností vyžaduje tepelné zpracování. Metodika zpracování a vlastnosti tohoto materiálu vyrobeného metodou SLM byly zkoumány v pracích [18, 19]. Ocel vyniká zejména svým nízkým obsahem uhlíku, jak je zřejmé z **tab. 8**.

tab. 8 Chemické složení Maraging oceli (1.2709) [19]

Prvek	Hm. %	Prvek	Hm. %
Fe	64,6-69,35	Al	0,05-0,15
Ni	17-19	Cr	<0,5
Co	8,5-11	C	<0,03
Mo	4,5-6	Mn, Si	<0,1
Ti	0,8-1,2	P, S	<0,01

Rozložení velikosti částic je v tomto případě rovno pro D10, D50 a D90 hodnotám 20,15, 32,75 a 55,14 μm s průměrnou velikostí částic 35,55 μm . Rozsah výchozích procesních parametrů je převzat z předchozího výzkumu UK VUT FSI (Č.1) a prací [18–20]. Sety byly doplněny pomocí interpolace mezi zvolenými krajními hodnotami. Konkrétní hodnoty jsou shrnuty v **tab. 9**.

tab. 9 Výchozí procesní parametry pro Maraging ocel

Verze č.	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9
Výkon laseru (W)	300	240	250	260	270	280	290	300	220
Rychlost skenování (mm/s)	720	1125	1100	1050	1015	975	940	900	1200

Tloušťka vrstvy (mm)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Hatch distance (mm)	0,12	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,06

4.4 Metalografická analýza multimateriálových dílů

4.4.1 Vzorky pro metalografickou analýzu

Pro metalografickou analýzu budou vyrobeny vzorky tvaru kvádrů. Po vyrobení a odřezání vzorků od podkladové desky budou vzorky rozřezány, broušeny, leštěny a případně leptány. V první fázi budou vyrobeny vzorky s rozhraním v poměru 100/100, tedy ostrý přechod z jednoho čistého materiálu do druhého.

Ve druhé fázi pak bude analyzováno rozhraní vzorků s alterací materiálů v rámci jedné vrstvy. Materiálový přechod u těchto vzorků tedy nebude horizontální ale vertikální.

4.4.2 Analýza rozhraní

Optimalizace procesních parametrů

Materiály vybrané pro tuto práci jsou již v rámci VUT FSI ÚK úspěšně zpracovávány. Předmětem této práce bude optimalizace procesních parametrů zejména pro účely kvalitního spojení těchto materiálů. Hlavními proměnnými budou v tomto případě tloušťka nanášené vrstvy, výkon laseru a skenovací rychlost, případně hustota energie, jejichž výchozí hodnoty budou nastaveny dle aktuálně používaných parametrů na ÚK nebo odborné literatury. U úspěšně vyrobených vzorků bez výrazné porozity, zjevných známek delaminace či jiného porušení bude provedena analýza pomocí světelné mikroskopie. Vybrané vzorky budou podrobeny dalším analyzačním metodám.

Světelná mikroskopie

Světelná optická metalografická analýza bude provedena na světelném digitálním mikroskopu Keyence VHX-6000. Na přístroji je ve stávající konfiguraci možné dosáhnout zvětšení 250-2500 x. Po prvotní analýze a vyhodnocení vzorků světelnou mikroskopií budou vzorky s uspokojivou kvalitou materiálového rozhraní (tedy s minimem trhlin a dalších vad) dále analyzovány pomocí metalografických metod shrnutých níže.

Elektronová mikroskopie (SEM)

Elektronová mikroskopie bude provedena na přístroji Zeiss Ultra-Plus 50. Podrobnější analýza rozhraní umožní charakterizaci mechanismů provázání obou materiálů a může odhalit případné mikrotrhliny a intermetalické fáze. Dále pak poskytne detailnější informace o mikrostruktuře jednotlivých kovů, což bude důležité zejména v případě mědi.

Energiově disperzní spektroskopie (EDS)

Oproti metodě XRD, která umožňuje analyzovat uspořádání atomů v krystalové mřížce pomocí rentgenových paprsků určité vlnové délky, využívá metoda EDS proudy elektronů. Tyto elektrony při dopadu na materiál vyřazují elektrony atomů analyzovaného materiálu, při čemž vzniká rentgenové záření o vlnové délce charakteristické pro určité prvky. Analýzou tohoto záření lze identifikovat chemické složení zkoumaného materiálu a koncentrace prvků v něm obsažené (viz **obr 2-11**) [11].

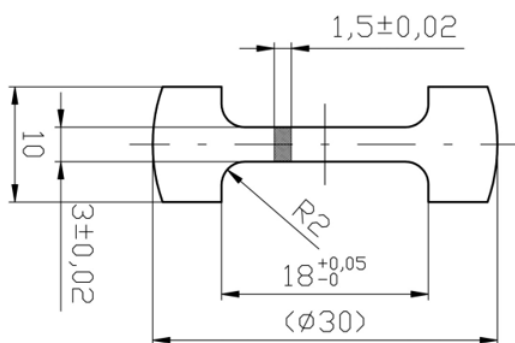
Metoda difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD)

Metoda EBSD obdobně jako EDS využívá pro analýzu svazku elektronů. V tomto případě jsou ovšem zaznamenávány zpětně odražené elektrony nesoucí informace o uspořádání mikrostruktury, velikosti a orientace zrn materiálu [21]. Praktický příklad lze pozorovat na **obr 2-12**.

4.5 Mechanické testování multimateriálových dílů

4.5.1 Testovací tělesa

Pro metalografickou analýzu horizontálního rozhraní budou vyrobeny vzorky tvaru kvádrů o rozměrech 10 x 10 x 7 mm, kde spodní 4 mm budou tvořeny prvním materiálem (substrát) a následně další 3 mm tvořené druhým materiálem. Pro tahovou zkoušku budou vyrobeny polotovary o rozměrech 16,5 x 11,5 x 31 mm. Z těchto polotovarů budou následně pomocí drátové rezačky vyrobeny tahové vzorky viz **obr 4-5**.



obr 4-5 Rozměry těles pro tahovou zkoušku

4.5.2 Analýzy mechanických vlastností materiálů

Tahová zkouška

Tahová zkouška bude provedena na zařízení Zwick Z250. Přesnost stroje udávaná výrobcem dosahuje hodnot $\pm 2 \mu\text{m}$ při maximálním zatížení vzorku silou 250 kN [22].

Zkouška mikrotvrlosti

Pro měření tvrdosti bude použit mikrotvrdoměr s digitálním snímáním obrazu Qness Q10A.

4.6 Experimenty

4.6.1 Horizontální rozhraní

Cílem prvního experimentu (H1) bude nalezení vhodných procesních parametrů pro dosažení co nejvyšší relativní hustoty a dosažení co nejkvalitnějšího spojení obou materiálů. Pro správnou volbu vhodných procesních parametrů pro Maraging ocel výše popsaným způsobem (zvolení hraničních hodnot nebo interpolací mezi nimi) bylo nutné vytvořit systém testování (Design of Experiment, DOE), viz **obr 4-6**. Celkem bylo vyrobeno 25 vzorků označených vždy kombinací písmen A (měděná slitina) a B (Maraging ocel), příslušným číselným označením setu procesních parametrů dle **tab. 7** a **tab. 9**. Ke každému setu procesních parametrů měděné slitiny byly tedy vždy přiřazeny všechny možnosti procesních parametrů Maraging oceli. Výjimku tvoří vzorek 25, který sloužil k jednorázovému otestování procesních parametrů vymykajících se oknu procesních parametrů dohledanému v literatuře.

B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
A1	A1	A1	A1	A1	A1	A1	A1
B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
A2	A2	A2	A2	A2	A2	A2	A2
B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
A3	A3	A3	A3	A3	A3	A3	A3
				B9			
				A3			

obr 4-6 DOE Experimentu H1

Po odladění vhodných procesních parametrů pro výrobu objemového materiálu a základním screeningu vlivu procesních parametrů na kvalitu rozhraní popsaném v předchozí kapitole byl naplánován experiment s cílem objasnit vliv pořadí materiálů při výrobě kvůli rozdílné tepelné vodivosti a roztažnosti, a následně vliv nastavení parametrů upskin a downskin, tedy odlišných procesních parametrů při výrobě poslední vrstvy spodního materiálu (upskin) či téhož u několika prvních vrstev druhého materiálu (downskin).

Opět byl pro tento experiment vytvořen DOE vyobrazený na **obr 4-7**. Pro prvních 15 vzorků byly použity 3 sety procesních parametrů pro Maraging ocel dosahující nejlepších výsledků jak v případě objemu, tak kvality rozhraní. Tyto PP byly kombinovány s každým ze 3 vybraných PP pro slitinu mědi. Dále byly pro zpracování měděné slitiny experimentálně použity i PP vhodné pro výrobu Maraging oceli. V případě uspokojivé kvality takto vyrobené slitiny by použití stejných PP pro oba materiály výrazně snížilo náročnost přípravy dat pro výrobu.

A1	A2	A3	A4	A5
B1	B1	B1	B1	B1
A1	A2	A3	A4	A5
B7	B7	B7	B7	B7
A1	A2	A3	A4	A5
B8	B8	B8	B8	B8
A3	A3	A3	A3	A3
U1	U2	U3	U4	U5
B1	B1	B1	B1	B1
A3	A3	A3	A3	A3
D1	D2	D3	D4	D5
B1	B1	B1	B1	B1

obr 4-7 DOE Experimentu H2

Dalších 10 vzorků bylo určeno pro objasnění vlivu parametrů upskin (5 vzorků) a downskin (5 vzorků) na kvalitu rozhraní. Aby se eliminoval vliv PP objemového materiálu, byly pro všech 10 vzorků v objemové části použity stejné procesní parametry.

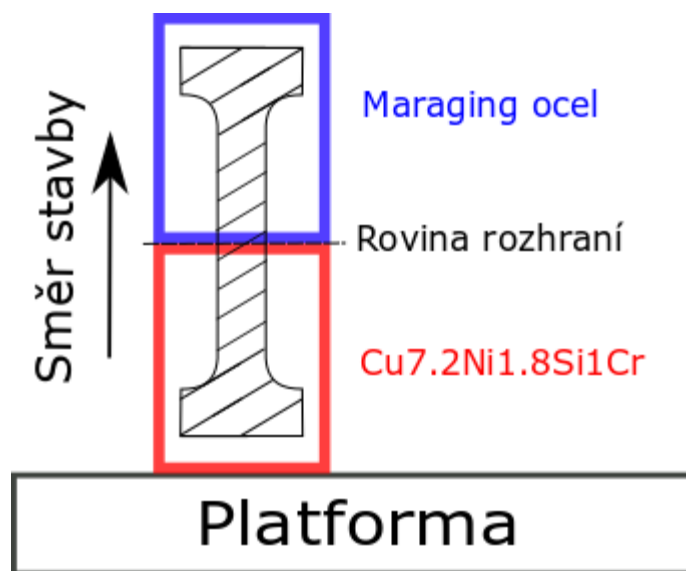
V případě parametru upskin byly hodnoty PP ve 2 případech shodné s parametry vhodnými pro výrobu měděné slitiny ve snaze horní vrstvu Maraging oceli vyšší dodanou energií „připravit“ na navaření vrstvy měděné slitiny vytvořením hladšího povrchu. Další 3 vzorky byly v oblasti upskinu zpracovány třemi variantami PP určených pro Maraging ocel, které dosáhly dobrých výsledků kvality rozhraní

Pro parametr downskin bylo pro první 3 vrstvy měděné slitiny zvoleno 5 setů procesních parametrů určených pro tento materiál převzatých z práce [14] s co nejvyšší vstupní energií, aby došlo k důkladnému provaření prvních vrstev slitiny do horní vrstvy maraging oceli. Procesní parametry použité v tomto experimentu jsou shrnuty v **tab. 10**.

tab. 10 Shrnutí procesních parametrů (PP), B – Maraging ocel, A – Slitina mědi, U – PP upskin,
D – PP downskin

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Hustota energie (J/mm ³)	Poznámka
B1	300	720	0,12	0,05	69,44	
B7	290	940	0,07	0,05	88,15	
B8	300	900	0,07	0,05	95,24	
A1	350	950	0,09	0,05	81,87	
A2	375	1025	0,09	0,05	81,30	
A3	389	1100	0,09	0,05	78,59	
A4	290	940	0,07	0,05	88,15	Shodné s B7
A5	300	900	0,07	0,05	95,24	Shodné s B8
U1	389	1100	0,09	0,05	78,59	Shodné s A3
U2	350	950	0,09	0,05	81,87	Shodné s A1
U3	290	940	0,07	0,05	88,15	Shodné s B7
U4	270	1015	0,07	0,05	76,00	Shodné s B5
U5	260	1050	0,07	0,05	70,75	Shodné s B4
D1	389	800	0,09	0,05	111,11	Převzato z [14]
D2	350	870	0,08	0,05	100,57	Převzato z [14]
D3	290	940	0,07	0,05	88,15	Shodné s B7
D4	250	400	0,12	0,05	104,17	Převzato z [14]
D5	200	200	0,15	0,05	133,33	Převzato z [14]

Po optimalizaci procesních parametrů z hlediska kvality objemového materiálu a kvality rozhraní byla vyrobena tahová tělesa pro experimentální ověření mechanických vlastností. Pro část tvořenou Maraging ocelí byly zvoleny sety PP s označením B1, B7 a B3. Sety B1 a B7 představovaly dvě nejlépe hodnocené sady PP z hlediska porozity a kvality rozhraní. Set B3 byl zvolen, protože poskytoval dobrou kvalitu rozhraní, ovšem poměrně velké množství vad v objemovém materiálu a byl tedy ideálním vzorkem pro ověření vlivu vnitřní struktury na mechanické vlastnosti. Pro měděnou slitinu byly ve všech třech případech použity PP A3. Polotovary byly orientovány vertikálně, tedy tak, že rovina rozhraní je rovnoběžná s rovinou podkladové desky. Aditivně vyrobené díly obecně nejhůře odolávají napětí v normálovém směru vůči rovinám jednotlivých vrstev. Tato orientace byla zvolena záměrně z důvodu ověření pevnosti v tahu multimateriálových aditivně vyráběných dílů v extrémním případě nejméně vhodné orientace dílu při výrobě pro tento typ zatížení (viz **obr 4-8**).



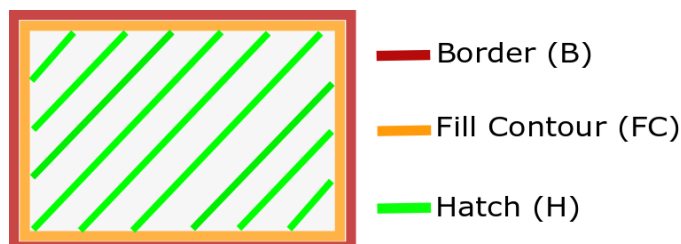
obr 4-8 Schéma orientace polotovarů pro výrobu tahových těles

4.6.2 Vertikální rozhraní

Prvním krokem při výrobě těles s vertikálním rozhraním bylo oživení nanášecího zařízení. Tento proces zahrnuje seznámení se se zařízením a jeho ovládáním, kalibrace a testování optimálních parametrů a nanášecích strategií vybraných materiálů s cílem dosáhnout uniformní vrstvy. Tyto testy probíhaly mimo výrobní zařízení. Po ověření funkčnosti bylo přikročeno k instalaci zařízení a testování nanášení přímo v zařízení a výrobě samotných vzorků.

Procesní parametry použité pro výrobu vzorků s vertikálním rozhraním vycházely z předchozích experimentů s horizontálním rozhraním. Tyto parametry byly na základě výsledků dále optimalizovány. Experimenty kromě optimalizace PP zahrnovaly i zkoumání vlivu metody nanášení (nanášení vrstvy nanášecím zařízením), míru promíchání materiálů na rozhraní a vliv pořadí výroby materiálů

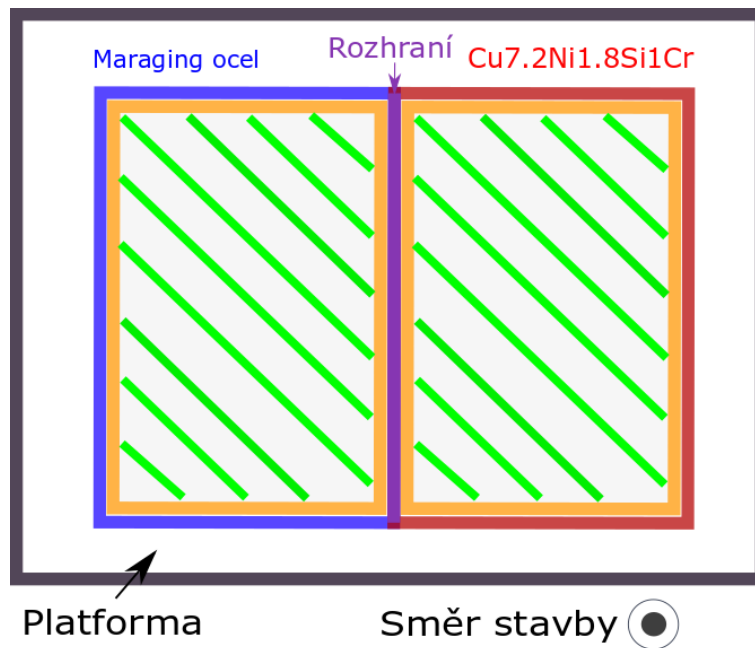
Změny se týkaly mimo jiné i skenovací strategie při výrobě. Standardně se skenování skládá ze tří kroků – Border (B, hranice dílu), Hatch (H, šrafování), a Fill Contour (FC, oblast mezi B a H). B a FC oba představují projetí jediného tracku laseru po vyznačené trajektorii, viz **obr 4-9**.



obr 4-9 Členění skenovací strategie v rámci jedné vrstvy

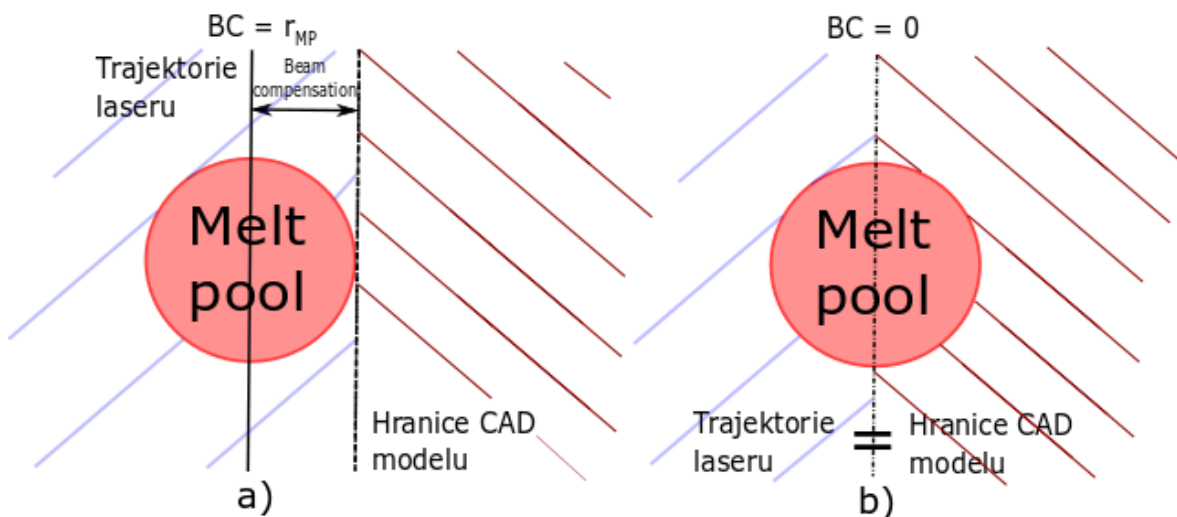
Obecně bývají hodnoty skenovací rychlosti a výkonu laseru pro B a FC oproti H nižší. Důvodem je, že v případě Borderu je kladen vyšší důraz na přesnost a kvalitu povrchu vyráběné součásti. Jeho účelem je zejména zarovnat a spojit hrany vyráběného objektu, pro což není potřeba tak vysokého výkonu jako pro dostatečné protavení objemového materiálu. Úkolem FC je pak vytvořit hladký přechod mezi B a H, kde mohou zůstat malé zbytky neroztaveného prášku v místech, kde k sobě B a H dokonale nepřilnuly. Jelikož se v této oblasti mohou vyskytovat místa která již byla laserem zpracována. Nižší výkon je zde tedy proto, aby nedocházelo k přehřívání materiálu a zároveň bylo zajištěno dostatečně spojení hranice a šrafování.

Oproti tomu při výrobě vertikálního rozhraní je zapotřebí aplikovat optimalizované parametry (které byly při výrobě horizontálního rozhraní aplikovány pouze na Hatch) právě zejména v oblastí Border a Fill Contour, kde dojde k setkání obou materiálů. Bohužel není možné tuto změnu provést lokálně pouze pro hranu kde k setkání prášků dojde (a vznikne tak rozhraní), ale pouze na celý obvod vzorku tvořeného jedním z materiálů, což může vést k vadám na hranách nepřiléhajících k druhému materiálu. CAD data použitá pro výrobu odpovídají **obr 4-10**. Jediný vzorek se skládá ze dvou částí (část Maraging oceli a část měděné slitiny). Obě části přiléhají jednou stranou tak, že hranice se překrývají a splývají v jedinou hranu (rozhraní). Kontrola přesahu laseru na rozhraní je tedy řízena čistě parametrem Beam compensation.



obr 4-10 Ilustrace CAD dat pro výrobu vzorků s ostrým vertikálním rozhraním

Pro první experiment (V1 – Proof of Concept) byly z předchozí fáze zvoleny dva sety nejlépe hodnocených procesních parametrů pro Maraging ocel pro vertikální rozhraní beze změny hodnot výkonu, rychlosti či hatch distance. Jedinou proměnnou byl v tomto experimentu parametr „beam compensation“ (BC), tedy vzdálenost reálné dráhy laseru od povrchu CAD modelu sloužící ke kompenzaci šířky *melt poolu* (MP, krátkodobě roztavená oblast laserem). Za normálních okolností je tento parametr nastaven na hodnotu poloviny průměru melt poolu tak, aby hranice CAD modelu byla tečnou roztavené oblasti. Tím teoreticky dochází k tvorbě hranice reálného dílu odpovídající CAD modelu (viz obr 4-11 a)).



obr 4-11 Vizualizace parametru Beam compensation (BC), pohled shora na platformu; a) BC je roven poloměru MP, b) BC = 0, dochází k přesahu meltpoolu za hranice CAD modelu

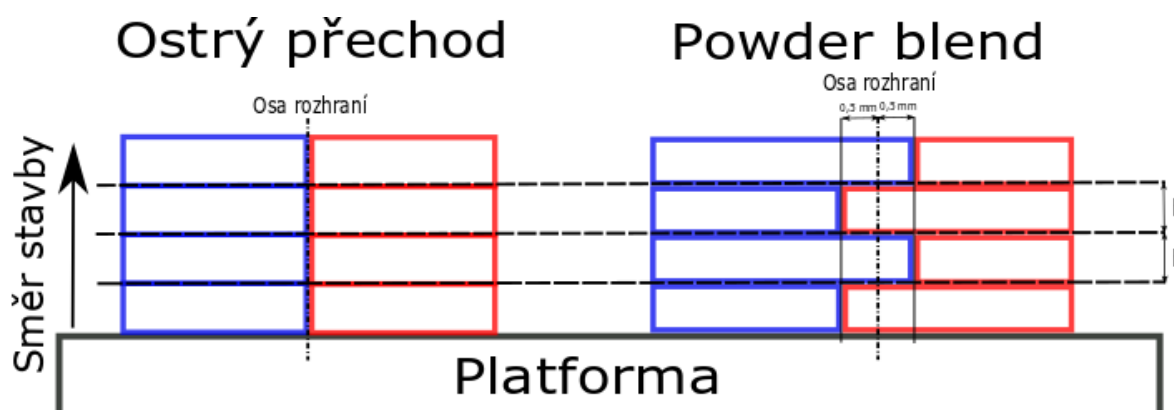
Snížením hodnoty toho parametru na nulu dochází k přesahu MP mimo hranice CAD modelu. V případě výroby vzorků s vertikálním rozhraním se už v této oblasti nachází nanesený druhý materiál a dochází tedy v tomto místě k protavení (a spojení) obou materiálů současně (viz **obr 4-11 b**).

Byly zkoumány dva typy rozhraní: ostré rozhraní kde byly oba materiály nanášeny podél jedné roviny v každé vrstvě, a rozhraní „powder blend“, kdy hranice nanášených materiálů oscilovala kolem středové osy o hodnotu $\pm 0,5$ mm (viz **obr 4-12**).

Sety PP zvolené pro tento experiment byly v případě oceli B1 a B7. U obou setů byly vytvořeny varianty s nominální BC (0,09 mm) a s modifikovanou BC na nulovou hodnotu. Pro měděnou slitinu byl univerzálně použit set A3 s hodnotou BC modifikovanou na 0 mm. Celkem byly vyrobeny 4 vzorky s ostrým přechodem a 4 vzorky s rozhraním typu „powder blend“ o velikosti 8 x 10 x 2 mm. Hodnoty PP jsou shrnuty v **tab. 11**.

tab. 11 Hodnoty PP použité v experimentu V1 – Proof of concept

Označení PP	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Hustota energie (J/mm ³)	BC (mm)
B1	300	720	0,12	0,05	69,4	0,09
B1_BC0	300	720	0,12	0,05	69,4	0
B7	300	650	0,09	0,05	88,15	0,09
B7_BC0	300	650	0,09	0,05	88,15	0
A3	300	800	0,09	0,05	78,6	0



obr 4-12 Schéma typů rozhraní, h – výška nanesené vrstvy

Experiment V1 ukázal nutnost další optimalizace PP. Na vyrobených vzorcích se projeví výrazné známky přehřívání materiálu v oblasti měděné slitiny a následné propadání vnitřní části vzorku a výrazné vertikální praskliny napříč vrstvami blízko rozhraní v části tvořené Maraging ocelí. Oba typy vad byly přisuzovány nevhodným nastavením PP, proto byl proveden nový screening PP měděné slitiny nanášené pomocí výše zmíněného zařízení (Experiment V2 – screening Screening Cu7.2Ni1.8Si1Cr). Bylo vyrobeno 20 vzorků o rozměrech 5 x 7 x 3 mm. PP byly převzaty z práce [14] a jejich kompletní přehled je v **tab. 12**. Všechny uvedené PP se vztahují k tloušťce vrstvy 0,05 mm.

tab. 12 Shrnutí PP pro měděno slitinu pro experiment V2 – Screening Cu7.2Ni1.8Si1Cr

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Skenovací strategie	Hustota energie (J/mm ³)	Poznámka
V2_S01	300	500	0,09	Stripe	133,3	
V2_S02	300	650	0,09	Stripe	102,6	
V2_S03	300	800	0,09	Stripe	83,3	
V2_S04	350	800	0,09	Stripe	97,2	
V2_S05	389	800	0,09	Stripe	111,1	
V2_S06	300	1100	0,09	Stripe	60,6	
V2_S07	350	1100	0,09	Stripe	70,7	
V2_S08	389	1100	0,09	Stripe	80,8	PP A3, změna sken. strategie
V2_S09	300	500	0,12	Stripe	100	
V2_S10	300	350	0,12	Stripe	76,9	
V2_S11	300	800	0,12	Stripe	62,5	
V2_S12	350	800	0,12	Stripe	72,9	
V2_S13	389	800	0,12	Stripe	83,3	
V2_S14	200	200	0,15	Stripe	133,3	
V2_S15	389	800	0,15	Stripe	66,7	
V2_S16	350	950	0,09	Stripe	81,9	PP A1, změna sken. strategie
V2_S17	375	1025	0,09	Stripe	81,3	PP A2, změna sken. strategie
V2_S18	350	950	0,09	Chessboard	81,9	Shodné s A1
V2_S19	375	1025	0,09	Chessboard	81,3	Shodné s A2
V2_S20	389	1100	0,09	Chessboard	78,6	Shodné s A3

Po odřezání vzorků byla provedena standardní metalografická analýza (broušení, leštění, analýza světelným mikroskopem) a vyhodnocena porozita vzorků a míra deformace horní stěny vzorků. Na základě výsledků screeningu byly pro další postup vybrány PP vzorků V2_S09 a V2_S18, které dosahovaly nejlepšího kompromisu vysoké relativní hustoty a relativně nízké míry deformace horní stěny.

Následně byl proveden experiment V3 – Proof of Concept 2, který kombinoval poznatky z předchozích experimentů. Experiment měl stejnou strukturu jako sada V1: Pro měděnou ocel byly tentokrát použity sety B1 a B1_BC0 a pro měděnou slitinu sety V2_S09 a V2_S18. Všechny kombinace byly vyrobeny jak s ostrým přechodem (V3_1 – V3_4), tak s rozhraním typu powder blend (V3_5 – V3_8) dohromady tvořící sadu celkem 8 vzorků. DOE Experimentu je vyobrazeno v tabulce **tab. 13**

tab. 13 DOE Experimentu V3 – Proof of Concept 2

Ostré rozhraní			Powder blend		
Vzorek	Set PP Maraging ocel	Set PP Cu7.2Ni1.8Si1Cr	Vzorek	Set PP Maraging ocel	Set PP Cu7.2Ni1.8Si1Cr
V3_1	B1	V2_S09	V3_5	B1	V2_S09
V3_2	B1_BC0	V2_S09	V3_6	B1_BC0	V2_S09
V3_3	B1	V2_S18	V3_7	B1	V2_S18
V3_4	B1_BC0	V2_S18	V3_8	B1_BC0	V2_S18

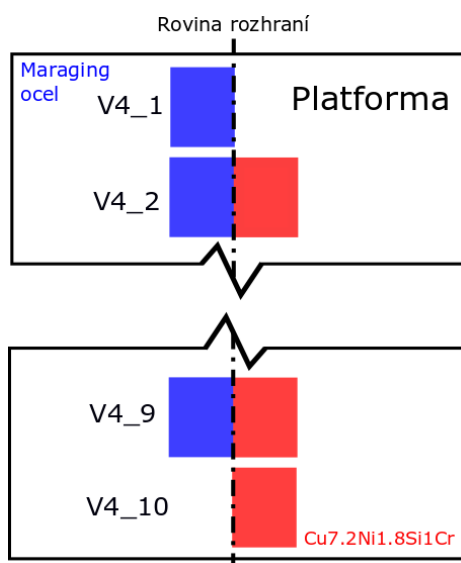
Výsledkem tohoto experimentu bylo výrazné zlepšení kvality měděných částí vzorků. Výrazné praskliny v ocelové části v blízkosti rozhraní, které byly pozorovány v experimentu V1, ale nebyly odstraněny. Naopak byl pozorován nárůst jejich velikosti i četnosti.

Trhliny byly pozorovány u všech vzorků, výhradně v Maraging oceli v blízkosti rozhraní, nebyly vázány na typ rozhraní a jejich výskyt nebyl omezen pouze na hranice tracků. Z tohoto pozorování vzešly dvě hypotézy:

- Trhliny jsou způsobeny nevhodnými PP či skenovací strategií pro ocel způsobující pnutí na rozhraní vlivem rozdílné tepelné roztažnosti obou materiálů či vyšším odvodem tepla z oceli vlivem přítomnosti mědi a jejímu následnému zkřehnutí a popraskání v kritickém místě.
- Existuje kritická koncentrace slitiny mědi, která vlivem teplotní roztažnosti způsobuje vnitřní pnutí v oceli převyšující její mez pevnosti. Jednalo by se tedy o stav, při kterém se v oceli vyskytuje dostatek mědi na to, aby svojí teplotní roztažností způsobila pnutí, ale není jí ve směsi dost na to, aby toto pnutí kompenzovala svojí vyšší houževnatostí.

Byl tedy navržen další experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli. Tento experiment byl sadou 10 vzorků o velikosti 10 x 7 x 2 mm, jehož cílem bylo odhalit příčinu pozorovaných prasklin a optimalizovat procesní parametry oceli pro jejich minimalizaci. Experiment byl tedy kombinací ověření kompatibility Maraging oceli a slitiny mědi pro vertikální rozhraní, screeningu PP pro Maraging ocel pro vertikální rozhraní a výzkumu vlivu skenovacích strategií jak na úrovni vzorku, tak celé platformy.

Oproti předchozím experimentům bylo alterováno pořadí vyráběných materiálů. U běžného tisku dochází ke skenování patřičných oblastí ve směru zleva doprava. V případě vzorků s vertikálním rozhraním to znamenalo, že ocelová část vzorku byla skenována od kraje směrem k rozhraní a následně skenování měděné části opět začínalo na rozhraní a pokračovalo směrem k okraji vzorku. Tento dvojnásobný tepelný šok na rozhraní mohl být jednou z příčin pozorovaných trhlin, a proto bylo pořadí skenování obráceno. Teplotní gradient tedy postupoval napřed od rozhraní k okraji měděné části vzorku a následně od okraje ocelové části směrem k rozhraní. V tomto experimentu bylo použito pouze ostré rozhraní. Rozložení vzorků na desce je vyobrazeno na **obr 4-13**. U vzorků V4_1 a V4_10 byl pouze nanesený měděný/ocelový prášek na patřičné místo, nedošlo však k jeho skenování.



obr 4-13 Rozložení vzorků na platformě pro experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli.

Ve snaze zjistit příčinu trhlin bylo v tomto experimentu na vyrobených vzorcích ověřeno několik hypotéz, které jsou popsány níže:

V4_01 – PP byly převzaty z předchozího experimentu jako referenční. Cílem bylo ověřit vliv přítomnosti měděného prášku v blízkosti vyráběného ocelového dílu.

V4_02 – U tohoto vzorku byl aplikován remelting, neboli dvojitě vypálení v každé vrstvě stejnými PP. Cílem bylo zjistit, zda a jak přehřívání materiálu ovlivní vznik trhlin

V4_03 – Skenovací kontury (Border a Fill contour) byly vypnuty, skenován byl pouze vnitřní objem (hatch) vzorku. Cílem bylo ověřit vliv pořadí skenování v rámci jednoho vzorku

V4_04 – Skenovací strategie stripe byla upravena tak aby nedocházelo k rotaci jednotlivých tracků mezi vrstvami a tracky v každé vrstvě byly orientovány rovnoběžně s rozhraním (ozn. Stripe II). Cílem bylo omezit pnutí indukované na okrajích tracků vlivem smršťování při chladnutí materiálu, které mohlo trhliny způsobit. Tento efekt se v běžné praxi projevuje například u FDM tisku, kdy vlivem příliš vysoké vrstvy nebo nesprávných PP dojde k odlepení tištěného dílu od podložky

V4_05 – Byly použity standardní parametry pro výrobu Maraging oceli. Hlavní rozdíl byl v aplikaci dvojitého borderu a rozdílných PP pro B a FC které byly doporučeny výrobcem

Vzorky V4_06 až V4_09 byly screeningem PP v oblasti okna procesních parametrů Maraging oceli s co nejnižší skenovací rychlostí a nejnižším výkonem laseru. Důvodem byla snaha o zpomalení a minimalizaci teplotního šoku v materiálu během skenování vzorku

Pro slitinu mědi byl ve všech případech použit set PP A1. Cílem vzorku V4_10 bylo ověřit vliv přítomnosti ocelového prášku během výroby mědi obdobně jako u vzorku V4_01, jen s opačným pořadím materiálů (viz **obr 4-13**). Kompletní shrnutí PP použitých pro tento experiment je v **tab. 14**.

tab. 14 Seznam použitých PP, experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Poznámka
V4_01	300	720	0,12	0,05	Shodné s B1_BC0
V4_02	300	720	0,12	0,05	Remelting 1x
V4_03	300	720	0,12	0,05	Pouze hatch
V4_04	300	720	0,12	0,05	Stripe II
V4_05	300	720	0,12	0,05	Aplikován 2x B
	100	350	-	0,05	PP B (V4_05)
	150	400	-	0,05	PP FC (V4_05)
V4_06	100	400	0,12	0,05	Screening
V4_07	200	400	0,12	0,05	Screening
V4_08	150	500	0,12	0,05	Screening
V4_09	250	500	0,12	0,05	Screening
V4_10	350	950	0,09	0,05	CuNi - A1, shodné pro všechny měděné části předchozích vzorků

V Experimentu V4 se ukázalo, že trhliny v blízkosti rozhraní se projevily i ve vzorku V4_01, který neměl měděnou část, jednalo se tedy o kvádr z čisté oceli. Dalším poznatkem bylo, že nejlepšího kompromisu mezi kvalitou objemového materiálu a mírou výskytu trhlín dosáhl vzorek V4_07. Byl tedy navržen Experiment V5 – Proof of Concept 3, který byl zaměřen na potvrzení hypotézy, že pouhá přítomnost mědi v blízkosti oceli při výrobě může mít za následek výskyt trhlín. Dále byl v rámci tohoto experimentu proveden podrobnější screening PP v okolí těch, kterými byl vyráběn vzorek V4_07. Součástí experimentu byla také výroba tahových těles s těmito parametry pro Maraging ocel. Stejně jako v předchozím experimentu zde byl ve všech případech pro slitinu mědi použit set PP A1. Kompletní přehled použitých PP je v **tab. 15**.

tab. 15 PP použité v Experimentu V5 – Proof of Concept 3

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Poznámka
V5_01	300	720	0,12	0,05	Aplikován 2x B
	100	350	-	0,05	PP B (V4_05)
	150	400	-	0,05	PP FC (V4_05)
V5_02	200	400	0,12	0,05	Shodné s V4_07
V5_03	200	350	0,12	0,05	Screening
V5_04	200	450	0,12	0,05	Screening
V5_05	200	500	0,12	0,05	Screening
V5_06	150	450	0,12	0,05	Screening
V5_07	-	-	-	-	Viz pozn.
V7_08	-	-	-	-	Viz pozn.
V5_T1-3	200	400	0,12	0,05	Shodné s V4_07, 3 Tahové vzorky
CuNi	350	950	0,09	0,05	CuNi - A1, shodné pro všechny měděné části předchozích vzorků

Pozn. Vzorky V5_01, 02, 07 a 08 byly tvořeny pouze části z Maraging oceli. PP vzorků V5_01 a V5_07 (resp. V5_02 a V5_08) byly shodné a lišily se pouze polohou na desce. Vzorky V5_01 a 02 byly situovány na rozhraní a byl vedle nich nanesen prášek měděné slitiny. Vzorky V5_07 a 08 byly zcela obklopeny nezpracovaným ocelovým práškem a byly vyrobeny ve vzdálenosti 7 mm od osy rozhraní.

5 VÝSLEDKY

5.1 Horizontální rozhraní

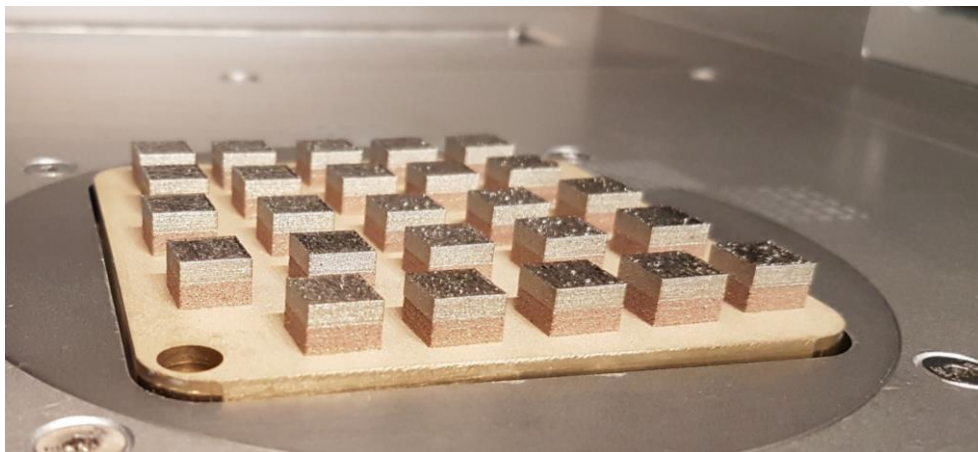
5.1.1 Výroba vzorků

Experiment H1 - Cu7.2Ni1.8Si1Cr - Maraging ocel

Výroba vzorků probíhala následujícím způsobem:

1. Vyčištění stroje
2. Tisk části tvořené Cu7.2Ni1.8Si1Cr
3. Vyčištění stroje bez vyjmutí platformy
4. Zасыпání již vyrobených částí vzorků druhým materiálem
5. Tisk části tvořené Maraging ocelí

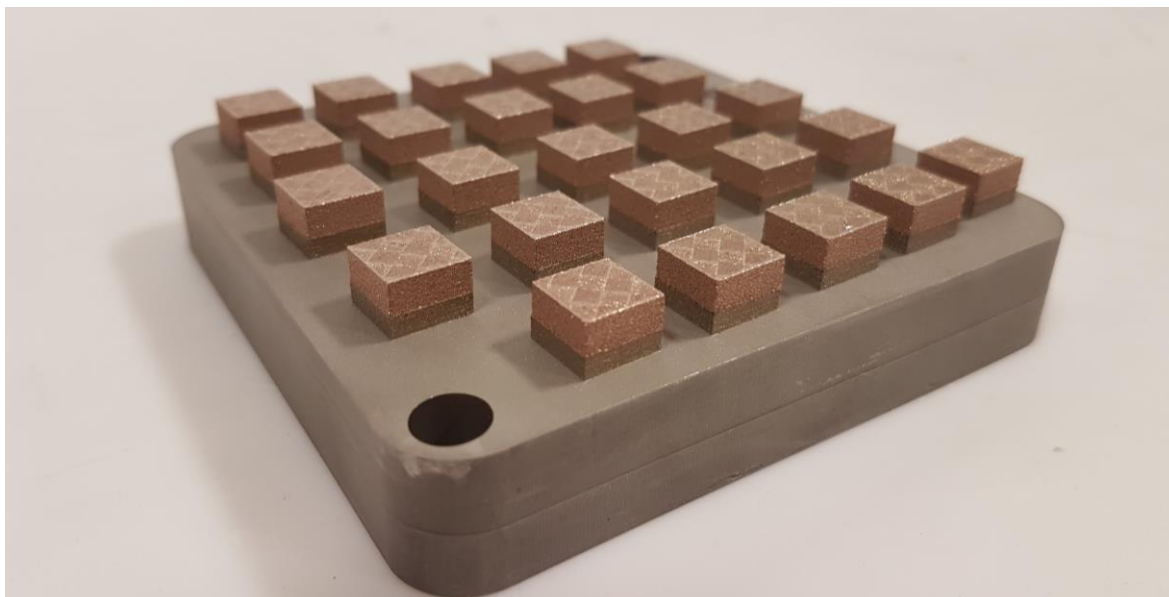
Tisková platforma byla předehřáta na 100 °C. Po vytištění části tvořené měděnou slitinou bylo nutné vyjet s tiskovou plochou o 0,1 mm výše aby bylo dosaženo dostatečně tenké první vrstvy oceli a byla použita možnost „*initial exposure 1x*“, tedy dvojitě vypálení první vrstvy materiálu, aby bylo zabezpečeno dostatečné provaření první vrstvy do podkladové desky. Výsledný stav dokončených vzorků je vyobrazen na **obr 5-1**.



obr 5-1 Vzorky Cu7.2Ni1.8Si1Cr-Maraging ocel po dokončení stavby a vyčištění komory stroje

Experiment H2 - Maraging ocel - Cu7.2Ni1.8Si1Cr; Upskin/Downskin

Postup pro výrobu vzorků byl totožný s postupem v předchozí kapitole pouze se záměnou pořadí materiálů. Během výroby nedošlo k žádným znakům delaminace ani jiných okem pozorovatelných defektů. Vyrobené vzorky jsou vyobrazeny na **obr 5-2**.



obr 5-2 Vyrobené vzorky experimentu Maraging ocel-Cu7.2Ni1.8Si1Cr

Experiment H3 – výroba tahových těles (Cu7.2Ni1.8Si1Cr - Maraging ocel)

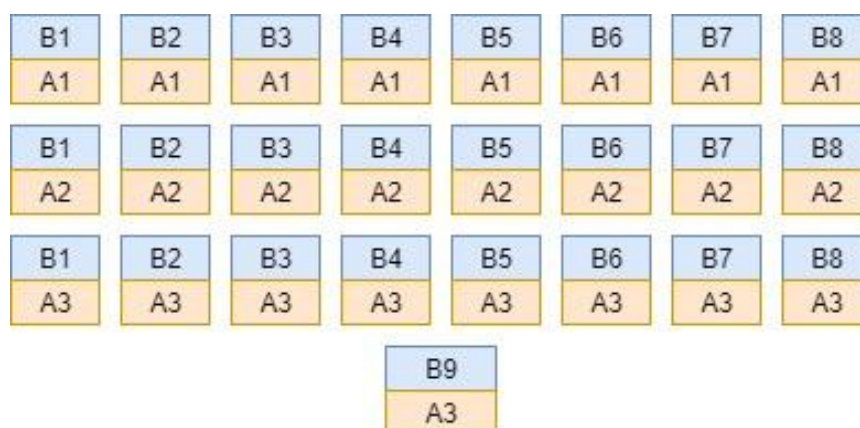
Výroba polotovarů tahových těles probíhala stejným způsobem jako v experimentu H1. Po vyrobení části z měděné slitiny byla komora stroje vyčištěna bez vyjmutí platformy a již stojící vzorky byly zasypány práškem Maraging oceli. Následně byl tisk znovu spuštěn za použití ocelového prášku. Po dokončení stavby byly polotovary odřezány a obrobeny do tvaru tahových těles pomocí elektroerozivního obrábění. Z každého polotovaru byla vyrobena 3 tahová tělesa. Jedno z hotových tahových těles je vyobrazeno na **obr 5-3**.



obr 5-3 Vyrobený vzorek pro tahovou zkoušku

5.1.2 Analýza relativní hustoty

Kromě analýzy samotného rozhraní bylo třeba zvolit vhodné procesní parametry ke zpracování jednotlivých materiálů, aby bylo docíleno co nejkvalitnější objemové části. K tomuto účelu složil Experiment H1. Celkem bylo vyrobeno 25 multimateriálových vzorků. Byly zvoleny 3 sady procesních parametrů pro měděnou slitinu a 9 setů procesních parametrů pro druhý materiál, přičemž prvních 8 setů bylo vyrobeno ve 3 provedeních vždy v kombinaci s jedním ze tří setů pro měděnou slitinu. Vzorek 25 (procesní parametry s označením 9) sloužil pro experimentální prověření procesních parametrů mimo okno běžných procesních parametrů odvozeného z literatury a byl vyroben v jediném exempláři. Pro přehlednost je zde zopakován diagram DOE pro tento experiment (viz **obr 5-4**).



obr 5-4 Design Of Experiment pro Experiment H1 (Cu7.2Ni1.8Si1Cr-Maraging ocel)

Relativní hustota jednotlivých materiálů byla vyhodnocena u všech vzorků ve třech různých rovinách řezu. Vzorky byly zality do epoxidu, vybroušeny a vyleštěny pomocí metalografické brusky. Fotografie leštěných povrchů byly pořízeny mikroskopem Keyence VHX-6000. Výbrusy všech vzorků probíhaly ze strany proudění inertní atmosféry během výroby. Fotografie byly následně zpracovávány pomocí softwaru ImageJ.

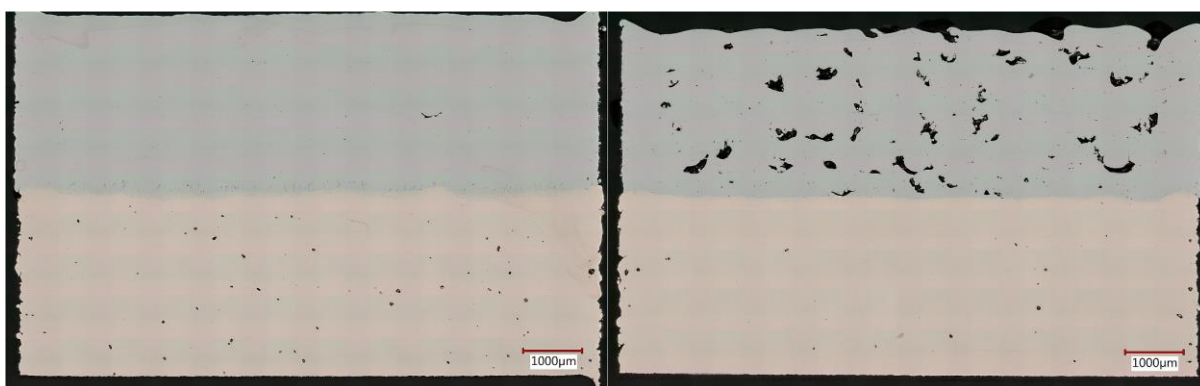
Na straně měděné slitiny byla u všech tří setů testovaných procesních parametrů (3 x 8 vzorků x 3 roviny výbrusu) zaznamenána poměrně vysoká hustota (viz **obr 5-5**). Shrnutí průměrné relativní hustoty je v **tab. 16**.

tab. 16 Průměrná relativní hustota jednotlivých setů procesních parametrů pro Cu7.2Ni1.8Si1Cr

Označení vzorku	Relativní hustota (%)
A1	99,81
A2	99,82
A3	99,88

U všech použitých procesních parametrů bylo dosaženo relativní hustoty vyšší než 99,8 %, tedy téměř neporézního materiálu. Vyrobené vzorky ovšem nebyly zcela bez defektů. Tyto defekty byly pravděpodobně způsobeny vadami kovového prášku nebo nedokonalostmi výrobního procesu (např. momentální rozostření laseru v důsledku vypařujícího se materiálu, ...).

Oproti tomu na straně Maraging oceli byly zaznamenány výrazné rozdíly v míře porozity v závislosti na použitých procesních parametrech (viz **obr 5-5**). Celkem bylo hodnoceno 8 setů procesních parametrů (8 x 3 vzorky x 3 roviny výbrusu). Výsledky jsou shrnuty v **tab. 17**. Vzorek č. 25 nebyl zahrnut do níže popsaného procesu vyhodnocení jednak pro jeho zřetelný výskyt porozity viditelný pouhým okem a jednak proto, že neposkytoval dostatečně velký statistický soubor pro vyhodnocení porozity.

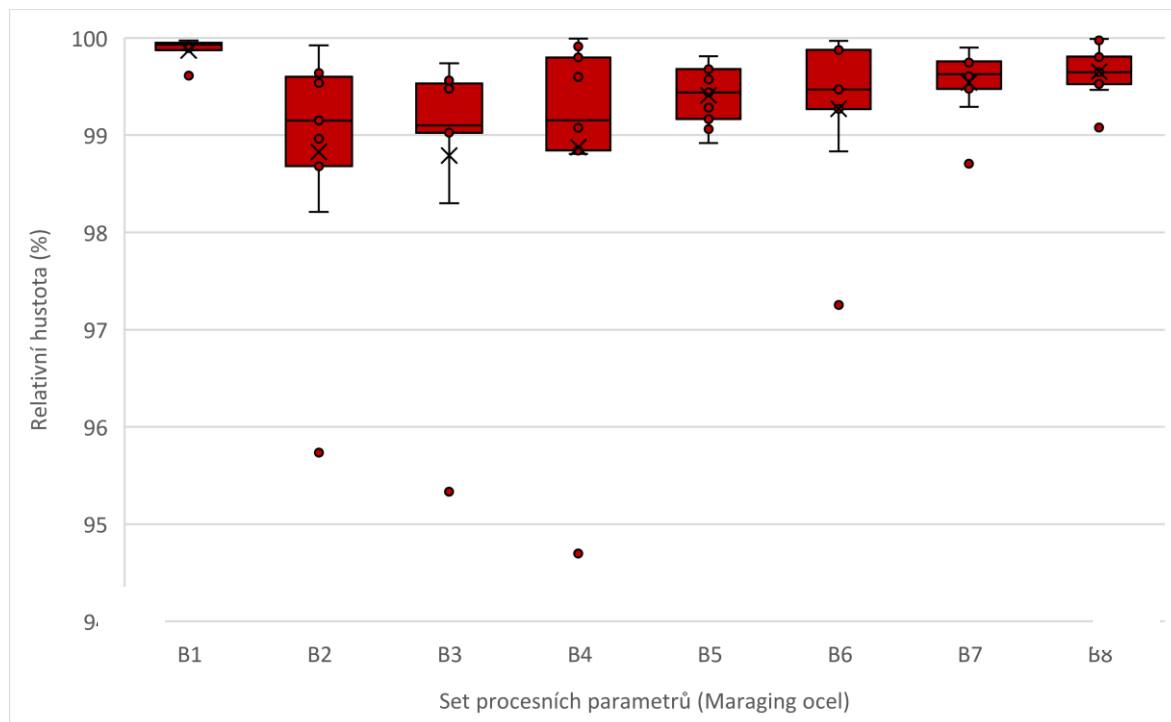


obr 5-5 Vzorek A1B6 s vizuálně nejmenším množstvím porozity (vlevo) a B2A3. s vizuálně největším množstvím porozity (vpravo) v oblasti Maraging oceli (1. rovina výbrusu)

tab. 17 Průměrná relativní hustota jednotlivých setů procesních parametrů pro Maraging ocel

Označení vzorku	Relativní hustota (%)
B1	99,87
B2	98,83
B3	98,79
B4	98,88
B5	99,41
B6	99,27
B7	99,54
B8	99,65

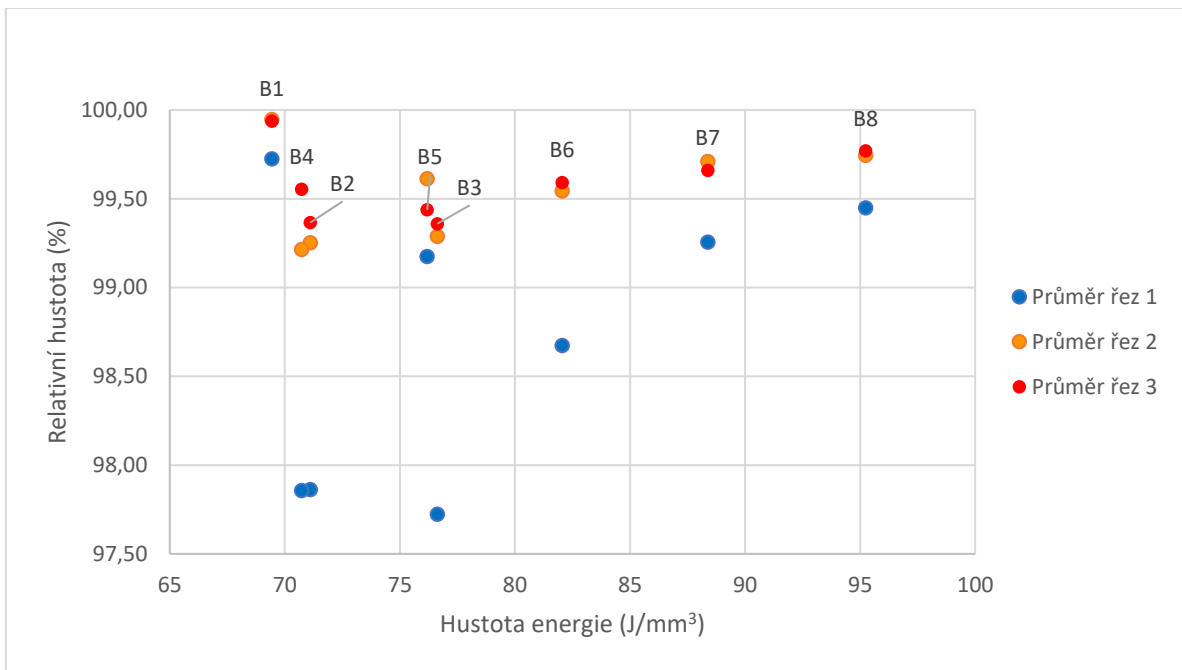
Graf na **obr 5-6** znázorňuje výslednou relativní hustotu u částí vzorků tvořených Maraging ocelí. Z grafu je patrné, že nejvyšší průměrné relativní hustoty bylo dosaženo se sety procesních parametrů označených jako B1, B8 a B7, a jsou tedy vhodnými procesními parametry pro výrobu objemových dílů z tohoto materiálu.



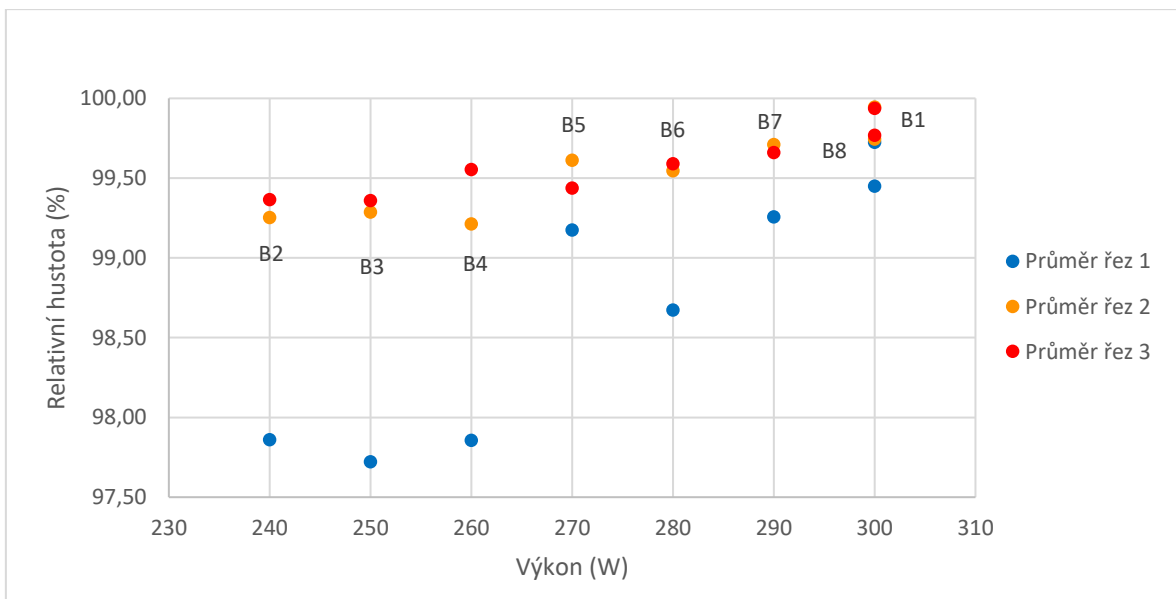
obr 5-6 Vyhodnocení relativní hustoty – Maraging ocel

U některých setů procesních parametrů (zejména B2, B3, B4 a B6) se projevilo výrazné zhoršení relativní hustoty, kdy hodnoty dosahovaly přibližně 98 % a méně. Všechny tyto odchylky byly naměřeny v první rovině řezu (0,5-1 mm pod povrchem vzorku).

Zajímavé je pak porovnání relativní hustoty ku vstupní energii jednotlivých vzorků. Z grafu **obr 5-7** je patrné, že nejvyšší relativní hustoty dosahují právě hraniční procesní parametry (B1 a B8), tedy ty s nejvyšší a nejnižší vstupní energií. Sety B5, B6 B7 jsou pak téměř rovnoměrně rozmístěny mezi krajními hodnotami. Zároveň zde lze pozorovat i výrazné zhoršení relativní hustoty v první rovině výbrusu zmíněné výše.

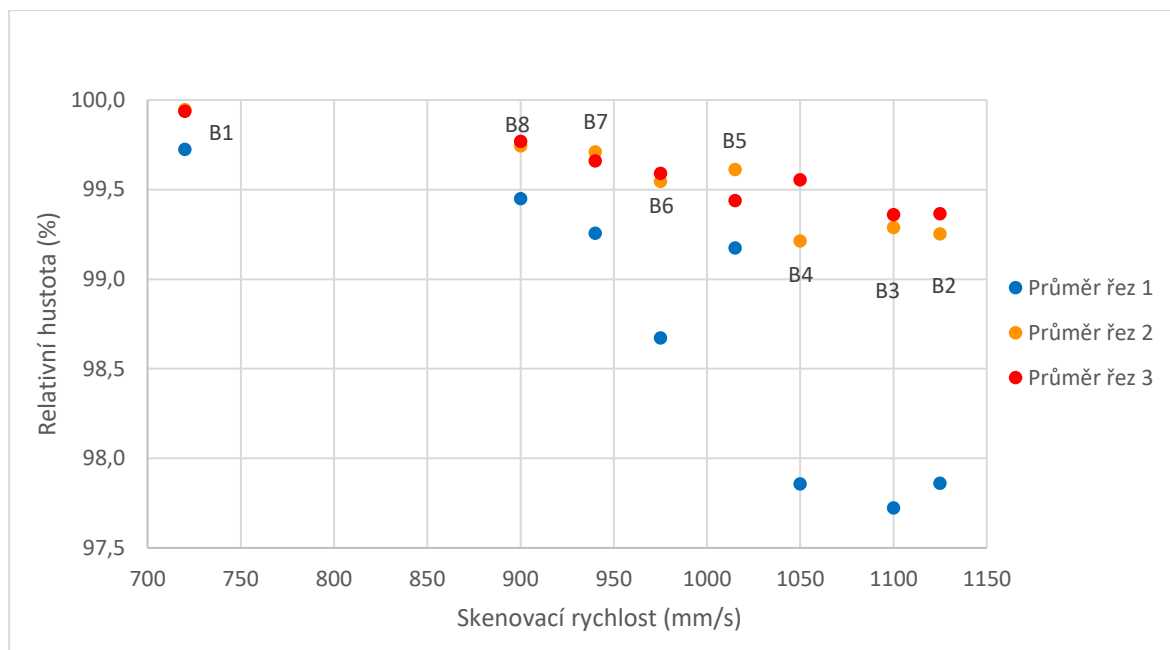


obr 5-7 Závislost relativní hustoty na hustotě energie pro Maraging ocel



obr 5-8 Závislost relativní hustoty na výkonu laseru Maraging oceli

Dalším cílem bylo tedy určení vlivu procesních parametrů obsažených ve výpočtu energetické hustoty. Z grafu **obr 5-8** je patrný vztah mezi relativní hustotou a dodávaným výkonem ve smyslu přímé úměry, zatímco v grafu **obr 5-9** je viditelný opačný trend ve vztahu ke skenovací rychlosti.



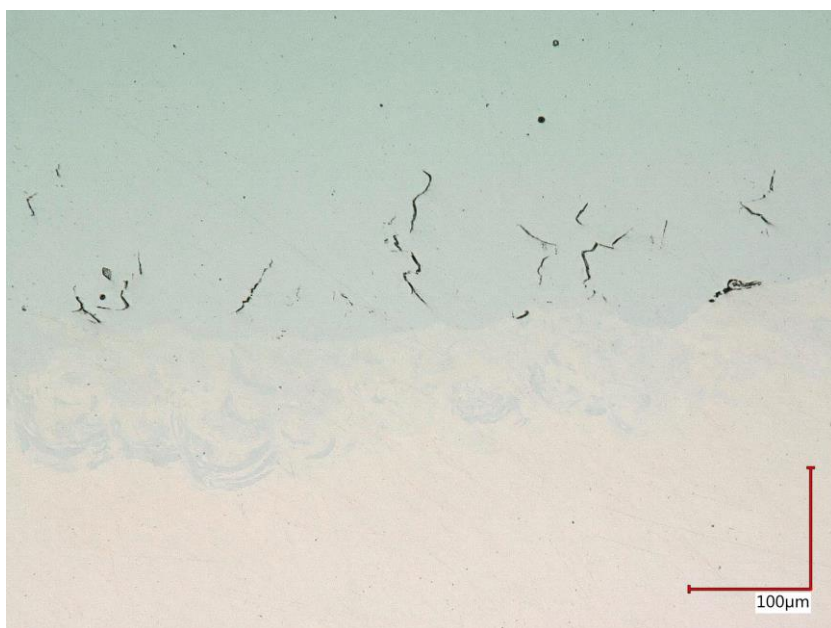
obr 5-9 Závislost relativní hustoty na rychlosti skenování Maraging oceli

Obecně lze tedy říci, že pro docílení maximální relativní hustoty (a tedy co nejnižší porozity) Maraging oceli je vhodné použití vyšších výkonů a nižších rychlostí skenování.

5.1.3 Analýza rozhraní Experimentu H1 (Cu7.2Ni1.8Si1Cr - Maraging ocel)

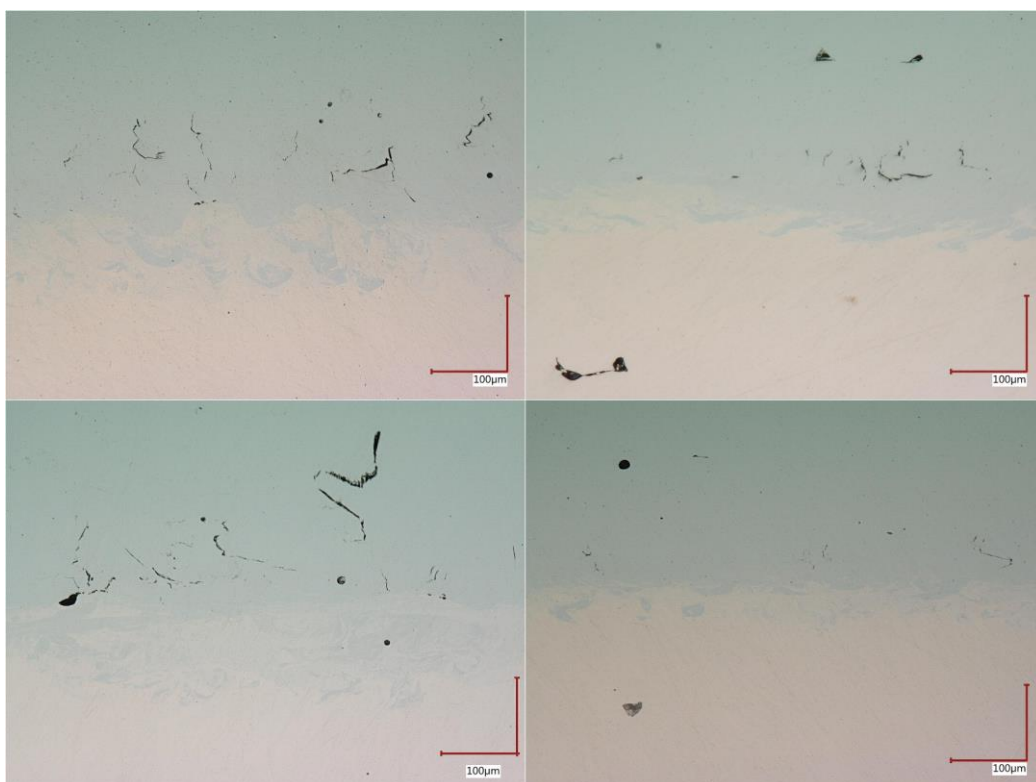
Ačkoliv určité procesní parametry mohou být vhodné pro výrobu objemového materiálu, nemusí to nutně znamenat, že budou zároveň vhodné i pro kvalitní multimateriálové rozhraní.

U všech vyrobených vzorků byla pozorována přechodová oblast obsahující směs obou materiálů dosahující šířky až 100 μm , tedy 2 nanesených vrstev. Na její hranici a dále výhradně na straně Maraging oceli došlo k výskytu prasklin a dalších defektů v různé míře a četnosti. Příkladem mohou být relativně dlouhé vertikální praskliny na obr 5-10.



obr 5-10 Detail rozhraní, vzorek A1B6

Bylo pozorováno několik dominantních typů defektů, viz **obr 5-11**. Prvním typem vyskytujícím se zejména ve vzorcích s velmi vysokou relativní hustotou jsou relativně dlouhé vertikální praskliny, začínající hranici přechodové oblasti. Druhým typem jsou pak praskliny horizontální. Tyto byly dominantní u vzorků s nízkou relativní hustotou. Nejčastější oblast výskytu byla ve vzdálenosti 50-200 μm od hranice přechodové oblasti, případně byly iniciovány porozitou v těsné blízkosti hraniční oblasti. Dále se horizontální praskliny vyskytovaly i přímo na rozhraní materiálů. Třetím typem prasklin pak byly praskliny bez dominantního směru šíření. Tento typ defektů se vyskytoval ve všech vyrobených vzorcích.



obr 5-11 Typy defektů na rozhraní (řez 1); vertikální praskliny (vlevo nahoře), horizontální praskliny (vpravo nahoře), praskliny bez dominantního směru šíření (vlevo dole), rozhraní s minimem výrazných defektů (vpravo dole)

Jak již bylo zmíněno na začátku kapitoly, procesní parametry dosahující nejvyšší relativní hustoty v objemovém materiálu neposkytovaly zároveň kvalitní mutlimateriálové rozhraní. V obou případech setů B1 i B8 byly na rozhraní pozorovány četné, zejména vertikální praskliny dosahující délky až 200 μm . Oproti tomu sada vzorků s označením B7 s nižší relativní hustotou obsahovala minimální počet defektů na rozhraní materiálů (viz **obr 5-12**).



obr 5-12 Detail rozhraní materiálů, řez 1, vzorek A1B7

Na základě těchto výsledků bylo přistoupeno k dalšímu testu pro ověření hypotézy, zda má na kvalitu rozhraní vliv pořadí materiálů při výrobě, případně zda se má na kvalitu rozhraní vliv jeden z parametrů downskin či upskin.

5.1.4 Analýza rozhraní Experimentu H2 (Maraging ocel - Cu7.2Ni1.8Si1Cr; upskin/downskin)

Cílem tohoto experimentu bylo ověřit *hypotézu 1*. Po odladění vhodných procesních parametrů pro výrobu objemového materiálu a základním screeningu vlivu procesních parametrů na kvalitu rozhraní popsaném v předchozí kapitole byl naplánován experiment s cílem objasnit vliv pořadí materiálů při výrobě kvůli rozdílné tepelné vodivosti a následně vliv nastavení parametrů upskin a downskin. Pro přehlednost je na **obr 5-13** opět vyobrazen DOE tohoto experimentu. Procesní parametry použité v tomto experimentu jsou shrnuty v **tab. 10**.

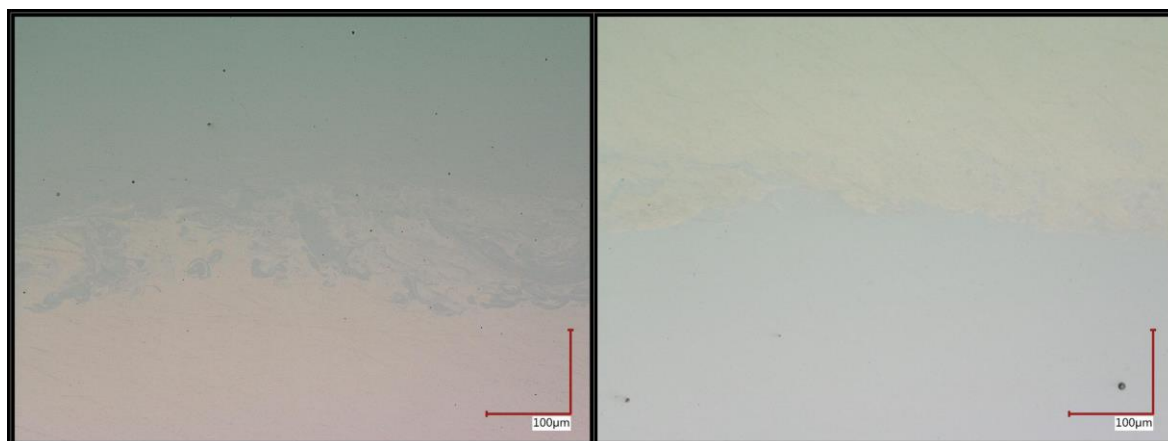
A1	A2	A3	A4	A5
B1	B1	B1	B1	B1
A1	A2	A3	A4	A5
B7	B7	B7	B7	B7
A1	A2	A3	A4	A5
B8	B8	B8	B8	B8
A3	A3	A3	A3	A3
U1	U2	U3	U4	U5
B1	B1	B1	B1	B1
A3	A3	A3	A3	A3
D1	D2	D3	D4	D5
B1	B1	B1	B1	B1

obr 5-13 DOE Experimentu H2 (Maraging ocel-Cu7.2Ni1.8Si1Cr; upskin/downskin)

Na základě předchozího experimentu byly pro Maraging ocel vybrány parametry s označením B1, B7 a B8, které dosahovaly nejlepších výsledků jak v oblasti relativní hustoty materiálu, tak u nich bylo dosaženo relativně kvalitního rozhraní s menším množstvím prasklin a dalších nedokonalostí. Prvních 15 vzorků tohoto experimentu kombinuje tyto sety procesních parametrů se všemi dříve použitými PP pro měděnou slitinu (A1, A2 a A3) a následně s měděnou slitinou zpracovanou parametry shodnými s těmi vhodnými pro zpracování Maraging oceli (A4, A5). Toto má za cíl ověřit možnost zpracování obou materiálů jedním setem procesních parametrů, což by v případě uspokojivého spojení a kvalitního objemového materiálu znamenalo výrazné usnadnění procesu přípravy dat pro další výrobu.

Vliv pořadí materiálů při stavbě

Následující výsledky zahrnují hodnocení celkem 9 vzorků, a to vzorky s označením BxAy (kde $x = 1, 7, 8$ a $y = 1, 2, 3$). Hodnoty procesních parametrů jsou stejné jako u předchozího experimentu, vzorky se liší tedy pouze pořadím vyráběných materiálů. Analýza světelnou mikroskopií ukázala, že u téměř všech vzorků bez ohledu na použité PP docházelo při druhém experimentu (pořadí materiálů Maraging ocel-slitina mědi) ke zúžení přechodové oblasti o přibližně 25 % (viz **obr 5-14**).

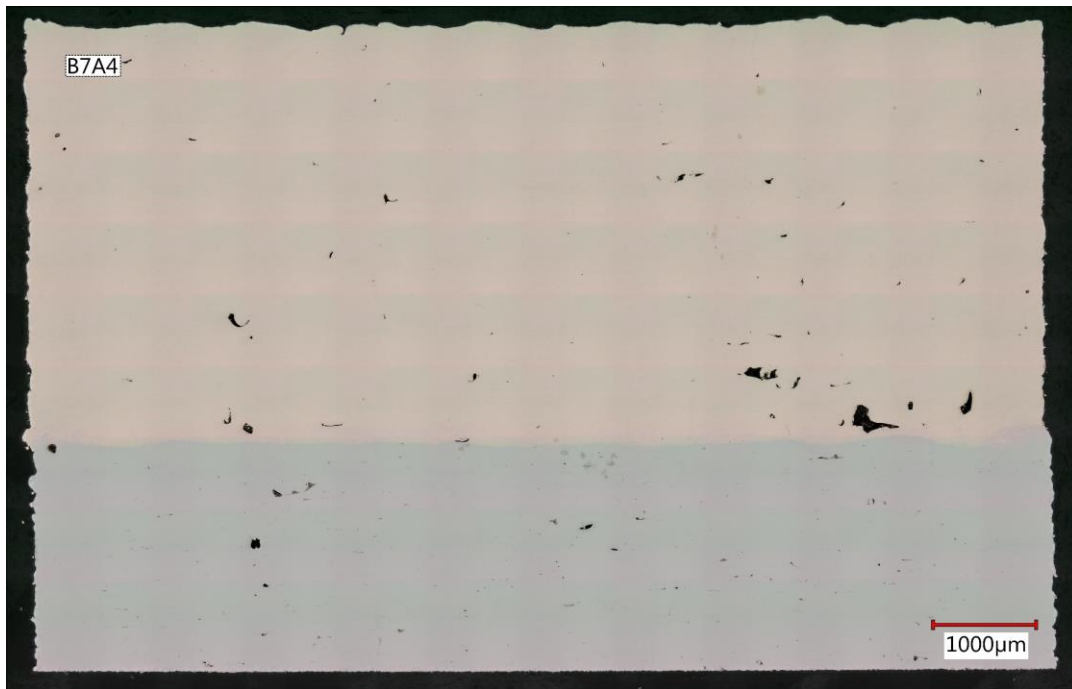


obr 5-14 Porovnání přechodové oblasti při pořadí materiálů slitina mědi-Maraging ocel (vlevo) a Maraging ocel-slitina mědi (vpravo). Kombinace PP B1A1

Tento jev mohl být zapříčiněn výrazně vyšší teplotou tání Maraging oceli (cca 1400 °C) oproti měděné slitině (přibližně 1080 °C). Při stavění slitiny na ocel dosahuje meltpool (lokálně roztavená oblast v místě působení laseru) takové teploty, která primárně stačí k roztavení měděné slitiny. Při této teplotě se ovšem podkladová vrstva oceli netaví do výrazné hloubky a rozhraní je tudíž relativně ostré. V opačném případě, tedy při stavění oceli na podkladu mědi, musí oblast dosáhnout teploty potřebné pro roztavení oceli. Podkladová vrstva mědi je takto nepřímou zahřáta výrazně nad svou teplotu tavení. V kombinaci s vyšší tepelnou vodivostí mědi toto vede k hlubšímu natavení měděného podkladu a k většímu promísení materiálů. Výsledkem je pak širší přechodová oblast.

Vliv použití stejných PP pro oba materiály

Výsledky v této kapitole zahrnují celkem 6 vzorků, a to konkrétně ty s označením BxAz (kde $x = 1, 7, 8$ a $z = 4, 5$). Účelem tohoto experimentu bylo mimo výše zmíněných důvodů také experimentální ověření kvality měděné slitiny vyráběné PP určenými pro Maraging ocel (a tedy s výrazně menším výkonem laseru).



obr 5-15 Vzorek B7A4. Obě části vzorku byly vyráběny stejnými PP

Dle očekávání došlo k nárůstu porozity v objemové části vzorku tvořené měděnou slitinou z důvodu nižší přijaté energie, a tedy nedokonalého roztavení práškového materiálu (viz **obr 5-15**). Zároveň zde došlo k vyššímu výskytu tenkých podélných prasklin uvnitř materiálu (tzv. „*lack of fusion porosity*“). Tento typ trhlin je asociován zejména s nedostatečnou teplotou při zpracování a má za následek výrazné zhoršení mechanických vlastností.

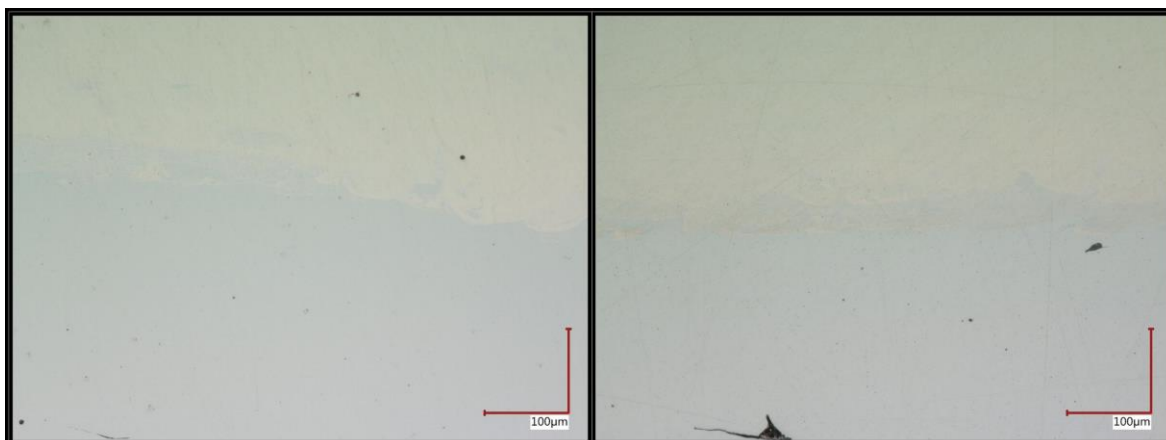
Navzdory zhoršení kvality objemového materiálu, vliv na rozhraní obou materiálů lze na základě světelné mikroskopie prohlásit za minimální. Šířka hraniční oblasti je totožná se vzorky s patřičnými PP a rozhraní neobsahuje abnormální množství nedokonalostí a trhlin. Dá se tedy předpokládat, že kvalita rozhraní není ovlivněna, nicméně zhoršení kvality objemové části bylo vyhodnoceno jako natolik závažné, že v experimentu v rámci této práce nebude pokračováno.

Vliv parametrů upskin/downskin

Dalších 10 vzorků je následně určeno pro otestování parametrů upskin a downskin. Objemová část obou materiálů byla v obou případech vyrobena nejvhodnějšími PP pro tento účel pro daný materiál (set A3 pro slitinu mědi a B1 pro Maraging ocel).

Procesní parametry pro upskin byly aplikovány pouze na poslední vrstvu Maraging oceli a byly v prvních dvou exemplářích přizpůsobeny vhodným PP pro zpracování následující vrstvy měděné slitiny (A3 a A1) a v dalších 3 případech shodné se vzorky s dobrými výsledky rozhraní z předchozího experimentu (B7, B5 a B4). Celkem tedy bylo vyrobeno 5 vzorků s parametrem upskin.

U žádného ze zkoumaných vzorků nebyla zaznamenána změna kvality rozhraní (množství trhlin) a nedošlo ke změně šířky hraniční oblasti (viz **obr 5-16**).

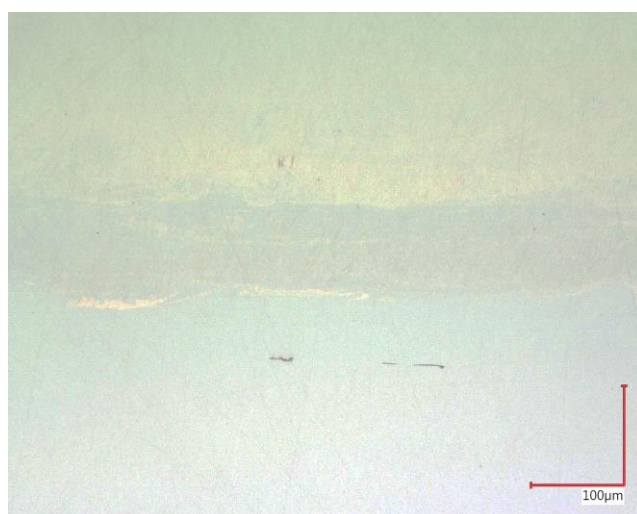


obr 5-16 Porovnání hraniční oblasti vzorků B1A3 (vlevo) a B1U3A3 (vpravo)

Z analýzy světelnou mikroskopií vyplývá, že parametr upskin nemá na kvalitu rozhraní žádný vliv a nebude v tomto experimentu v rámci této práce pokračováno.

Procesní parametry pro downskin byly aplikovány na první 3 vrstvy měděné slitiny. Zde se jednalo o PP převzaté z okna procesních parametrů v práci [14]. Záměrně byly vybrány parametry s vyšší vstupní energií, aby došlo k výraznějšímu provaření více odrazivé a tepelně vodivé měděné slitiny do horní vrstvy Maraging oceli. Bylo vyrobeno celkem 5 vzorků s parametrem downskin.

Analýza světelnou mikroskopií ukázala, že při aktivním parametru downskin sice nedošlo k výrazně změně kvality či šířky hraniční oblasti. Byla ovšem znatelná změna zbarvení měděné slitiny v oblasti smísení s Maraging ocelí (viz **obr 5-17**). Jeden ze vzorků s nejvýraznějším zbarvením byl podroben důkladnějším analýzám.



obr 5-17 Změna zbarvení při aplikaci DS, vzorek B1D2A3

5.1.5 Podrobná analýza vybraných vzorků

V této kapitole jsou shrnuty výsledky analýz provedených ve spolupráci s ÚMVI (FSI, VUT), tedy pozorování elektronovým mikroskopem (SEM), chemické analýzy (EDS) a metody difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD). Kvůli finanční a časové náročnosti těchto metod bylo pro první dva typy analýz (SEM a EDS) vybráno pouze 5 vzorků na základě předchozí analýzy světelnou mikroskopií. Konkrétně se jedná o vzorky:

- A3B1 (Experiment H1)
- A3B7 (Experiment H1)
- B1A3 (Experiment H2)
- B7A3 (Experiment H2)
- B1D1A3 (Experiment H2)

Metoda EBSD je nejnáročnější metodou ze všech použitých, a proto byly touto metodou analyzovány pouze 3 vzorky (A3B1, B1A3 a B1D1A3). Pro přehlednost jsou použité PP výše zmíněných vzorků shrnuty v **tab. 18**.

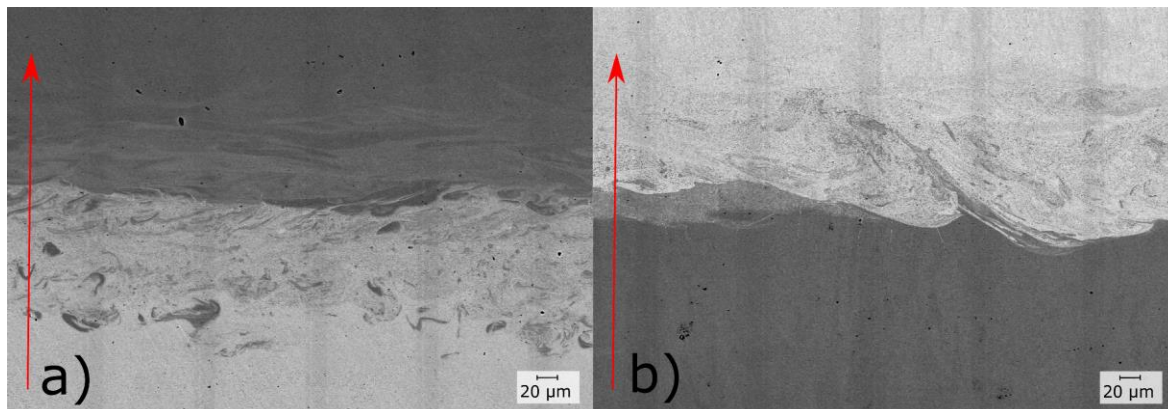
tab. 18 Rekapitulace PP vzorků podrobených detailní analýze

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Hustota energie (J/mm ³)
B1	300	720	0,12	0,05	69,44
B7	290	940	0,07	0,05	88,15
A3	389 (max)	1100	0,09	0,05	78,59
D1	389 (max)	800	0,09	0,05	111,11

Cílem bylo kromě zkoumání procesů při tvorbě rozhraní i důkladněji porovnat kvalitu rozhraní u dvou nejlépe vyhodnocených PP pro Maraging ocel (B1 a B7), vliv pořadí materiálů při výrobě (např. míru smísení materiálů) a vliv aplikace parametru downskin na mikrostrukturu rozhraní.

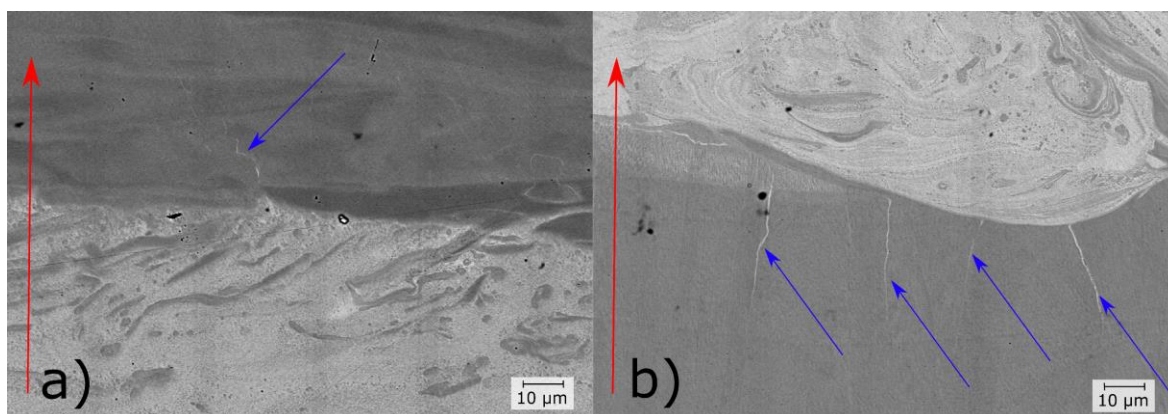
Elektronová mikroskopie (SEM)

V této kapitole jsou shrnuta pozorování pomocí elektronové mikroskopie. Na **obr 5-18** jsou vyobrazeny snímky rozhraní dvou vzorků vyráběných s totožnými procesními parametry a postupem výroby (A3B1 a B1A3 v tomto pořadí). Jediným rozdílem bylo pořadí materiálů při výrobě. Na snímcích lze pozorovat výrazný rozdíl v typu rozhraní: v případě kdy byla jako první vyrobena část z měděné slitiny (**obr 5-18 (a)**) je vidět výrazné a rovnoměrné promísení Maraging oceli do oblasti mědi ve spodní části. Lze zde také pozorovat pronikání měděné slitiny směrem vzhůru do Maraging oceli nad oblastí rozhraní. Oblast vzájemného promísení materiálů dosahuje šířky až 250 μm , tedy pětinašobku šířky nanesené vrstvy.



obr 5-18 SEM snímek rozhraní (200x zvětšení) vzorků A3B1 (a) a B1A3 (b). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou

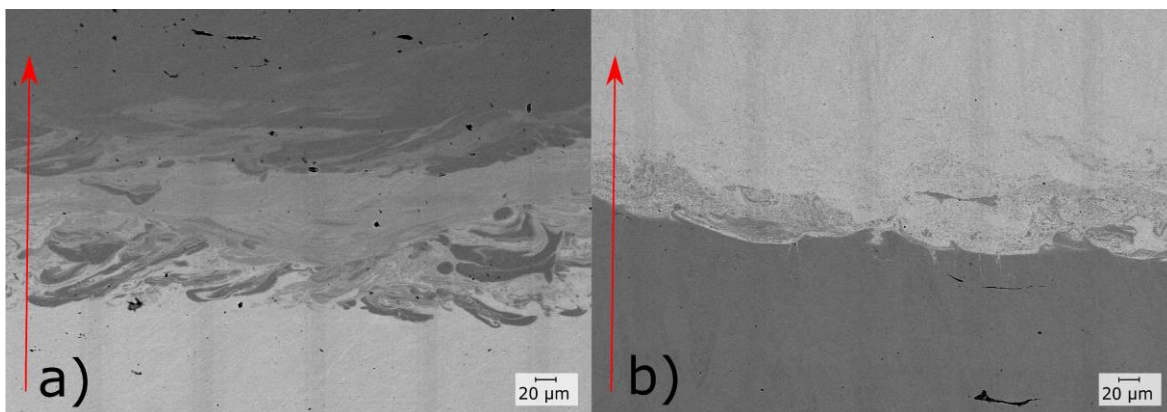
Na snímku **obr 5-18 (b)** lze naopak pozorovat relativně ostrý přechod z části oceli do měděné slitiny s výrazně menším a méně rovnoměrným promísením oceli v oblasti mědi. Pronikání měděné slitiny do oblasti oceli je v porovnání s předchozím případem také výrazně menší.



obr 5-19 SEM snímek rozhraní (400x zvětšení) vzorků A3B1 (a) a B1A3 (b). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Modré šipky značí místa mikrotrhlin. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou

Při bližším pozorování lze při pořadí výroby Maraging ocel – měděná slitina pozorovat výrazný výskyt mikrotrhlin iniciovaných na rozhraní materiálů (viz **obr 5-19 (b)**). Tyto trhliny mohly být způsobeny vyšší teplotní roztažností měděné slitiny v kombinaci s nižší houževnatostí oceli. Vlivem vyšší teplotní vodivosti mědi je ocel na rozhraní ochlazována rychleji, a je tedy více náchylná k výskytu trhlin. V případě opačného pořadí materiálů lze na snímku **obr 5-19 (a)** pozorovat pouze jedinou trhlinu, pravděpodobně iniciovanou v místě viditelné vady v těsné blízkosti rozhraní. Nejsou zde patrné žádné trhliny související přímo s vlastnostmi materiálů. Toto mohlo být způsobeno vyšším zastoupením mědi v bezprostřední oblasti rozhraní, což přispívá ke zvýšení houževnatosti této oblasti, a tedy nižšímu množství trhlin.

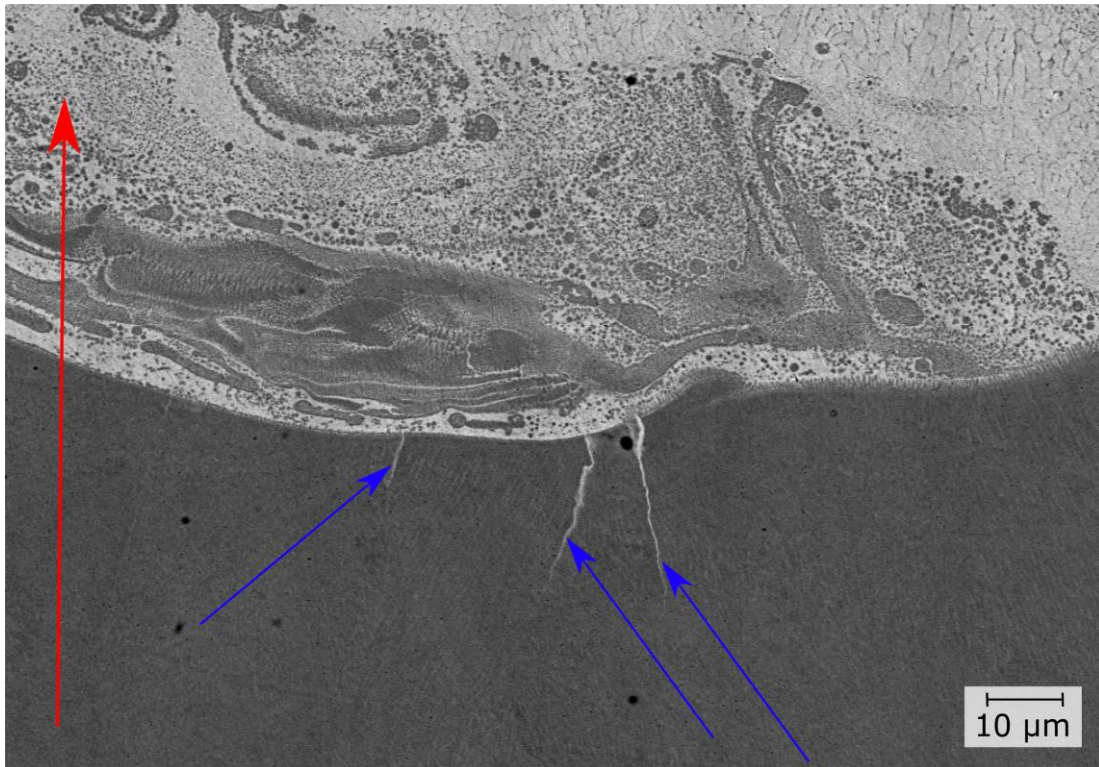
Toto pozorování potvrzují i snímky vzorků s parametry A3B7 (resp. B7A3), viz **obr 5-20**. Opět zde lze pozorovat výrazně širší a plynulejší přechod z oblasti měděné slitiny do oblasti oceli v případě, kdy měděná slitina byla substrátem (**obr 5-20 (a)**). Charakter rozhraní je ovšem oproti předchozímu případu odlišný: Ve směru stavby je oblast čisté mědi přerušena vrstvou izolovaných oblastí s výrazně vyšším obsahem oceli. Nad touto vrstvou se pak nachází oblast s relativně vyváženým zastoupením obou materiálů. Dále pak dochází k postupnému vymizení měděné slitiny až do oblasti tvořené čistou ocelí. Tento jev může být způsoben vyšší dodanou energetickou hustotou ($E_{B1} < E_{B7}$), což může mít za následek vyšší míru difuze materiálů na rozhraní.



obr 5-20 SEM snímek rozhraní (200x zvětšení) vzorků A3B7 (a) a B7A3 (b). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou

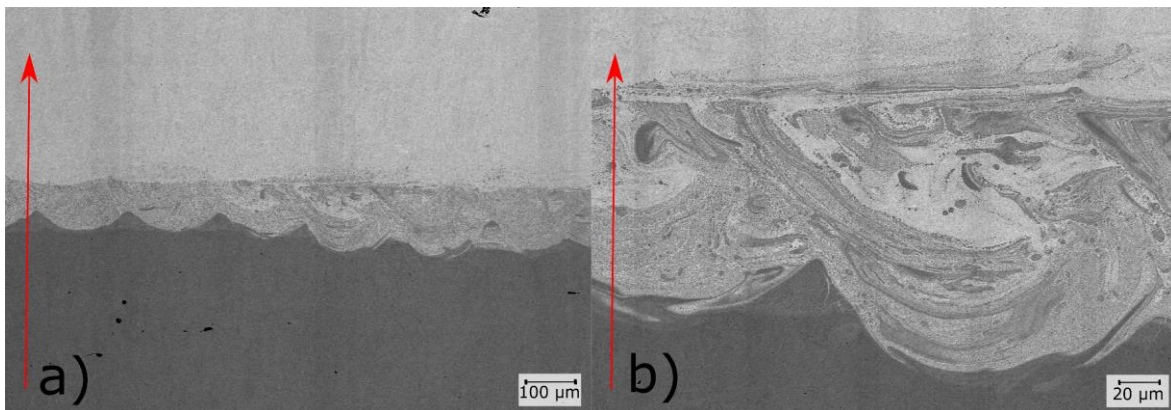
Tuto teorii potvrzuje také vyšší míra smísení na rozhraní při opačném pořadí výroby materiálů (viz **obr 5-20 (b)**). Rozhraní je zde sice stále relativně ostré a téměř nedochází k difuzi měděné slitiny směrem do oceli. V oblasti, kde ke smísení dochází je však poměr obou materiálů výrazně vyrovnanější. Tím byla tedy potvrzena *hypotéza 1*.

Další podobností s předchozím případem je pak vznik mikrotrhlin na rozhraní při pořadí Maraging ocel – měděná slitina (viz **obr 5-21**). Na snímku lze také pozorovat zformování izolovaných oblastí dominovaných jedním materiálem. Tato pozorování tedy dále potvrzují teorii o vzniku pevných roztoků na rozhraní.



obr 5-21 SEM snímek rozhraní vzorku B7A3 (800x zvětšení). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Modré šipky značí místa mikrotrhlin. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou

U vzorku B1D1A3 (s DS aplikovaným na první 3 vrstvy měděné slitiny) lze oproti vzorkům bez aplikovaného DS pozorovat zřetelné stopy tracků laseru na rozhraní (viz **obr 5-22** (a)). Vzorek se vyznačuje také jasnou rovinou rozhraní. Tento jev mohl být způsoben výrazně vyšší energetickou hustotou aplikovaných PP v oblasti DS.



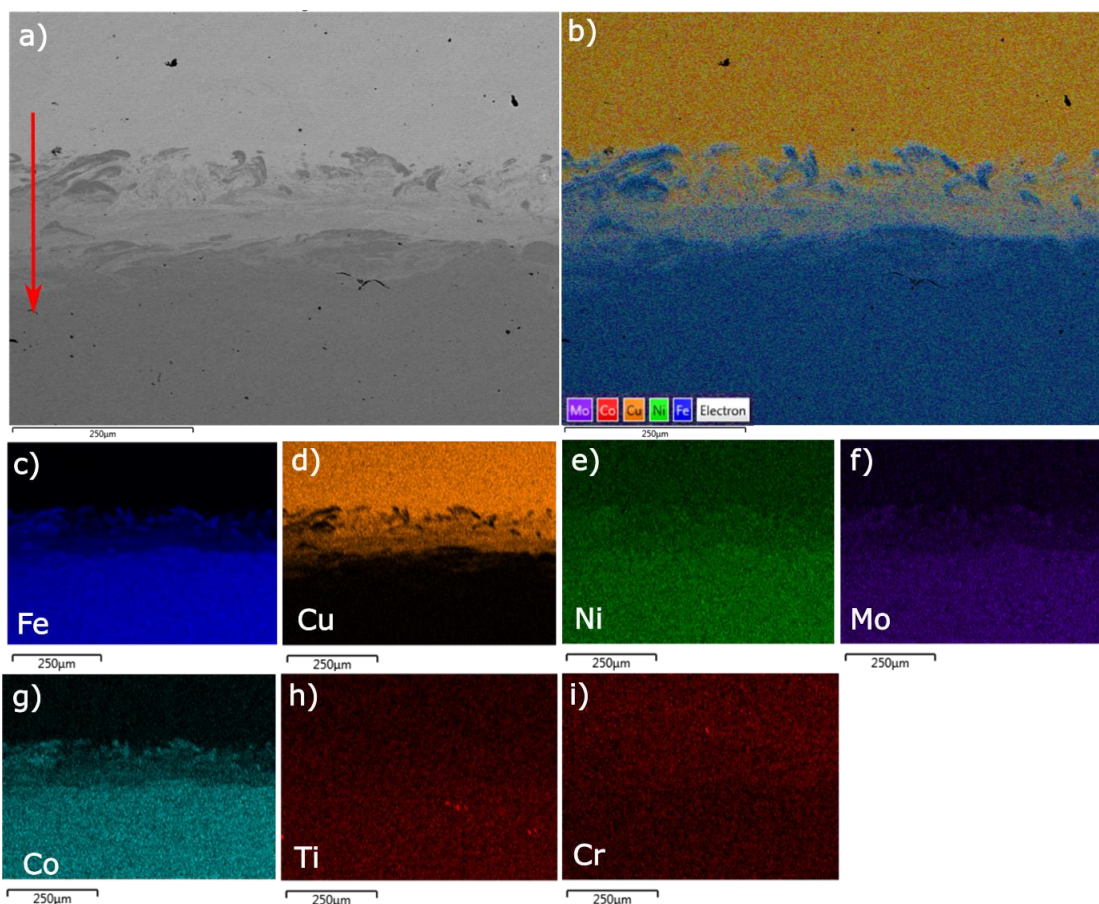
obr 5-22 SEM snímek rozhraní vzorku B1D1A3; (a) Zřetelně viditelné tracky laseru na rozhraní; (b) Detail rozhraní. Červená šipka znázorňuje směr stavby. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou

Na snímku **obr 5-22** (b) jsou opět zřetelně oblasti tuhých roztoků jednotlivých materiálů. Ze snímku je také zřejmý odlišný charakter rozhraní. To se v rámci jediného tracku vyznačuje relativně širokou oblastí tvořenou směsí obou materiálů, která postupně přechází v oblast dominovanou slitinou mědi. Za touto oblastí opět dochází k nárůstu podílu oceli. Za tímto pásmem již směs přechází v čistou měď. Šířka hraniční oblasti je oproti vzorku B1A3 větší. Je důležité poznamenat, že na snímcích nejsou zřetelné výrazné mikrotrhliny. Aplikace DS tedy může být vhodným řešením těchto vad pro dané pořadí materiálů.

Energiově disperzní spektroskopie (EDS)

U všech výše zmíněných vzorků byla provedena chemická analýza rozhraní (metodou EDS). Byly provedeny dva typy měření: EDS mapování hraniční oblasti a liniová chemická analýza napříč rozhraním.

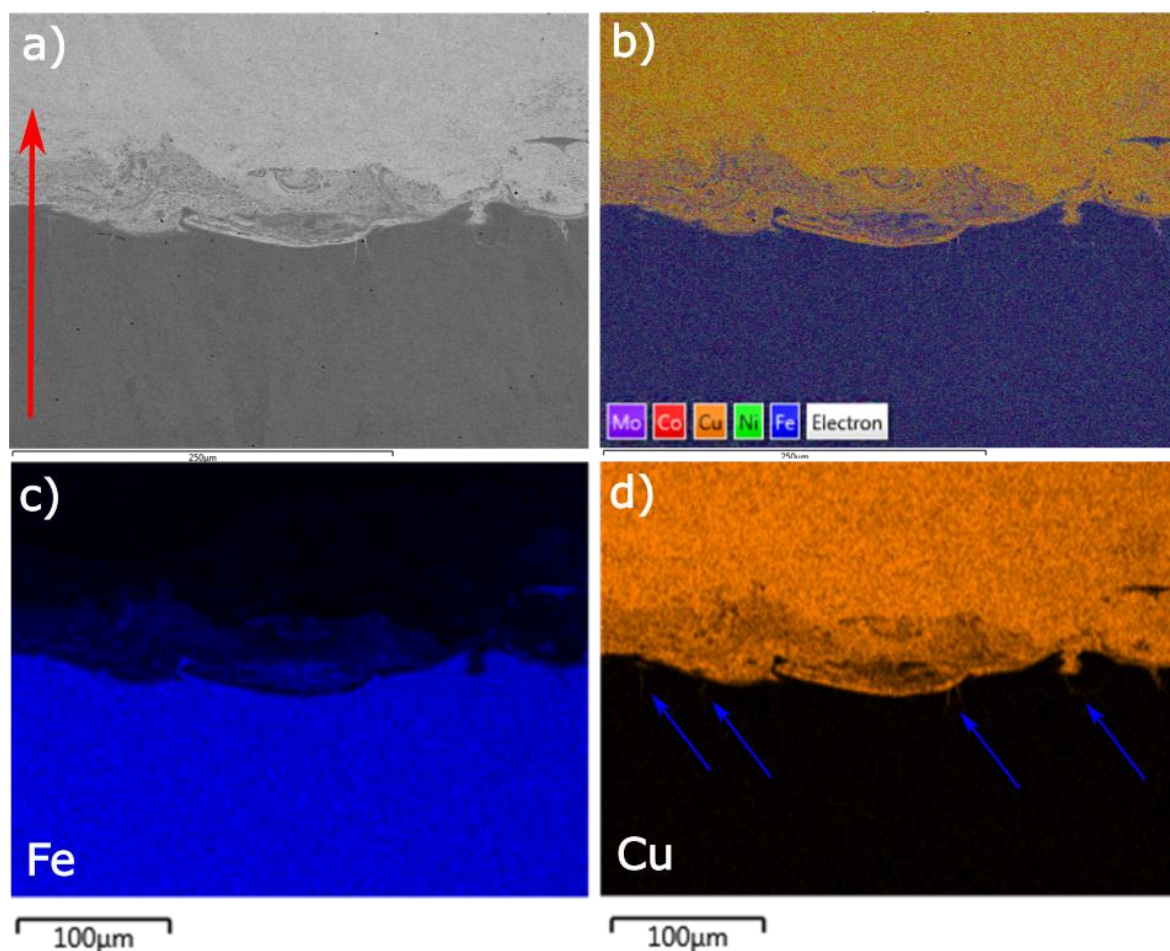
Kompletní EDS mapování pro vzorek A3B7 je vyobrazeno na **obr 5-23**. Na **obr 5-23** a) je původní SEM snímek hraniční oblasti. Z kombinované mapy prvků (**obr 5-23** b)) je patrná struktura rozhraní odpovídající předchozím závěrům vycházejícím ze SEM snímků: Ve směru stavby měděná slitina přechází do pásma s izolovanými oblastmi s vyšším obsahem oceli. Za tímto pásmem se nachází oblast s relativně rovnoměrným rozložením obou prvků, za kterou postupně dochází k vymizení měděné slitiny.



obr 5-23 Výchozí SEM snímek (a) a EDS mapy rozhraní: kombinovaná (b) a mapy významných prvků (c-i)). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Vzorek A3B7.

Na snímcích **obr 5-23 c) – i)** je vyobrazeno zastoupení významných prvků obou slitin. Je patrné, že rozložení těchto prvků odpovídá viditelnému promísení z předchozích snímků. Prvky specifické pro jednotlivé materiály jsou svým zastoupením vázány na dominantní prvky (Fe, Cu). Tento jev byl pozorován u všech zkoumaných vzorků.

Při opačném pořadí materiálů při výrobě je ráz rozhraní odlišný. Ve směru stavby (**obr 5-24 a)**) je oblast čisté oceli buďto ostře přerušena tenkým pásem téměř čisté měděné slitiny, za kterou se opět nachází relativně úzká oblast s vyváženým obsahem obou materiálů, nebo se zde vyskytuje pouze čistý ostrý přechod (viz **obr 5-24 (b)**)

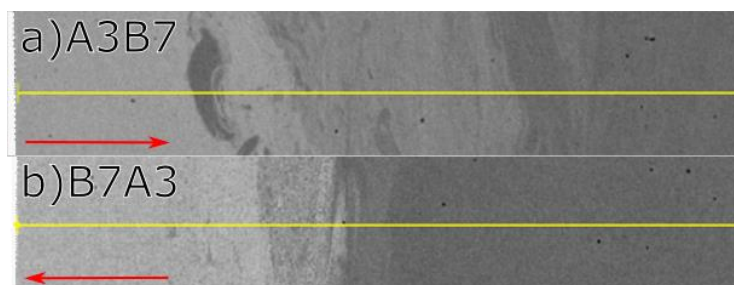


obr 5-24 Výchozí SEM snímek (a) a EDS mapy rozhraní: kombinovaná (b) a mapy dominantních prvků (c) Fe, d) Cu). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Modré šipky značí místa mikrotrhlin. Vzorek B7A3.

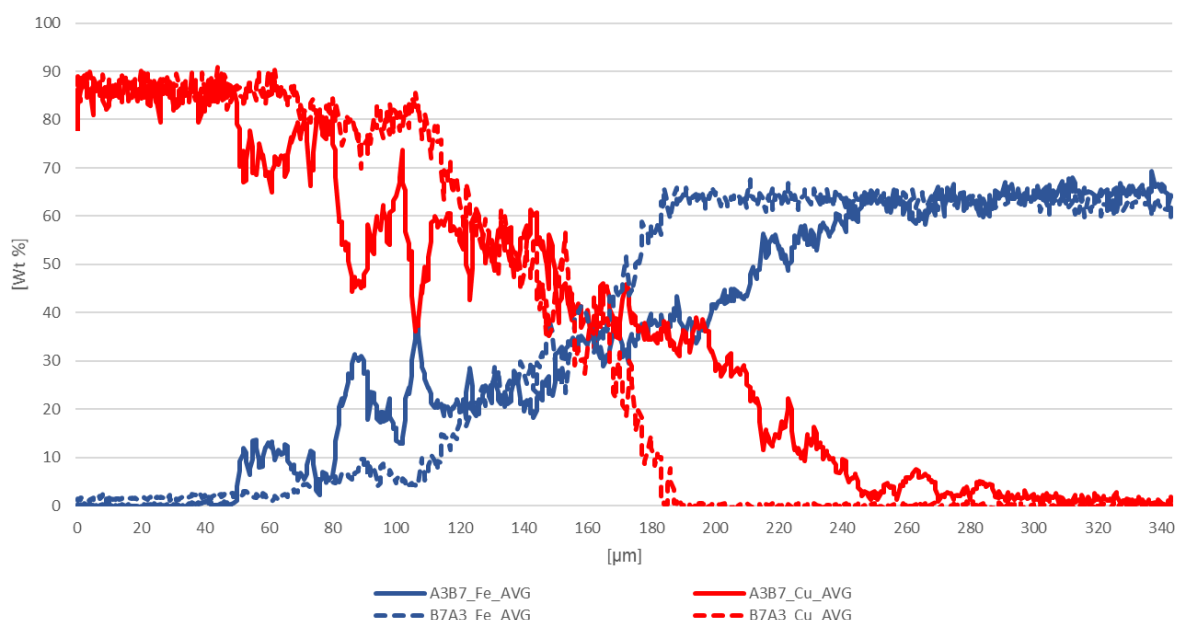
Zajímavé je pak porovnání snímků zvýrazňujících dominantní prvky (**obr 5-24 c)** a d)). Mikrotrhliny (viditelné např. na **obr 5-21**) jsou výrazné pouze na snímku **obr 5-24 d)** zobrazující výskyt mědi. Toto pozorování značí že mikrotrhliny v oceli iniciované na rozhraní jsou vyplněny měděnou slitinou, a tedy k jejich vzniku pravděpodobně došlo až během výroby prvních vrstev části vzorku tvořené měděnou slitinou.

Liniová chemická analýza potvrzuje různý charakter rozhraní u různých pořadí materiálů při výrobě. Na každém ze snímků **obr 5-23 a)** a **obr 5-24 a)** byla provedena 4 liniová měření chemického složení (viz **obr 5-25**). Tato měření byla následně zprůměrována. Výsledky této analýzy pro dominantní prvky (Fe, Cu) jsou vyobrazeny v grafu **obr 5-26**.

V případě vzorku A3B7 při pohledu ze směru stavby měděné slitiny dochází k prvním známkám vzájemné interakce materiálů již okolo 50 μm od počátku měřené oblasti. Přibližně na úrovni 80 μm je zřejmá hranice výše zmíněných izolovaných oblastí s vyšším obsahem oceli. Následuje opět oblast s dominantní měděnou slitinou a poté pás postupného rovnoměrného promíchávání obou materiálů o šířce přibližně 120 μm (v grafu **obr 5-26** mezi 120 a 240 μm). K ustálení a přechodu do oblasti čisté oceli dochází přibližně okolo 300 μm od začátku hranice měření. Průměrná šířka oblasti interakce obou materiálů tedy dosahuje přibližně 250 μm , což odpovídá pozorování elektronovým mikroskopem



obr 5-25 Znárodnění jedné z oblastí liniové EDS analýzy, a) vzorek A3B7, b) vzorek B7A3. Pro každý vzorek byla provedena 4 znázorněná měření. Červená šipka značí směr stavby vzorku

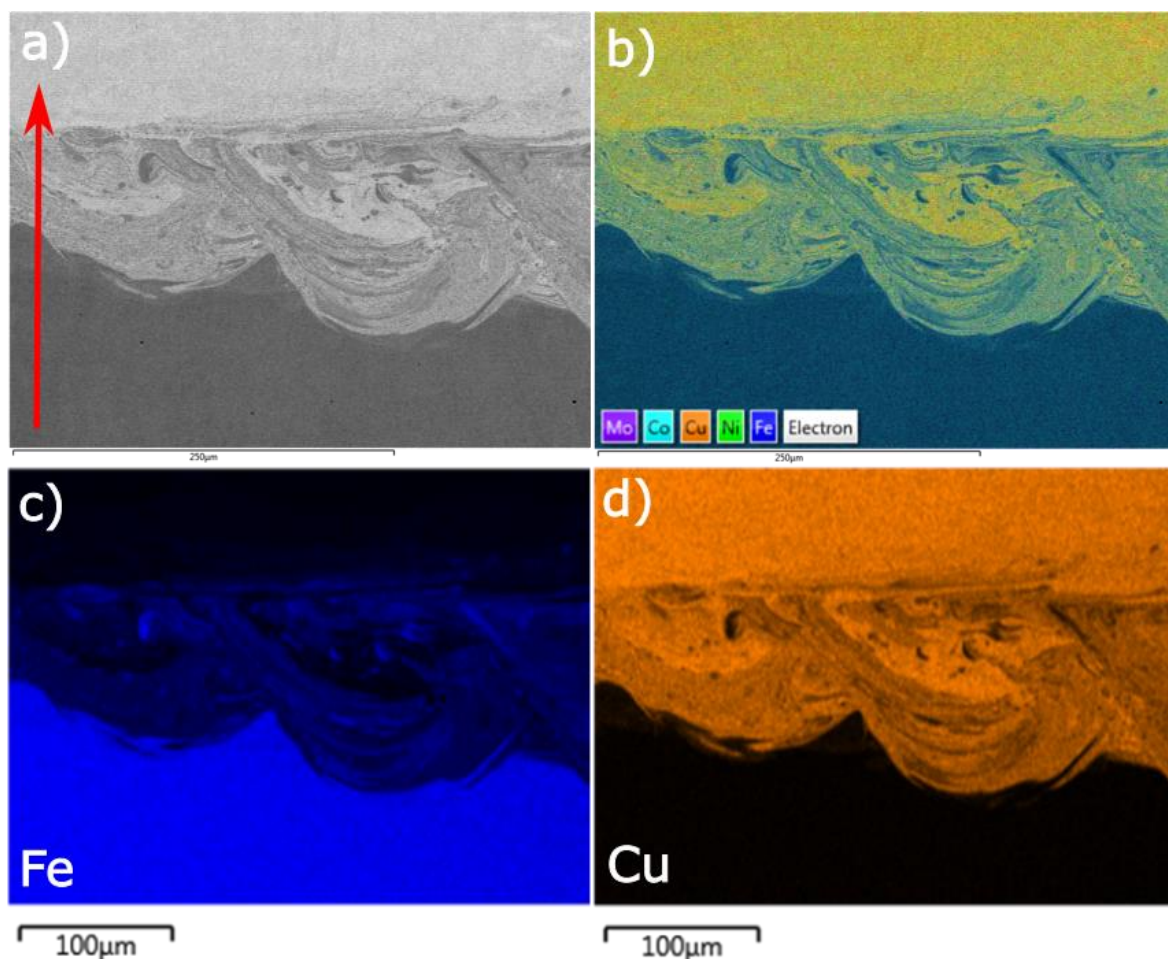


obr 5-26 Závislost hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) při různém pořadí materiálů při výrobě

U vzorku B7A3 dochází k prvním výrazným známkám interakce vyráběných materiálů ve vzdálenosti přibližně 90 μm od počátku měřeného úseku. Od tohoto bodu je ve většině případů nárůst obsahu železa relativně lineární až do stavu čisté oceli a nastává v rozpětí přibližně 100 μm . Tato hodnota je 2,5x nižší než už opačného pořadí materiálů.

Obdobné charakteristiky rozhraní jako pro kombinaci PP A3 a B7 byly pozorovány i u vzorků s PP A3 a B1. Lze tedy usoudit, že pořadí materiálu při výrobě má značný vliv na charakter multimateriálového rozhraní, dále potvrzující *Hypotézu 1.*

Chemická analýza vzorku B1D1A3 také potvrdila pozorování zmíněná v předchozí kapitole (viz **obr 5-27**). Při pohledu ve směru stavby dochází k pozvolnému nárůstu podílu oceli v oblasti o šířce přibližně 20 μm . Následuje asi 100 μm široká oblast s téměř rovnoměrným podílem obou materiálů. Za tímto pásmem dochází k poměrně ostrému přechodu do oblasti čisté mědi v rozpětí přibližně 40 μm . Celková šířka přechodové oblasti tedy průměrně dosahuje šířky asi 160 μm , což je 1,6x širší než u vzorku s totožnými parametry bez DS.



obr 5-27 Výchozí SEM snímek (a) a EDS mapy rozhraní: kombinovaná (b) a mapy dominantních prvků (c) Fe, d) Cu). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Vzorek B1D1A3.

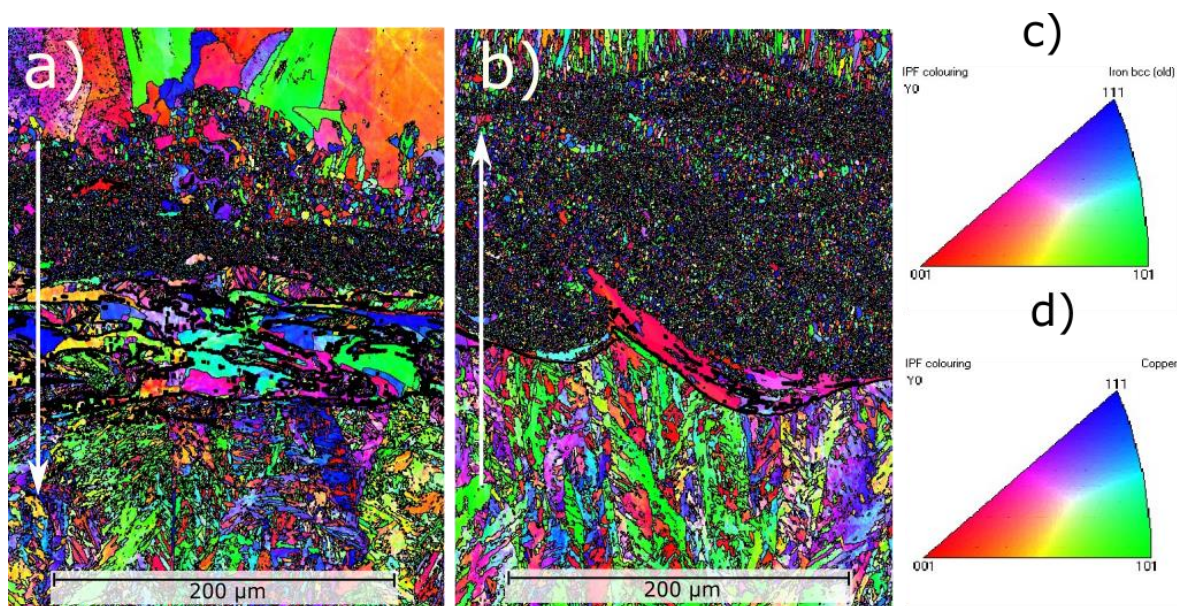
Z chemického hlediska rozhraní nevykazovalo oproti ostatním vzorkům žádné abnormality, a tedy příčina rozdílného zbarvení na rozhraní pravděpodobně není způsobena změnou chemického složení. Lze tedy říct, že charakter rozhraní s aplikovaným DS je odlišný, a to jak v šířce přechodové oblasti, tak rozložením jednotlivých materiálů na rozhraní. Tvar rozhraní je (oproti vzorku B1A3) pravidelný s jasně viditelnými tracky laseru, které u ostatních vzorků nebyly zaznamenány. Kompletní výsledky liniových EDS analýz pro horizontální rozhraní jsou k dispozici v **Příloze B**.

Metoda difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD)

Metoda EBSD slouží k určení hranic zrn, jejich velikost a orientaci. Okrajové podmínky byly nastaveny následovně:

- minimální velikost zrna 3 px
- minimální odchylku orientace zrn 10° ,

aby byla oblast označena jako hranice zrna. Na **obr 5-28 a)** je vyobrazena IPF (Inverse Pole Figure) pro vzorek A3B1, kde je substrátem měděná slitina. Na horní straně snímku lze pozorovat relativně velká zrna mědi, která postupně přecházejí ve velmi jemnou mikrostrukturu v oblasti rovnoměrného promísení obou kovů. Pod touto částí jsou pak zřetelné oblasti větších zrn (dominantní prvek je měď) a shluky menších zrn (dominantním prvkem je ocel). Následuje pak přechod do části tvořené čistou ocelí s relativně ostrými tenkými zrny ve spodní části snímku.



obr 5-28 IPF mapa rozhraní pro vzorky a) A3B1, b) B1A3. Legenda zobrazuje orientaci zrn vzhledem k normále (ND, normal direction) pro železo c) a měď d). Bílá šipka znázorňuje směr stavby

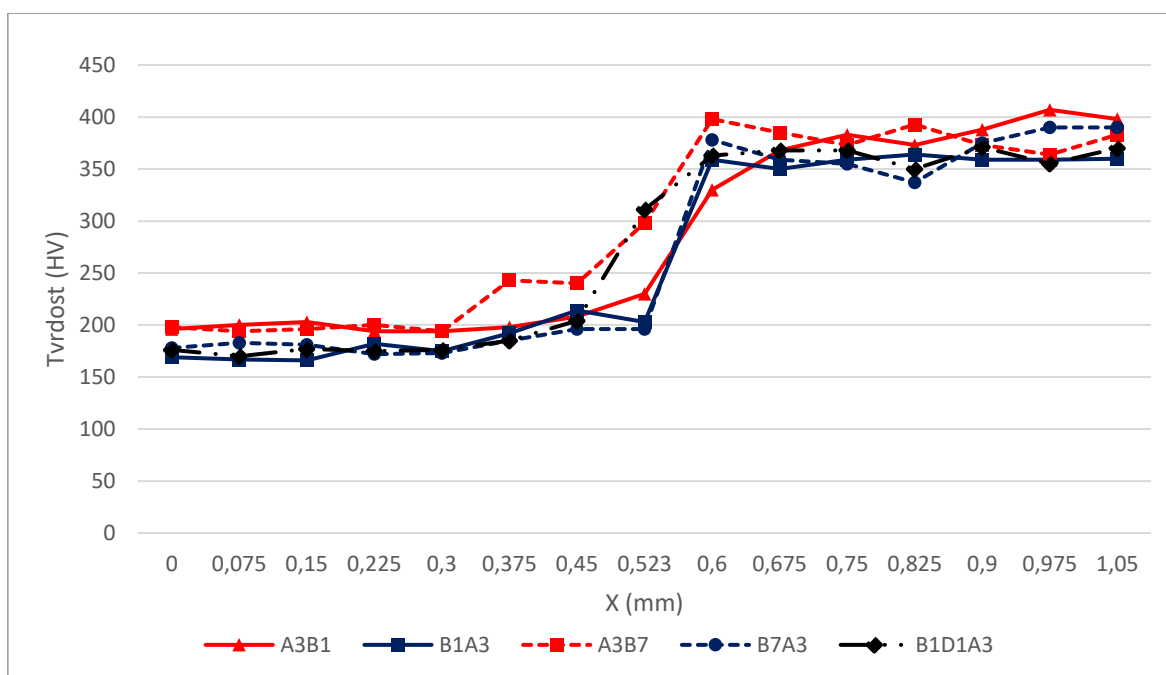
Na snímku **obr 5-28 b)** je pak vyobrazena IPF mapa pro vzorek B1A3, tedy vzorek se stejnými PP a ocelí jako substrátem. Ve směru stavby zde lze pozorovat neovlivněnou mikrostrukturu oceli, která je přerušena velkými obloukovými zrny mědi v místech hranice prvního návaru mědi. Za touto hranicí je poté oblast velmi jemné mikrostruktury, která je přibližně dvojnásobná v porovnání s opačným pořadím materiálů při výrobě. Nad ní oblastí se poté začínají tvořit progresivně větší zrna mědi.

Snímky korespondují s poznatky v předchozích kapitolách. Oblasti s rovnoměrným rozložením obou materiálů mají velmi jemnou mikrostrukturu, pravděpodobně způsobenou velmi malými izolovanými kapsami dominantních prvků. V místech, kde dochází k poklesu dodané energie laserem (hranice tracků) dochází k vytvoření větších zrn. To může být způsobeno tím, že tyto hranice značí nejhlubší místo průniku laseru při tvorbě rozhraní, a tedy zde dochází ke koncentraci horního materiálu. Tento materiál po prvním ztuhnutí již dále není znovu nataven (na rozdíl od následujících vrstev) a tedy nedochází k dalšímu promísení s okolním substrátem.

5.1.6 Mechanické testování

Měření tvrdosti

Měření tvrdosti bylo provedeno na všech pěti vzorcích analyzovaných v předchozí kapitole. Hlavním cílem bylo odhalit případné tvrdé ale křehké intermetalické fáze vznikající na rozhraní a porovnání jednotlivých setů PP. Z grafu na **obr 5-29** je zřejmý rozdíl v průběhu tvrdosti při různém pořadí materiálů při výrobě. Pokud je substrátem ocel (vzorky s označením ByAx), užší oblast smísení materiálů má za následek ostrý přechod (přibližně 0,08 mm) z hodnoty přibližně 200 HV u měděné slitiny až po 370 HV u Maraging oceli. Pokud je substrátem měděná slitina (vzorky s označením AxBy), přechodová oblast dosahuje šířky až 0,3 mm.



obr 5-29 Měření tvrdosti dle Vickerse (HV 0,05)

Opět je zde viditelný vliv parametru DS, který rozšiřuje přechodovou oblast v případě, že je substrátem ocel na přibližně 0,15 mm, dále prokazující jeho vliv pro tuto konfiguraci PP.

Tahová zkouška

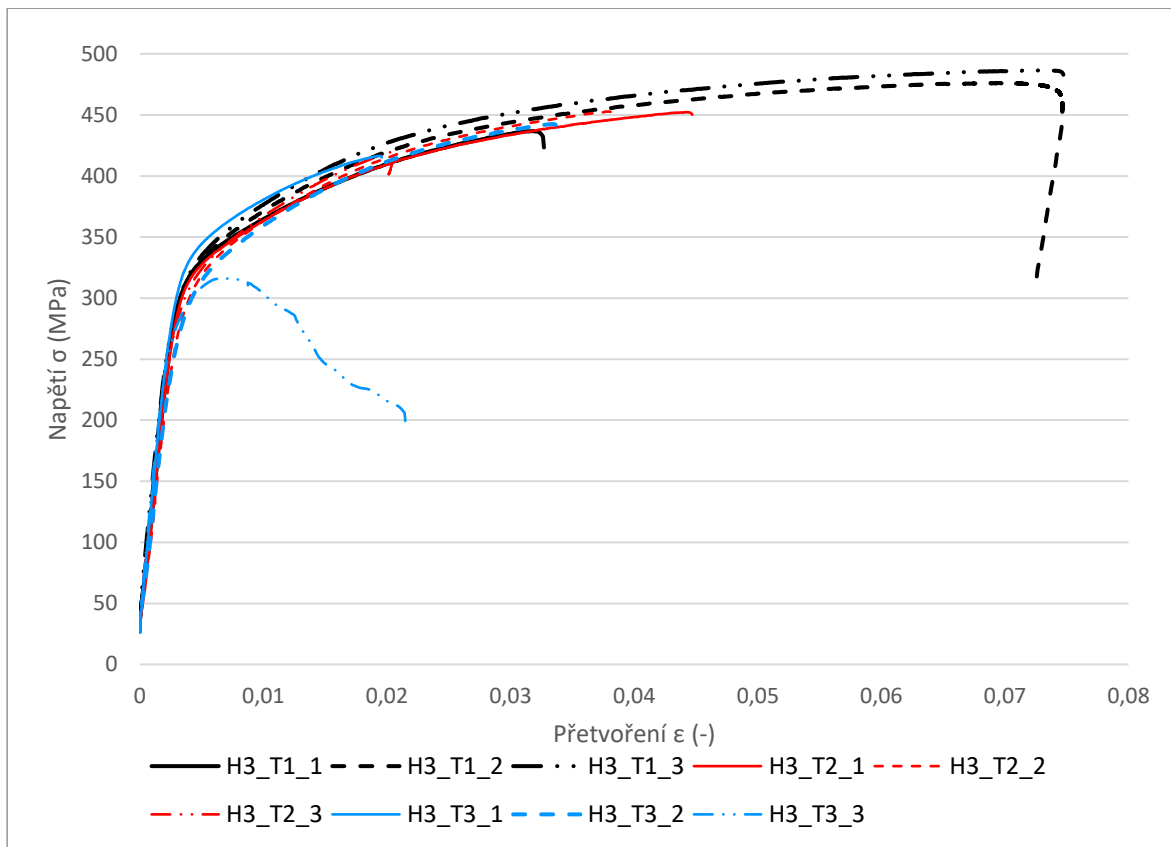
Tahová zkouška byla provedena na 3 skupinách vzorků s procesními parametry odpovídajícími vzorkům s PP A3B1 (H3_T1), A3B7 (H3_T2) a A3B3 (H3_T3). Tahová tělesa byla vyrobena ve 3 provedeních pro každý set PP. Shrnutí použitých PP je v **tab. 19**.

tab. 19 PP použité pro výrobu tahových těles s horizontálním rozhraním

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Hustota energie (J/mm ³)
B1	300	720	0,12	0,05	69,44
B7	290	940	0,07	0,05	88,15
B3	250	1100	0,06	0,05	75,76
A3	389 (max)	1100	0,09	0,05	78,59

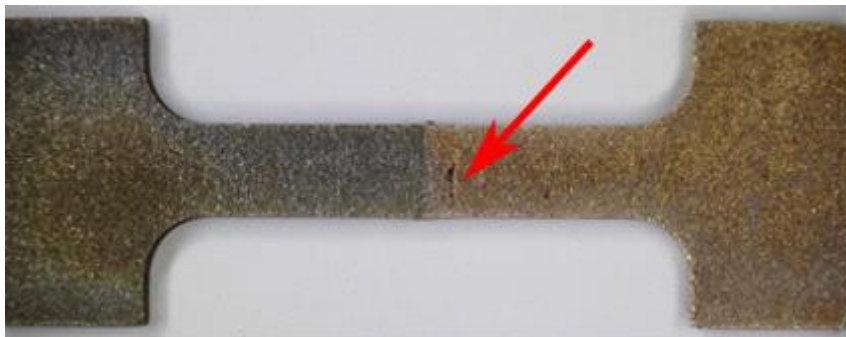
PP B1 a B7 dosahovaly nejlepšího hodnocení porozity a kvality rozhraní. Parametry B3 byly zvoleny s cílem studovat vliv relativní hustoty na mechanické vlastnosti. Metalografické vzorky s těmito parametry se vyznačovaly vysokou mírou porozity ale kvalitním rozhraním. Data z průběhu tahových zkoušek jsou vyobrazeny v grafu **obr 5-30**.

Deformace byla během testu odečítána ze snímače a napětí přepočítáno ze síly na změřený počáteční průřez vzorku. U 7 z 9 vzorků došlo k porušení v místě rozhraní. Pouze u vzorků H3_T1_1 a H3_T2_3 došlo k porušení v oblasti měděné slitiny.



obr 5-30 Závislost napětí na přetvoření pro tahové vzorky s horizontálním rozhraním

Všechny testované sady PP mají podobné charakteristiky přibližně do hranice 400 MPa. Jedinou výjimkou byl vzorek H3_T3_3, na kterém se vyskytla výrazná trhlina v blízkosti rozhraní (viz **obr 5-31**). Zajímavostí je, že při samotné zkoušce se sice trhlina šířila, ale k porušení vzorku došlo na rozhraní materiálů. Mez kluzu rozhraní se pohybuje okolo hodnoty 300 MPa.



obr 5-31 Zvýrazněná trhlina v blízkosti rozhraní, vzorek H3_T3_3

Hodnoty meze pevnosti v tahu R_m a modulu pružnosti v tahu E jsou shrnuty v **tab. 20**. Hodnoty vzorků vyráběných PP B3 dosahovaly výrazně nižších hodnot R_m v porovnání s ostatními dvěma sety PP.

tab. 20 Výsledky tahové zkoušky – mez pevnosti R_m a modul pružnosti v tahu E

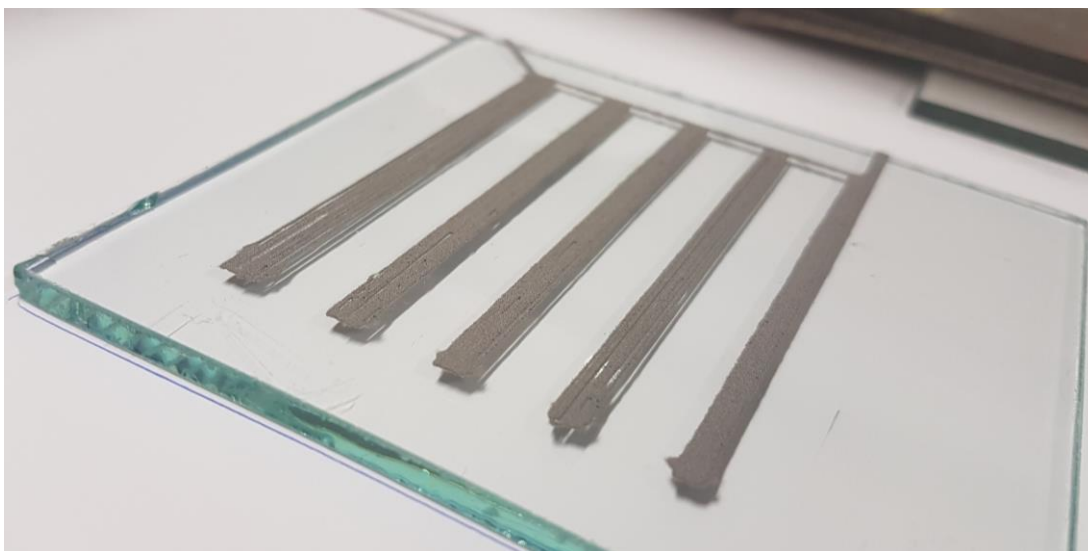
Vzorek	H3_T1	H3_T2	H3_T3
1	436,7	452,3	416,4
2	476,3	452,8	442,6
3	486,6	419,8	316,3
Průměr R_m (MPa)	466,5	441,7	391,8

Vzorek	H3_T1	H3_T2	H3_T3
1	90,3	88,7	91,9
2	95,6	88,3	78,9
3	94,7	87,6	91,2
E (GPa)	93,5	88,2	87,3

5.2 Vertikální rozhraní

5.2.1 Výroba vzorků

Jak již bylo zmíněno výše, výrobu vertikálního rozhraní umožnilo nanášecí zařízení popsané v kapitole 4.2.2. Po oživení a ověření funkčnosti zařízení bylo jako první nutné provést testování a optimalizaci nanášecí strategie pro jednotlivé materiály. Toto testování probíhalo mimo výrobní zařízení a zahrnovalo testování různých průměrů nanášecí trysky, optimalizaci rychlosti nanášení a vzdálenosti drah trysky s cílem dosáhnout uniformní vrstvy materiálu, viz **obr 5-32**. Zvláštní důraz byl kladen na volbu optimálního průměru trysky, jelikož je společná pro oba materiály.



obr 5-32 Optimalizace vzdálenosti drah trysky pro Maraging ocel

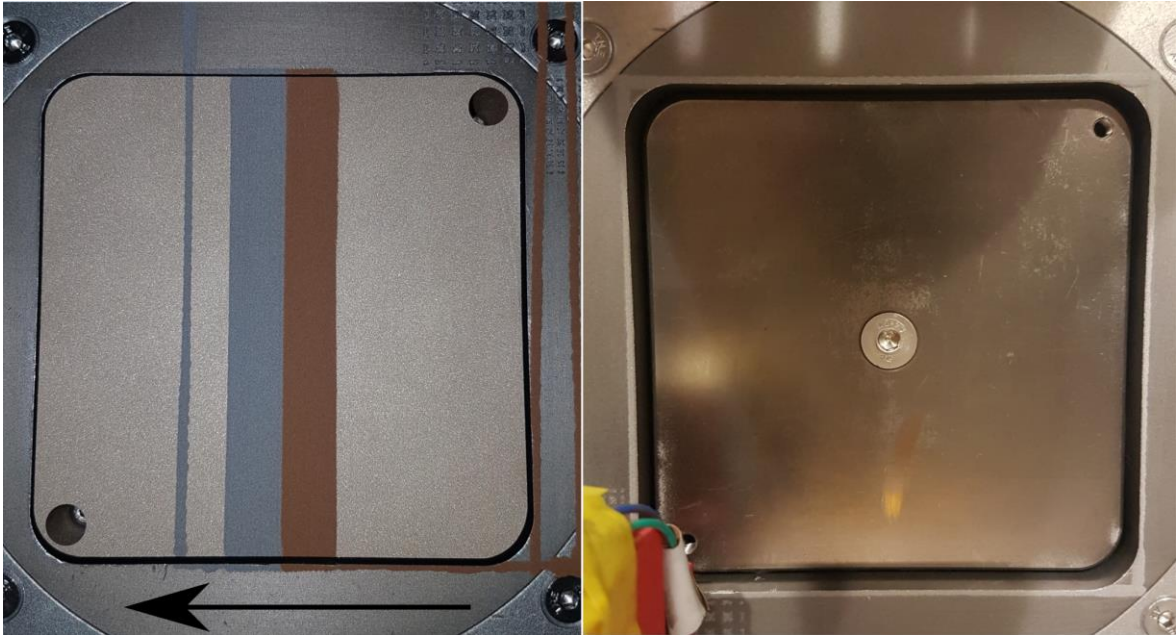
Po úvodní optimalizaci základních nanášecích parametrů byly tyto parametry aplikovány v rámci složitějších nanášecích rutin při nanášení kompletních vrstev s oběma materiály. Parametry jsou shrnuty v **tab. 21**.

tab. 21 Shrnutí počátečních parametrů nanášecího zařízení

Parametr	Maraging ocel	Cu7.2Ni1.8Si1Cr
Průměr trysky (mm)	1	1
Rychlost (mm/min)	3000	2000
Vzd. Drah (mm)	0,5	0,5

Následně bylo nanášecí zařízení nainstalováno do komory výrobního zařízení a byla provedena kalibrace a jemné ladění. Pro instalaci zařízení je nutné provést následující kroky:

- Provéřit funkčnost všech součástí zařízení (posuvy, dávkovače prášků, koncové spínače, ...)
- Stanovit nulovou pozici výšky platformy pomocí spároměru o tloušťce jedné vrstvy (0,05 mm)
- Kalibrace nulového bodu souřadnicového systému platformy (viz **obr 5-33** (vpravo))
- Nanesení testovací vrstvy (viz **obr 5-33** (vlevo)). Tento krok je pro každou vrstvu rozdělen do subrutin:
 - Naplnění nanášecí hlavy práškem 1, nanesení definované oblasti, vyprázdnění nanášecí hlavy
 - Naplnění nanášecí hlavy práškem 2, nanesení definované oblasti, vyprázdnění nanášecí hlavy



obr 5-33 Snímek naneseného kalibračního rámečku pro určení nulového bodu souřadnicového systému (vpravo) a nanesení testovací vrstvy (vlevo). Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry.

Tyto kroky byly provedeny po každé instalaci nanášecího zařízení do komory výrobního zařízení. Nanášecí zařízení není kontrolováno ani monitorováno výrobním zařízením, bylo tedy během výroby nutné počáteční parametry korigovat na základě reálné vzájemné polohy naneseného prášku a skenovaných oblastí. Vyrobení jediné vrstvy se tedy sestávalo z následujících úkonů:

- Nanesení dané vrstvy
- Vizuální kontrola kvality nanesené vrstvy
- Skenování dané vrstvy laserem
- Posun platformy o tloušťku jedné vrstvy (0,05 mm)

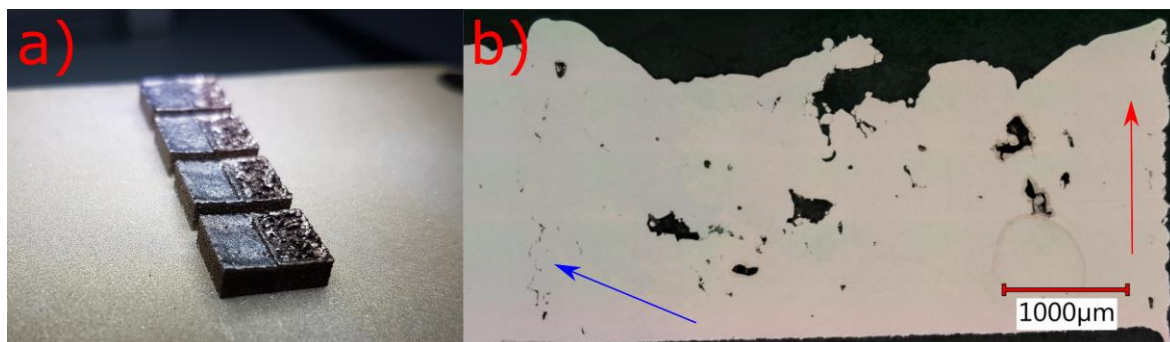
Každý z těchto úkonů musel být proveden manuálně pro každou vrstvu a výroba tedy vyžadovala neustálou přítomnost operátora.

5.2.2 Ověření konceptu

Jelikož studium vertikálního rozhraní je zatím zcela neprozkoumanou oblastí, výchozím bodem byly poznatky a PP získané z analýzy horizontálního rozhraní. Prvním experimentem byl Experiment V1 – Proof of Concept 1.

Byly zde použity 2 sady PP pro Maraging ocel (B1 a B7 ve 2 variantách BC) a set PP (A3) aplikovaný na všechny části tvořené měděnou slitinou. Byly zde použity 2 typy rozhraní (ostré a powder blend). Cílem bylo objasnění vlivu Beam Compensation (BC) a tvaru rozhraní na kvalitu spojení obou materiálů.

Během výroby bylo zaznamenáno výrazné zhoršení povrchu měděné slitiny na všech vzorcích. Po dokončení stavby byly na povrchu zřejmé stopy silného přehřívání materiálu s kavitami dosahujícími hloubky až 1 mm (viz **obr 5-34 a**)). Po metalografickém zpracování vzorků (broušení, leštění) a analýze světelnou mikroskopií bylo zřejmé výrazné zhoršení kvality objemového materiálu. Zároveň byla u všech vzorků pozorována vertikální trhlinka v oblasti oceli blízko rozhraní (**obr 5-34 b**)). Mimo tuto trhlinku však byla objemová část oceli vyhodnocena jako kvalitní a trhlinka jako následek přehřívání měděné části. Pozornost tedy byla věnována optimalizaci PP a vytvoření metodiky zpracování pro zvýšení kvality slitiny mědi.

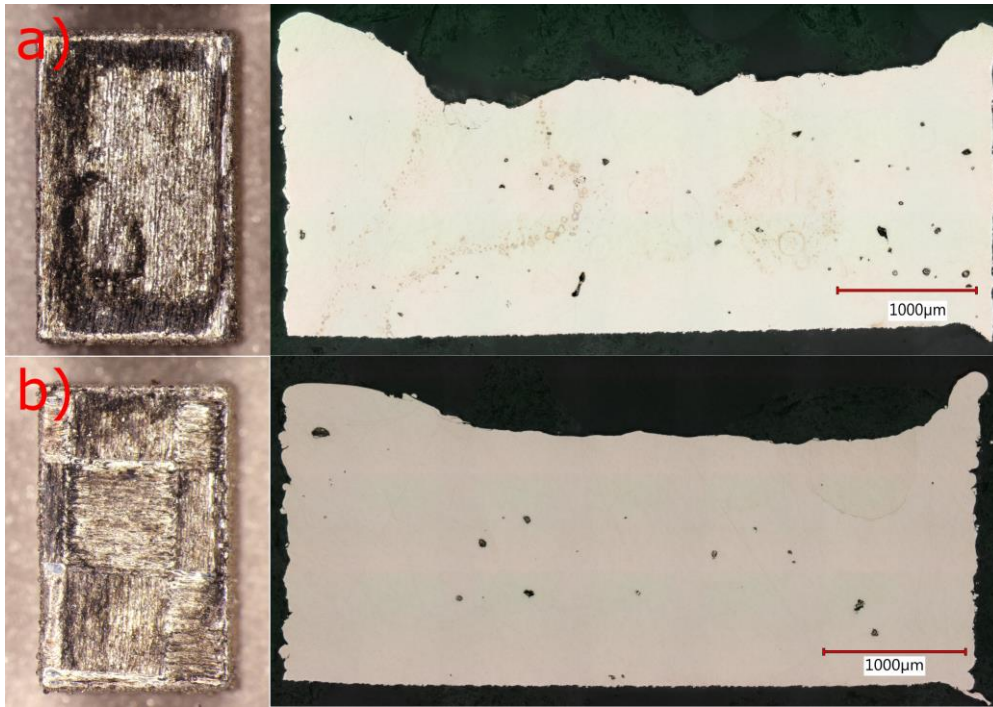


obr 5-34 Experiment V1 – Proof of Concept, vyrobené vzorky s ostrým rozhraním (a) a snímek výbrusu vzorku V1_2 (b). Červená šipka značí směr stavby, modrá šipka značí místo trhliny.

5.2.3 Optimalizace PP Cu7.2Ni1.8Si1Cr pro vertikální rozhraní a optimalizace nanášecí strategie

V návaznosti na experiment V1 byl proveden screening PP pro slitinu mědi nanášenou experimentálním nanášecím zařízením (Experiment V2). Celkem bylo vyrobeno 20 vzorků kde byl sledován vliv výkonu laseru (200 – 389 W), skenovací rychlosti (200 – 1100 mm/s), hatch distance (70, 90 a 150 μm) a skenovací strategie (stripe/chessboard). Vzorky byly analyzovány pomocí světelné mikroskopie a byla posuzována kvalita objemového materiálu a míra deformace horní strany vzorku.

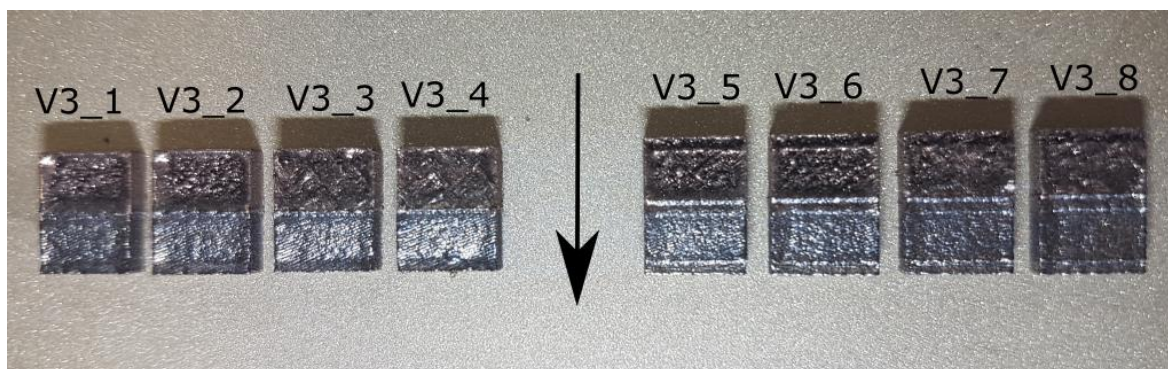
Všechny vzorky dosahující většího propadu horní strany než 0,5 mm a relativní hustoty menší než 99 % byly z výběru eliminovány. Na základě těchto kritérií byly pro další experiment vybrány vzorky s PP V2_S09 (**obr 5-35 a**) a V2_S18 (**obr 5-35 b**), které jsou shodné s parametry A1.



obr 5-35 Vybrané sety PP pro slitinu mědi na základě experimentu V2, Vzorek V2_S09 (a) a V2_S18 (b)

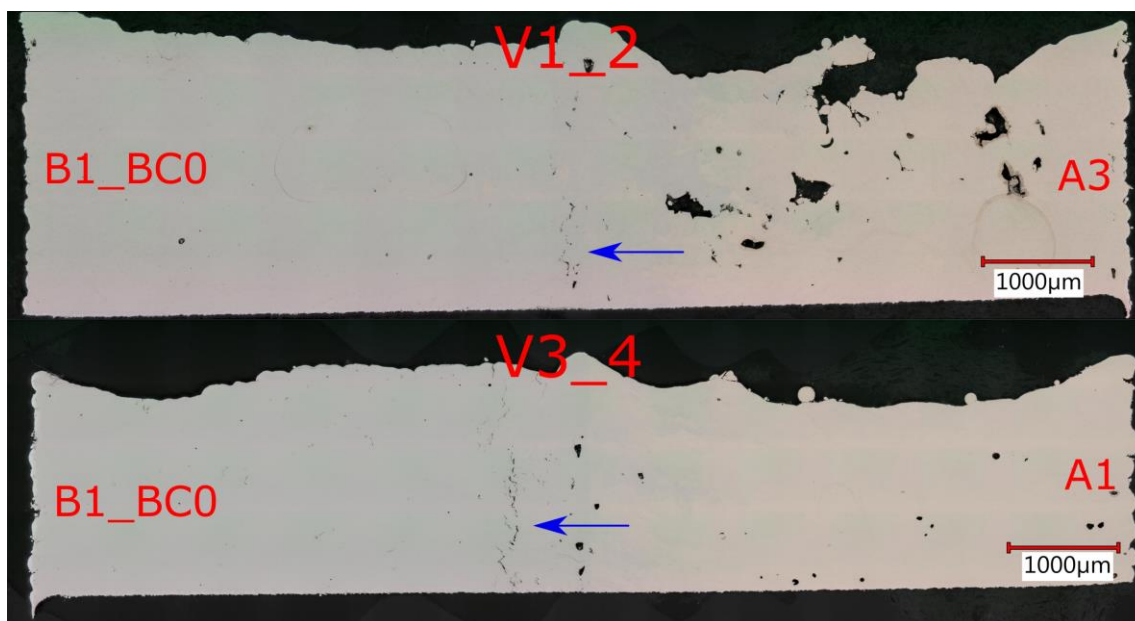
Během výroby byl zároveň kladen vyšší důraz na kontrolu kvality nanesené vrstvy. Bylo zjištěno, že při nanášení měděného prášku dochází k pozvolnému ucpávání trysky, čímž byl postupně zmenšován objem naneseného prášku. K úplnému ucpání trysky došlo zpravidla mezi 15. a 20. nanesenou vrstvou, a bylo tedy nutné tisk přerušit a provést čištění trysky. Do dalších experimentů bylo tedy zařazeno pravidelné čištění trysky každou 15. nanesenou vrstvou. Dále byly prodlouženy prodlevy mezi plněním a vyprazdňováním hlavy nanášecího zařízení a další drobné úpravy a optimalizace rutin v rámci G-kódu sloužícího k ovládání zařízení.

Na základě výše zmíněných poznatků byl proveden Experiment V3 – Proof of Concept 2. Tento experiment sloužil k ověření *Hypotézy 2*. V tomto případě byl pro zpracování Maraging oceli použit výhradně set PP B1 (opět ve variantách B1 a B1_BC0) kombinovaný s PP V2_S09 a V2_S18 (shodné s A1) a ve 2 variantách rozhraní (ostré V3_1 - V3_4; powder blend V3_5 - V3_8). Celkem tedy bylo vyrobeno 8 vzorků (viz **obr 5-36**).



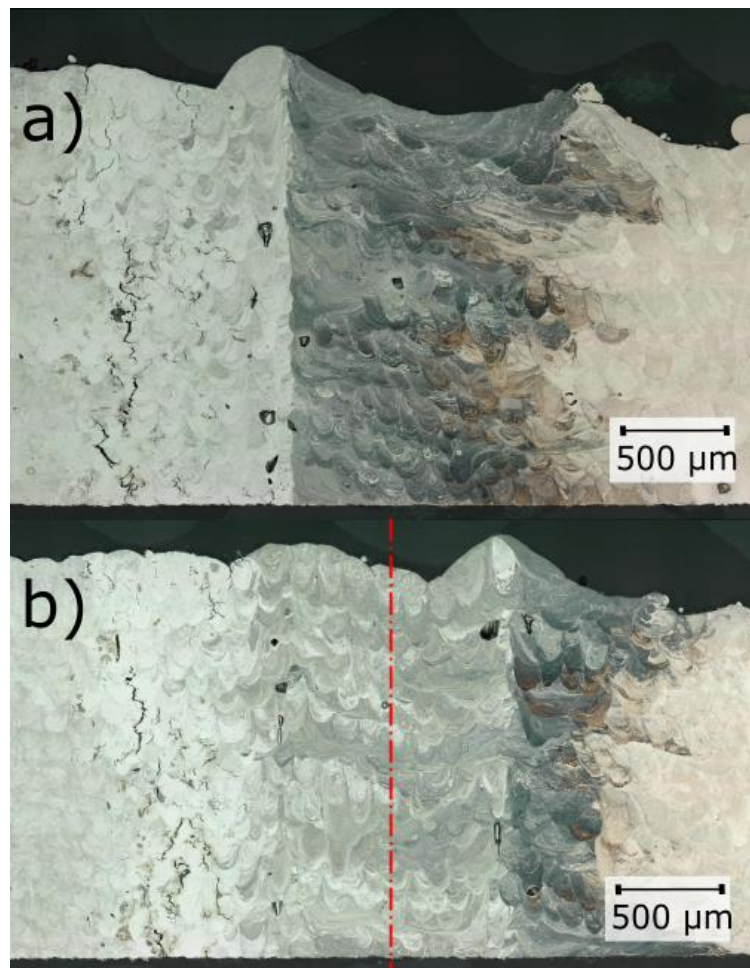
obr 5-36 Vyrobené vzorky Experimentu V3. Vzorky V3_1 – V3_4 mají ostré rozhraní, Vzorky V3_5 – V3_8 mají rozhraní powder blend. Černá šipka znázorňuje směr proudění inertní atmosféry

Ze snímku **obr 5-36** je zřejmé, že změny provedené na základě předchozího experimentu měly za následek výrazné zlepšení kvality povrchu měděné části vzorků. Horní strana vzorků již nenese výrazné známky přehřívání materiálu. Toto tvrzení je potvrzeno porovnáním metalografických výbrusů, viz **obr 5-37**. Na snímku lze pozorovat i výrazné zlepšení kvality objemové části slitiny mědi. Porovnání metalografických výbrusů v rámci Experimentu V3 také ukázalo, že set PP V2_S09 dosahuje po aplikaci nové metodologie výroby horší relativní hustoty a kvality povrchu než set V2_S18 (A1), a pro všechny další experimenty již byly pro slitinu mědi standardně používán pouze set PP A1.



obr 5-37 Porovnání kvality před (vzorek V1_2) a po (V3_4) optimalizaci PP a metodologie výroby měděné slitiny pro vertikální rozhraní. Modrá šipka značí místo trhliny

Na snímku **obr 5-37** je opět zřetelná vertikální trhlina v oblasti čisté oceli, což značí, že pravděpodobně nebyla způsobena přehříváním měděné části vzorku. Vybroušené vzorky byly následně naleptány pro lepší vizualizaci rozhraní, trhlin a tracků laseru.

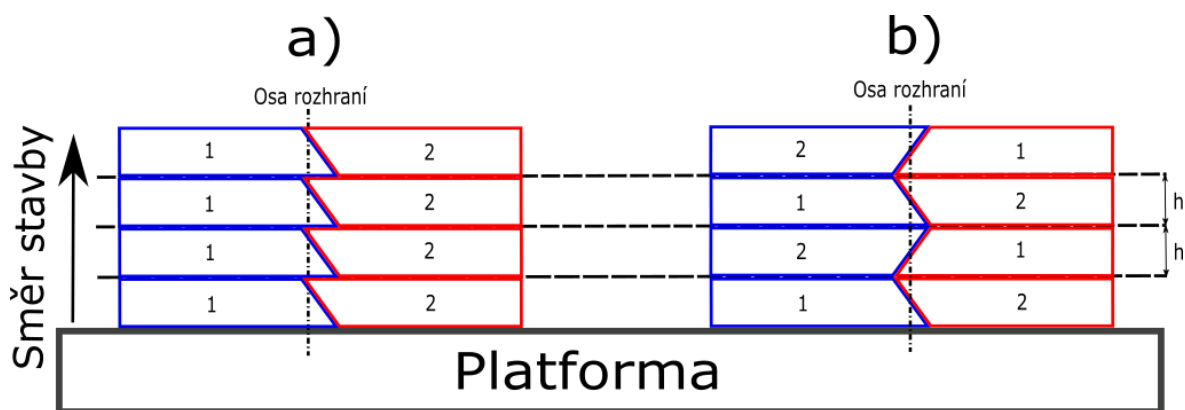


obr 5-38 Vzorky V3_4 (a) a V3_8 (b) v leptaném stavu. Červená čerchovaná čára značí osu rozhraní powder blend

Na **obr 5-38** je vyobrazeno porovnání vzorků V3_4 (a) a V3_8 (b) v leptaném stavu. Vzorky se liší pouze typem rozhraní (ostré a powder blend v tomto pořadí). Ze snímku je patrný rozdíl ve struktuře rozhraní:

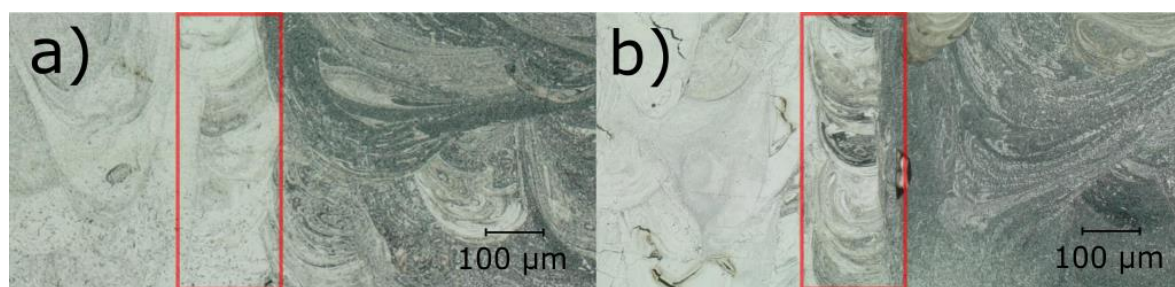
U vzorku V3_4 (**obr 5-38 a**)) je jasně zřetelná hranice části tvořené čistou ocelí. Za touto hranicí dochází k pronikání do části tvořené měděnou slitinou. Toto mohlo být způsobeno postupem nanášení: V rámci jedné vrstvy byla jako první vždy nanášena Maraging ocel a až následně měděná slitina (viz **obr 5-39 a**)).

Oproti předchozímu případu u vzorku V3_8 (**obr 5-38 b**)) přechází část tvořená čistou ocelí do pásma kde dochází k alteraci materiálů okolo osy rozhraní powder blend. Za tímto pásmem je opět zřetelné pronikání Maraging oceli směrem do části měděné slitiny, ovšem již v podstatně menší míře. Toto zjištění dále podporuje teorii o nevhodném způsobu nanášení. K přesypávání Maraging oceli přes osu rozhraní oproti předchozímu případu pouze v polovině případů (každou 2. vrstvou), což má za následek menší míru pronikání oceli do měděné slitiny.



obr 5-39 Optimalizace nanášecí strategie: a) Maraging ocel nanášena jako první v každé vrstvě má za následek nesymetrické rozhraní b) alterace pořadí nanášených materiálů a optimalizace polohy osy rozhraní. h značí šířku vrstvy (0,05 mm)

Pro vyřešení tohoto problému byla pozměněna strategie nanášení tak aby se mezi vrstvami alterovalo pořadí nanášených materiálů. Dále byla na základě výbrusů zvětšena vzdálenost první nanesené linie materiálů od hranice skenování pro jednotlivé části vzorku (osa rozhraní). Tím bylo v dalších experimentech docíleno vyšší přesnosti a lepší kontroly tvaru rozhraní (viz **obr 5-39 b**).



obr 5-40 Vizualizace vlivu parametru Beam Compensation a) PP B1; b) PP B1_BC0

Na snímku **obr 5-40** je vyobrazeno porovnání vlivu parametru BC. Na snímku **obr 5-40 (a)** je parametr nastaven na hodnotu 0,09 mm, tedy přibližně polovinu šířky návaru. Lze vidět, že sousední tracky laserů (Bordery) pro jednotlivé části vzorku jsou rovnoběžné a neprotínají osu rozhraní. Nedochozí tedy k promíchání materiálů přímo na rozhraní vlivem protavení, jak lze naopak pozorovat na **obr 5-40 (b)**. Zde prochází track Borderu přímo na rozhraní materiálu. Dochází tedy k natavení obou materiálů současně, což podporuje jejich promísení, čímž byla částečně potvrzena *Hypotéza 3*. Lze předpokládat, že toto uspořádání bude výhodnější pro kvalitu rozhraní a pro všechny následující experimenty bude zachována nulová hodnota BC ve všech setech PP pro Maraging ocel.

V neposlední řadě byly na výbrusech v leptaném stavu (viz např. **obr 5-38**) blíže analyzovány vertikální trhliny v oceli. Trhliny byly pozorovány u všech vzorků, výhradně v Maraging oceli v blízkosti rozhraní, nebyly vázány na typ rozhraní a jejich výskyt nebyl omezen pouze na hranice tracků. Z tohoto pozorování vzešly následující hypotézy:

- a. Trhliny jsou způsobeny nevhodnými PP či skenovacími strategiemi pro ocel způsobující pnutí na rozhraní vlivem rozdílné tepelné roztažnosti obou materiálů či vyšším odvodem tepla z oceli vlivem přítomnosti mědi a jejímu následnému zkrěhnutí a popraskání v kritickém místě.
- b. Existuje kritická koncentrace slitiny mědi, která vlivem teplotní roztažnosti způsobuje vnitřní pnutí v oceli převyšující její mez pevnosti. Jednalo by se tedy o stav, při kterém se v oceli vyskytuje dostatek mědi na to, aby svojí teplotní roztažností způsobila pnutí, ale není jí ve směsi dost na to, aby toto pnutí kompenzovala svojí vyšší houževnatostí.

Byly tedy provedeny experimenty a příslušné analýzy pro ověření těchto hypotéz.

5.2.4 Optimalizace PP Maraging oceli pro vertikální rozhraní

Po optimalizaci procesních parametrů a metodiky zpracování slitiny mědi byla předmětem výzkumu optimalizace PP Maraging oceli. Navržené experimenty byly soustředěny na studium příčin vzniku trhlin a možnosti jejich odstranění. Vzorky byly analyzovány na základě metalografických výbrusů ve 3 rovinách řezu (0,5; 2,5 a 4,5 mm od hrany vzorku)

Jako první byla přezkoumána hypotéza, že trhliny jsou způsobeny nevhodným nastavením PP či metodikou zpracování (předehřev platformy, skenovací strategie, pořadí skenování, ...). U všech vzorků bylo použito ostré rozhraní. Experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli obsahoval oproti předešlým experimentům několik změn metodiky zpracování:

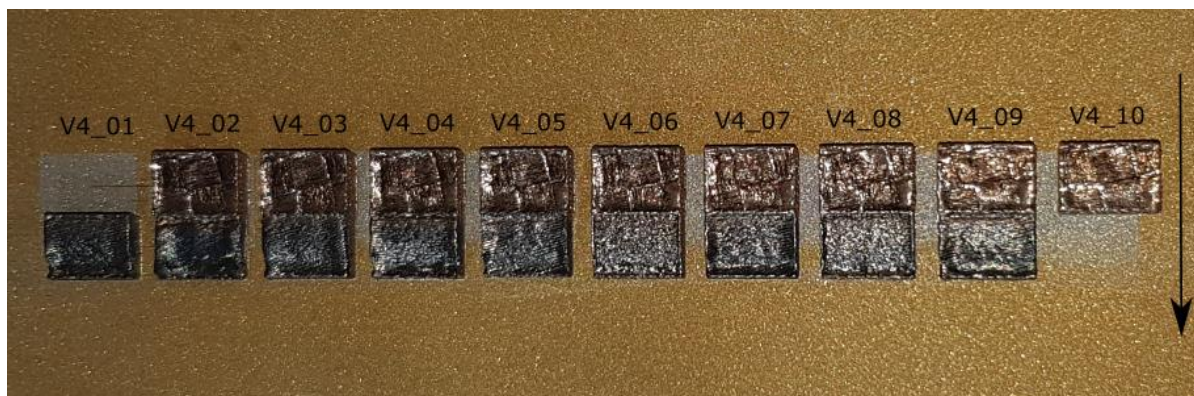
- Teplota předehřevu platformy byla zvýšena ze 100 °C na 200 °C ve snaze snížit teplotní rozdíl materiálu před skenováním laserem
- Bylo změněno pořadí výroby částí vzorku v rámci jedné vrstvy (jako první byla nyní skenována slitina mědi) s cílem omezit možné pnutí způsobené vyšší teplotní roztažností mědi
- Snížení intervalu preventivního čištění trysky z každé 15. vrstvy na každou 10. vrstvu (tedy každého 0,5 mm výšky vzorku) pro zajištění nanesení dostatečného množství kovového prášku

Pro zpracování slitiny mědi byly univerzálně použity PP A1. Vyrobené vzorky jsou vyobrazeny na **obr 5-41**. Pro přehlednost jsou použité PP znovu shrnuty v **tab. 22**.

tab. 22 Seznam použitých PP, experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli

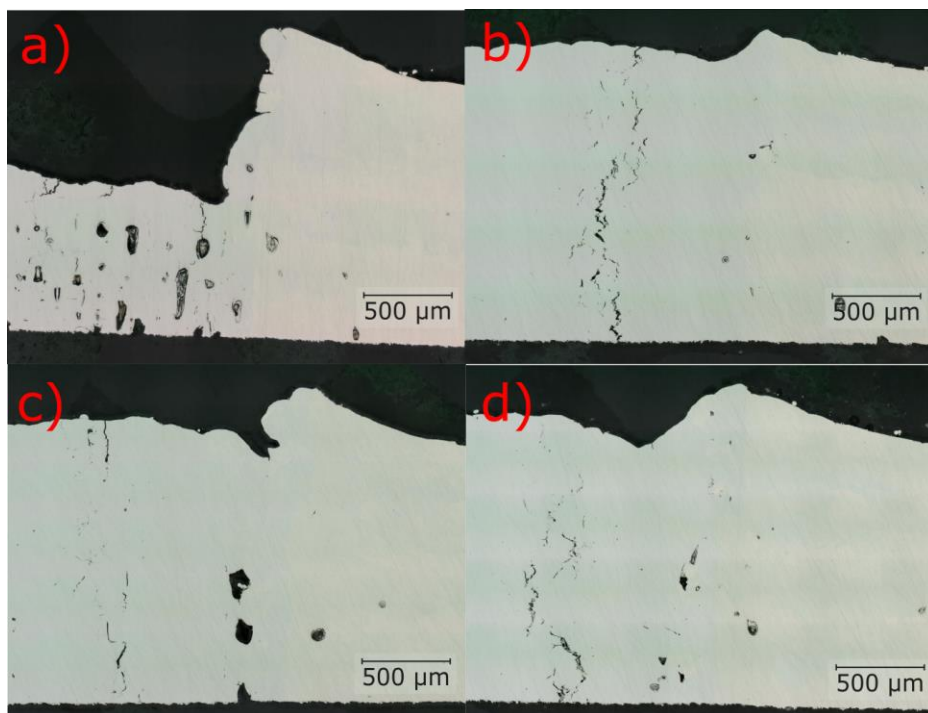
Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Poznámka
V4_01	300	720	0,12	0,05	Shodné s B1_BC0
V4_02	300	720	0,12	0,05	Remelting 1x
V4_03	300	720	0,12	0,05	Pouze hatch
V4_04	300	720	0,12	0,05	Stripe II
V4_05	300	720	0,12	0,05	Aplikován 2x B
	100	350	-	0,05	PP B (V4_05)
	150	400	-	0,05	PP FC (V4_05)
V4_06	100	400	0,12	0,05	Screening
V4_07	200	400	0,12	0,05	Screening
V4_08	150	500	0,12	0,05	Screening
V4_09	250	500	0,12	0,05	Screening
V4_10	350	950	0,09	0,05	CuNi - A1, shodné pro všechny měděné části předchozích vzorků

Vzorek V4_02, na který bylo aplikováno dvojité skenování v každé vrstvě (remelting), během výroby vykazoval značné známky přehřívání, což mělo za následek výrazný propad vnitřní části vzorku, a naopak nebezpečné vzdouvání oblasti borderu. Tisk vzorku byl tedy pozastaven, aby nedošlo k nárazu nanášecího zařízení a přerušení výroby ostatních vzorků. Ostatní vzorky byly úspěšně dokončeny.



obr 5-41 Vyrobené vzorky Experimentu V4. Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry

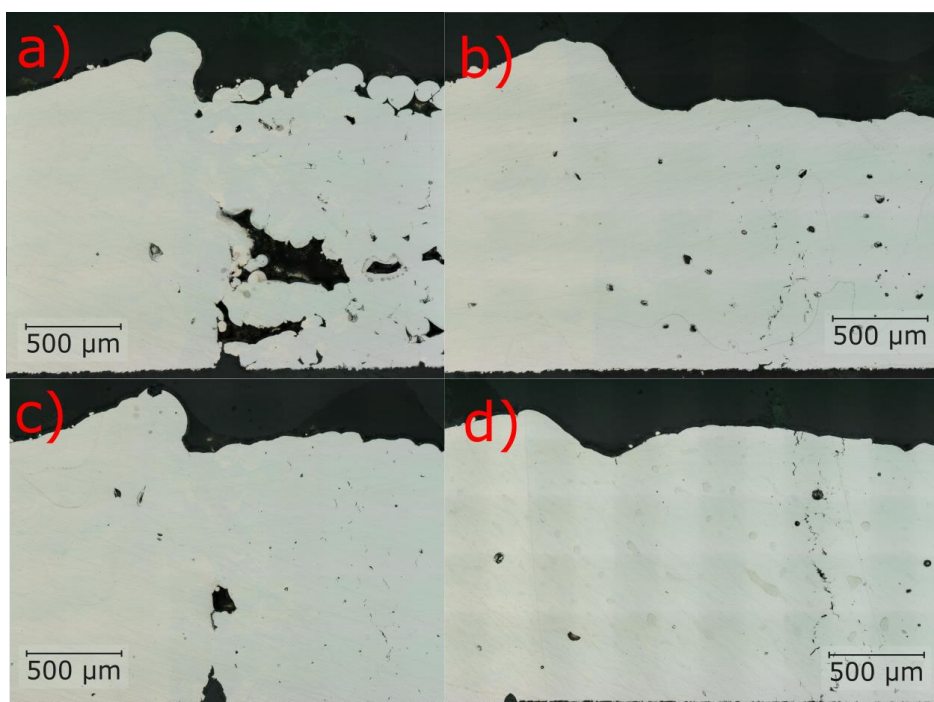
Všechny vzorky byly po odřezání podrobeny metalografické analýze (broušení, leštění, snímání světelným mikroskopem), a to ve 3 rovinách. Na snímku **obr 5-42** jsou vyobrazeny vzorky určené pro studium vlivu skenovací strategie. Vzorek V4_01 (a) vykazoval nízkou relativní hustotu ve všech rovinách výbrusu (průměrně 82,4 %) a nebyl dále analyzován. Ostatní vzorky (V4_03; V4_04; V4_05) dosahovaly velmi vysoké relativní hustoty (99,93 % (b); 99,97 % (c); 99,95 % (d)), ovšem u všech pozorovaných vzorků byl pozorován výskyt trhlin. Jediným měřitelným rozdílem byla vzdálenost trhlin od osy rozhraní.



obr 5-42 Snímky metalografických výbrusů vzorků pro výzkum skenovací strategie; a) V4_02 (remelting 1x), b) V4_03 (aplikován pouze hatch), c) V4_04 (stripe II), d) V4_05 (2x border+FC+H). Část Maraging oceli je vždy na levé straně snímku

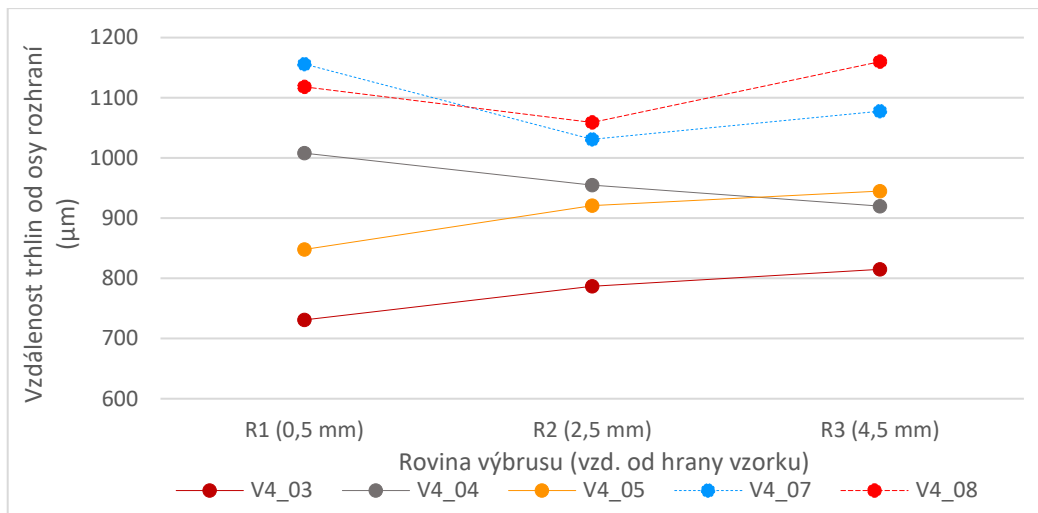
Další skupina vzorků byla vyhrazena screeningu PP Maraging oceli pomocí nízkého výkonu laseru a nízkými skenovacími rychlostmi, viz **obr 5-43**. Vzorek V4_06 se vyznačoval nízkou relativní hustotou ve všech rovinách výbrusu (průměrně 81,8 %) a byl tedy z dalších analýz vyřazen. Vzorek V4_09 se vyznačoval relativně vysokou relativní hustotou (99,81 %), ovšem byl zde pozorován výrazný výskyt trhlin ve všech rovinách řezu.

Naopak u vzorku V4_07 byl zaznamenán výrazný pokles v četnosti trhlin (viz **obr 5-43 (b)**) pouze s mírným poklesem relativní hustoty (průměrně 99,54 %). Je důležité poznamenat, že pozorované defekty měly sférický tvar. U vzorku V4_08 (**obr 5-43 (c)**) byl v porovnání s předchozím vzorkem ještě větší pokles výskytu trhlin a nárůst relativní hustoty objemového materiálu (průměrně 99,82 %). Vzorek se zároveň vyznačoval nejvyšší průměrnou vzdáleností trhlin od rozhraní ze všech analyzovaných. U tohoto vzorku se ovšem projevil vadu typu „lack of fusion“. Tento typ porozity ve formě tenkých trhlin při mechanickém namáhání představuje nebezpečné koncentrátoři napětí, a vzorek tedy nebyl podroben dalším analýzám. Sférická porozita pozorovaná u předchozího vzorku má všeobecně menší dopad na mechanické vlastnosti, a tedy PP použité u vzorku V4_07 byly vybrány jako základ pro další optimalizaci.



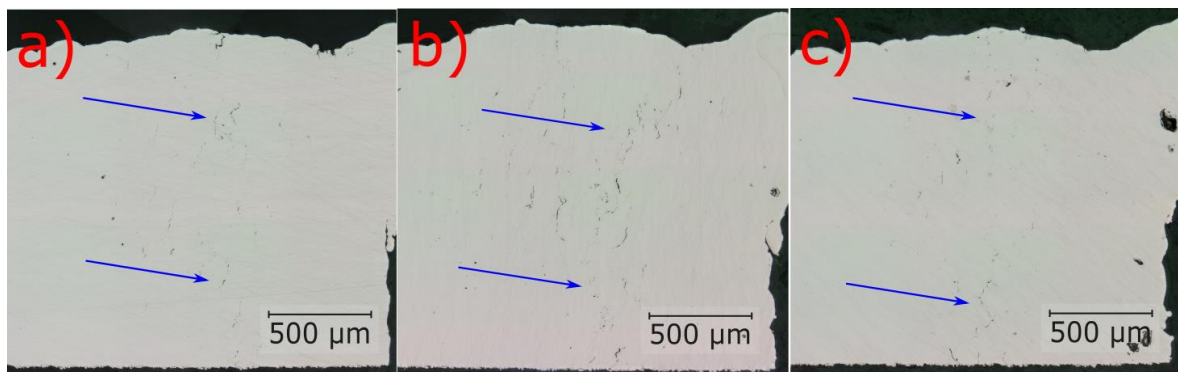
obr 5-43 Screening PP Maraging oceli při zpracování nízkým výkonem a nízkou skenovací rychlostí; vzorky V4_06 (a), V4_07 (b), V4_08 (c) a V4_09 (d). Část Maraging oceli je vždy na pravé straně snímku

Na základě vyhodnocení vzorků v tomto experimentu byla stanovena korelace mezi četností trhlin a jejich vzdáleností od rozhraní a procesními parametry. Naopak se nepotvrdila souvislost mezi výskytem trhlin a použitou skenovací strategií. Graf **obr 5-44** zobrazuje závislost vzdálenosti trhlin od osy rozhraní v jednotlivých rovinách výbrusu. Při porovnání s četností trhlin na snímcích **obr 5-42** a **obr 5-43** lze konstatovat, že PP na spodní hranici vyrobitelnosti Maraging oceli (výkon laseru 200 W, skenovací rychlost 400 mm/s) omezují výskyt trhlin za cenu mírného poklesu relativní hustoty. Dále lze vyvodit, že vzdálenost trhlin od rozhraní je nepřímo úměrná četnosti trhlin.



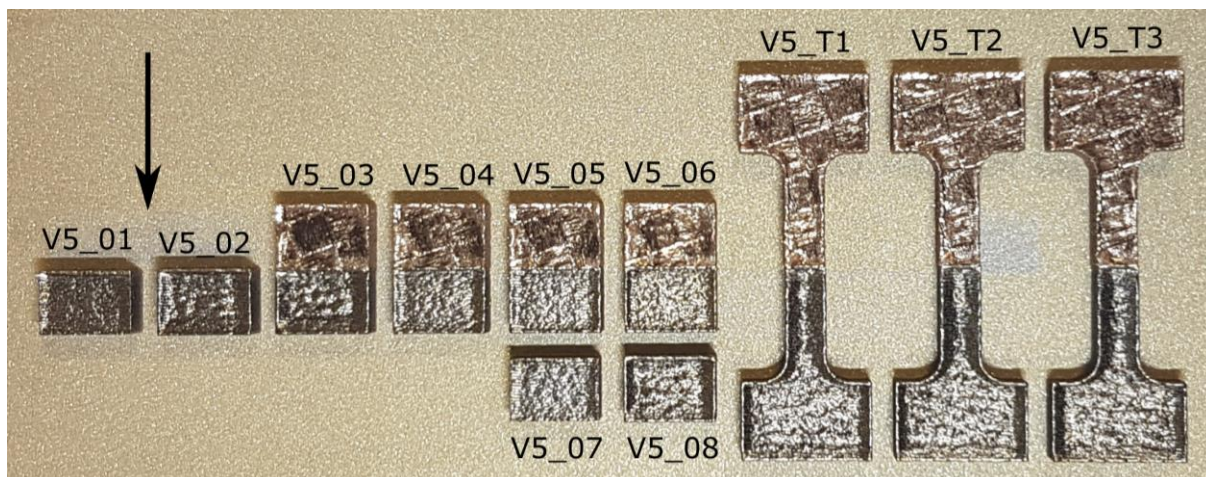
obr 5-44 Vývoj vzdálenosti trhlin od rozhraní u vzorků z Experimentu V4.

Ačkoliv předchozí experimenty prokázaly vliv procesních parametrů na výskyt trhlin, nemohly být jednoznačně určeny jako jejich příčina. Pozornost byla tedy věnována vzorku V4_01, který tvořila pouze ocelová část. Po metalografické úpravě vzorků (broušení, leštění) byly pomocí světelné mikroskopie odhaleny viditelné trhliny ve všech rovinách výbrusu v blízkosti hrany sousedící s naneseným (nezpracovaným) práškem slitiny mědi (viz obr 5-45). Toto zjištění vyvrací hypotézu o vzniku trhlin vlivem pnutí způsobeného teplotní roztažností měděné části vzorku (jelikož u tohoto vzorku tato část nebyla vyrobena). Nevyrací ovšem hypotézu o vzniku trhlin vlivem vyššího odvodu tepla z oceli způsobenou přítomností mědi a jejímu následnému křehnutí v určité vzdálenosti od rozhraní.



obr 5-45 Metalografické výbrusy vzorku V4_01 tvořeného čistou mědí v rovinách R1 (a), R2 (b) a R3 (c). Modré šipky značí místa trhlin. Prášek slitiny mědi byl nanesen na pravé straně vzorku

Na základě předchozích zjištění byl tedy navržen poslední experiment V5 – Proof of Concept 3. Cílem tohoto experimentu bylo určit příčinu vzniku trhlin. Vyrobené vzorky lze rozdělit do tří skupin: Screening PP v rámci optimalizace PP na základě PP V4_07 (vzorky V5_03-06), Ověření vlivu přítomnosti slitiny mědi během výroby na vznik trhlin (V5_01-02; V5_07-08) a tři totožná tahová tělesa pro otestování mechanických vlastností multimateriálového spojení (V5_T1-3), viz **obr 5-46**. Všechna tělesa byla vyrobena úspěšně a v plně plánované výšce 3 mm. Shrnutí použitých PP je v **tab. 15**.



obr 5-46 Vyrobené multimateriálové vzorky; Experiment V5 – Proof of Concept 3. Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry.

Analýza první skupiny vzorků (screening v okolí PP V5_07) neprokázala výrazný vliv na stav trhlin v blízkosti rozhraní. Trhliny se projevily u všech vzorků a ve všech rovinách řezu ve vzdálenosti přibližně 1100 μm od osy rozhraní. Jediným výrazným rozdílem vzorků byla jejich relativní hustota. Výsledky analýzy průměrné relativní hustoty jsou v **tab. 23**.

tab. 1

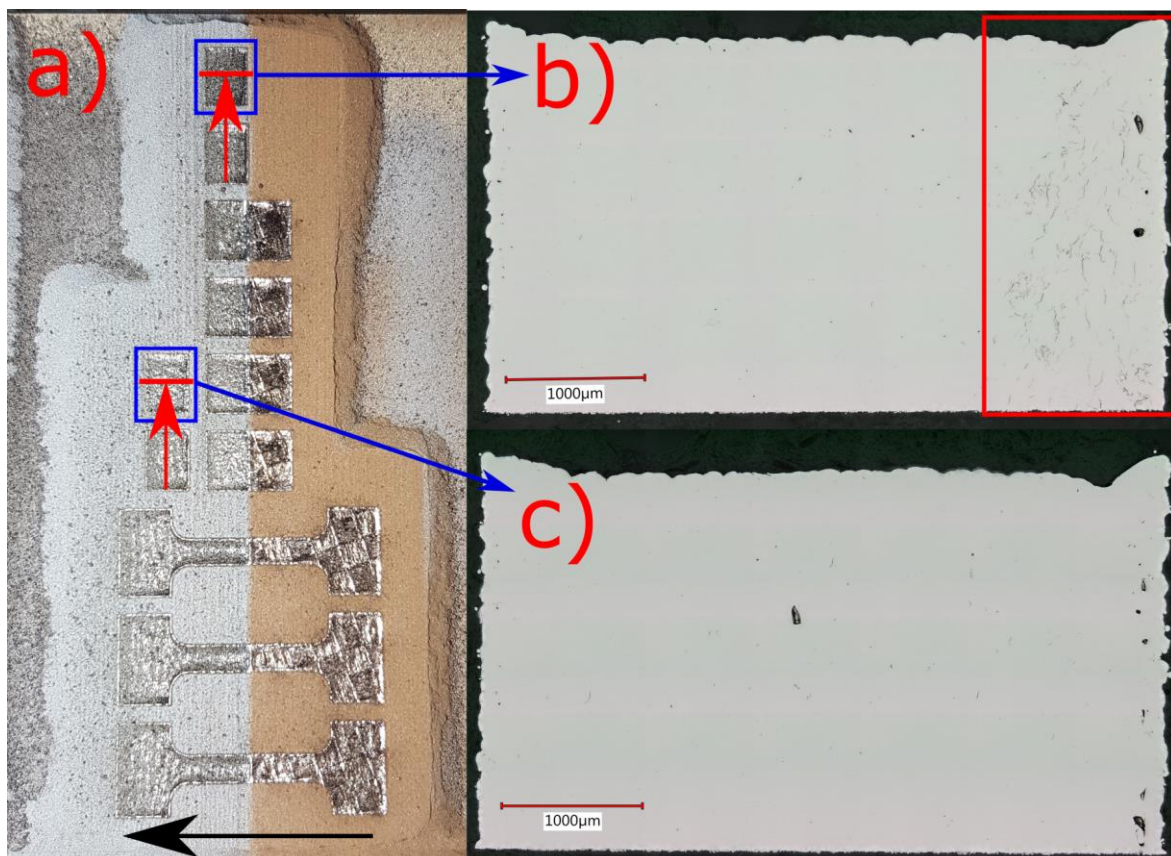
tab. 23 Výsledky měření průměrné relativní hustoty pro vzorky V5_03-06

Označení vzorku	Relativní hustota (%)
V5_03	96,84
V5_04	99,32
V5_05	99,91
V5_06	98,49

U vzorků V5_03 a 04 byla pozorována porozita sférického typu, zatímco u vzorků V5_05 a 06 převazovala porozita typu „lack of fusion“.

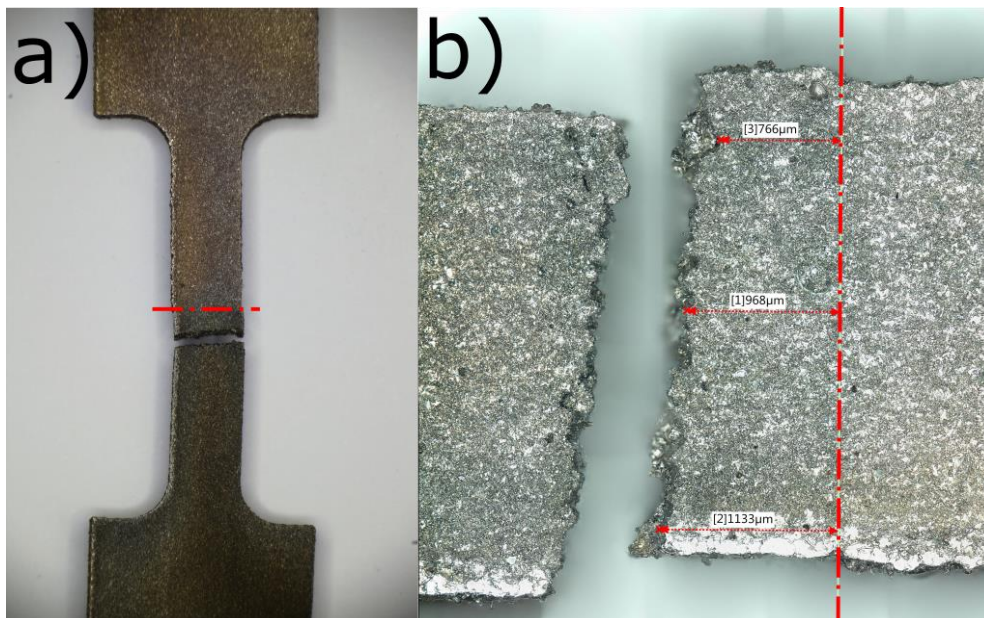
Tímto byly experimenty v rámci optimalizace PP Maraging oceli ukončeny. Z provedených experimentů lze vyvodit závěr, že při použití PP s nízkým výkonem laseru a nízkou rychlostí skenování lze dosáhnout výrazně lepší kvality rozhraní v porovnání se standardními PP, nicméně oblast Maraging oceli stále obsahuje výrazné vertikální trhliny v blízkosti rozhraní.

Druhou skupinou pak byly vzorky V5_01, 02, 07 a 08. Vzorky V5_01 a 07 (resp. 02 a 08) tvoří páry a byly vyráběny totožnými PP. Daný pár se vždy lišil pouze polohou na platformě (viz **obr 5-47 a**). Po metalografické úpravě obou párů vzorků bylo pomocí světelného mikroskopu potvrzeno, že v každém ze vzorků nacházejícím se na rozhraní materiálů (V5_01 a 02) se na straně přiléhající k nanesené slitině mědi vyskytují vertikální praskliny (viz zvýrazněná oblast **obr 5-47 b**). Tyto praskliny nebyly pozorovány ani u jednoho ze vzorků V5_07/08 (viz **obr 5-47 c**). Z těchto pozorování je zřejmé, že důvodem prasklin v oceli je přítomnost slitiny mědi při výrobě, a nikoliv nevhodné nastavení procesních parametrů. Jednoznačné určení mechanismu vzniku trhlin však vyžadovalo podrobnější analýzy popsané v následující kapitole.



obr 5-47 a) Vzorky Experimentu V5 po dokončení stavby, červeně je označena rovina a směr pohledu výbrusů vzorků V5_01 (b) a 07 (c). U vzorků byly použity totožné PP. Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry

Poslední skupinou vzorků byly 3 totožné polotovary pro tahová tělesa. Samotný tisk proběhl bez problémů a tělesa nejevila žádné známky trhlin. Během výroby tahových těles a jejich odřezávání od platformy však došlo k rozlomení dvou ze tří vzorků (viz **obr 5-48 a**)). Při bližším pohledu je zřejmé, že k porušení došlo v oblasti tvořené ocelí a ve vzdálenosti odpovídající vzdálenosti trhlin pozorovaných v Experimentu V4 (viz **obr 5-48 b**)). Lze tedy s jistotou říci, že lom byl způsoben oslabením materiálu vlivem trhlin. Vzhledem ke stavu vzorků nemohla být provedena tahová zkouška multimateriálového rozhraní.



obr 5-48 Rozlomené tahové těleso po odřezání od platformy (a) a detail lomu (b). Červená čára znázorňuje osu rozhraní.

5.2.5 EDS analýza vybraných vzorků

U některých vzorků s vertikálním multimateriálovým rozhraní byla provedena liniová EDS analýza s cílem určit příčinu vzniku trhlin v části Maraging oceli. Analýzy bylo podrobeno celkem 5 vzorků. PP pro zpracování Maraging oceli u těchto vzorků jsou shrnuty v **tab. 24**.

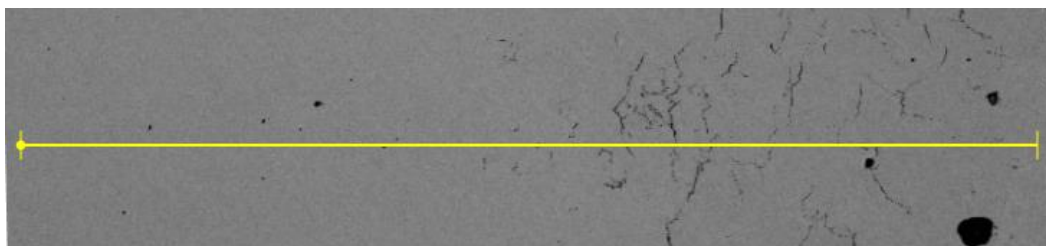
tab. 24 Shrnutí PP pro výrobu Maraging oceli u vzorků s vertikálním rozhraním, které byly podrobeny EDS analýze

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost [mm/s]	Hatch distance [mm]	Tloušťka vrstvy [mm]	Hustota energie [J/mm ³]	MM	Poznámka
V3_02	300	720	0,12	0,05	69,44	Ano	Ostré rozhraní
V3_06	300	720	0,12	0,05	69,44	Ano	Rozhr. powder blend
V4_07	200	400	0,12	0,05	71,43	Ano	Optimalizované PP; ostré rozhr.
V5_01	300	720	0,12	0,05	69,44	Ne	V kontaktu s měděným práškem
V5_07	300	720	0,12	0,05	69,44	Ne	Situován mimo rozhraní

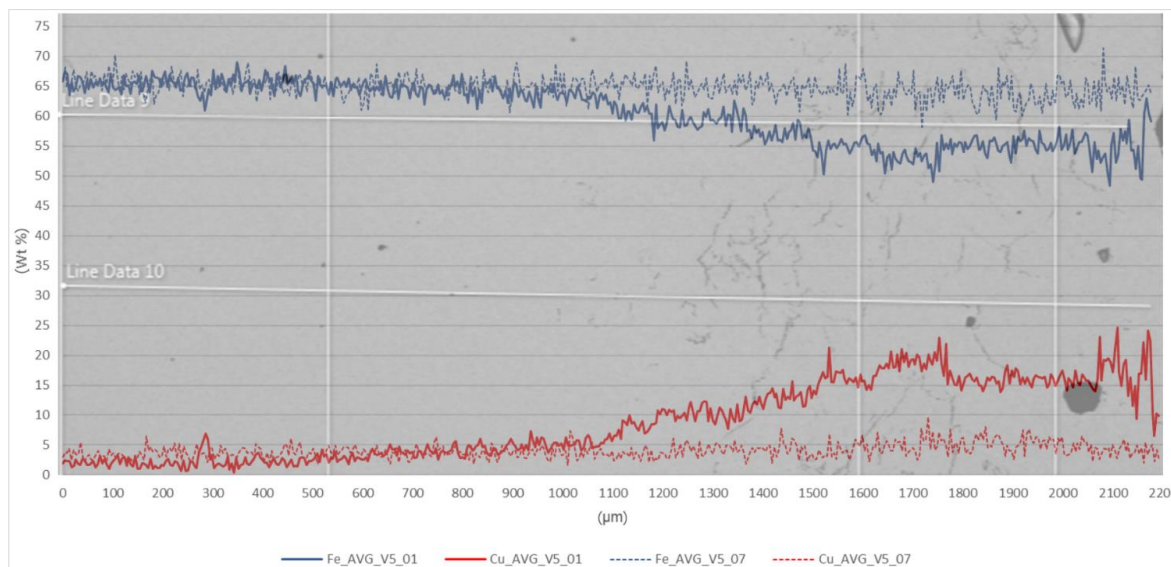
Graf **obr 5-50** zobrazuje porovnání hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) vzorků bez vyrobené části tvořené slitinou mědi (V5_01 a V5_07) ve směru od středu vzorku k multimateriálovému rozhraní (např. viz **obr 5-49**).

Data ze vzorku V5_07 (přerušovaná křivka) naznačují, že obsah železa i mědi zůstávají relativně konstantní napříč celou snímanou oblastí. Měď je ve vzorku zastoupena přibližně 4 Hm %, což naznačuje určitou míru kontaminace, která ale nemá na mikrostrukturu vzorku zásadní vliv (viz **obr 5-47 c**). Zastoupení železa zůstává napříč vzorkem na nominální hodnotě přibližně 65 Hm. %. Vzorek neobsahuje žádné výrazné trhliny a má vysokou relativní hustotu (průměrně 99,96 %).

Liniová EDS vzorku V5_01 (nepřerušovaná křivka) prokázala vzrůstající zastoupení mědi ve směru k hraně sousedící s naneseným (nezpracovaným) měděným práškem. Praskliny se ve vzorku začaly projevovat při koncentraci mědi mezi 10 a 20 Hm. %. Souběžně s nárůstem obsahu mědi došlo k souměrnému poklesu obsahu železa.

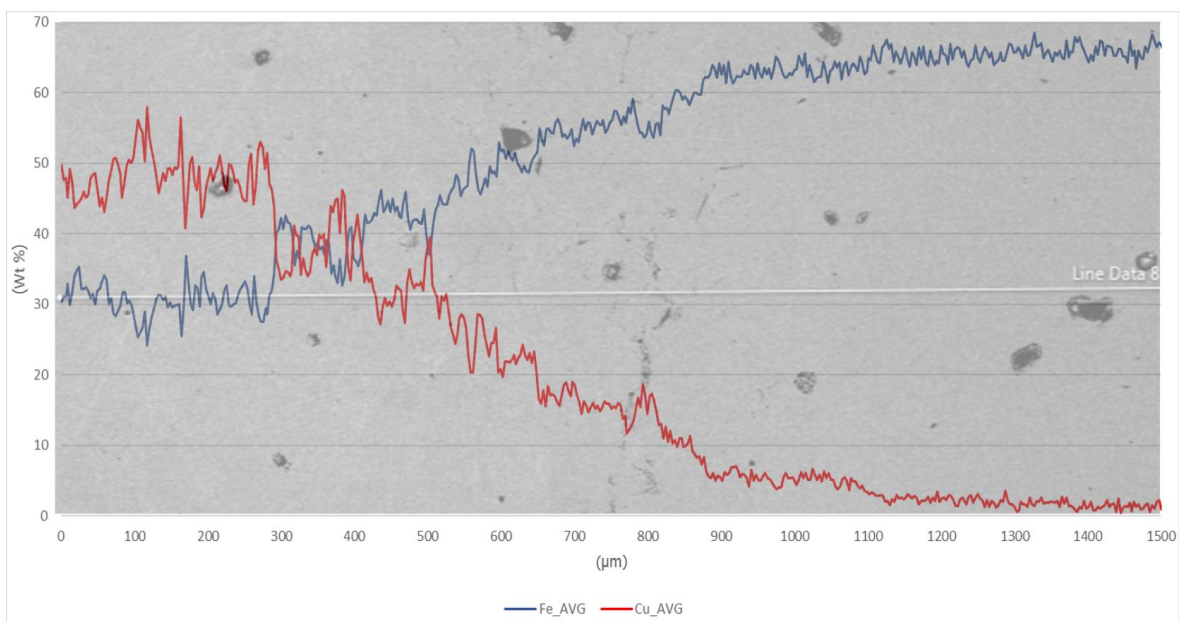


obr 5-49 Orientace a poloha jedné z liniových analýz vzorku V5_01



obr 5-50 Závislost hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) vzorků V5_01 a V5_07. Pro názornost je graf proložen výchozím snímkem pro liniové EDS analýzy

Porovnáním polohy trhlin na snímcích metalografických výbrusů multimateriálových vzorků V3_2, V3_6 a V4_07 (které obsahovaly část tvořenou slitinou mědi) s příslušnými EDS liniovými analýzami bylo potvrzeno, že trhliny vždy vznikaly v pásmu koncentrace mědi 10 – 20 Hm. % (viz **obr 5-51**). Použité procesní parametry či typ rozhraní ovlivňovaly vzdálenost tohoto pásma od osy rozhraní, což mělo za následek různou vzdálenost oblasti výskytu trhlin. Parametry využívající nižšího výkonu a nižší skenovací rychlosti toto pásmo zužovaly a tím zmírňovaly výskyt trhlin. Zároveň tyto parametry způsobovaly vyšší podíl porozity, která mohla mít za následek vyšší tlumení pnutí v materiálu, čímž dále zmírňovala výskyt trhlin. Byla tedy nalezena korelace mezi podílem mědi v ocelové části, použitými procesními parametry a mírou výskytu trhlin. Kompletní výsledky EDS analýz pro vertikální rozhraní jsou k dispozici v **Příloze C**.



obr 5-51 Závislost hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) Vzorek V4_07. Pro názornost je graf proložen výchozím snímkem pro liniové EDS analýzy

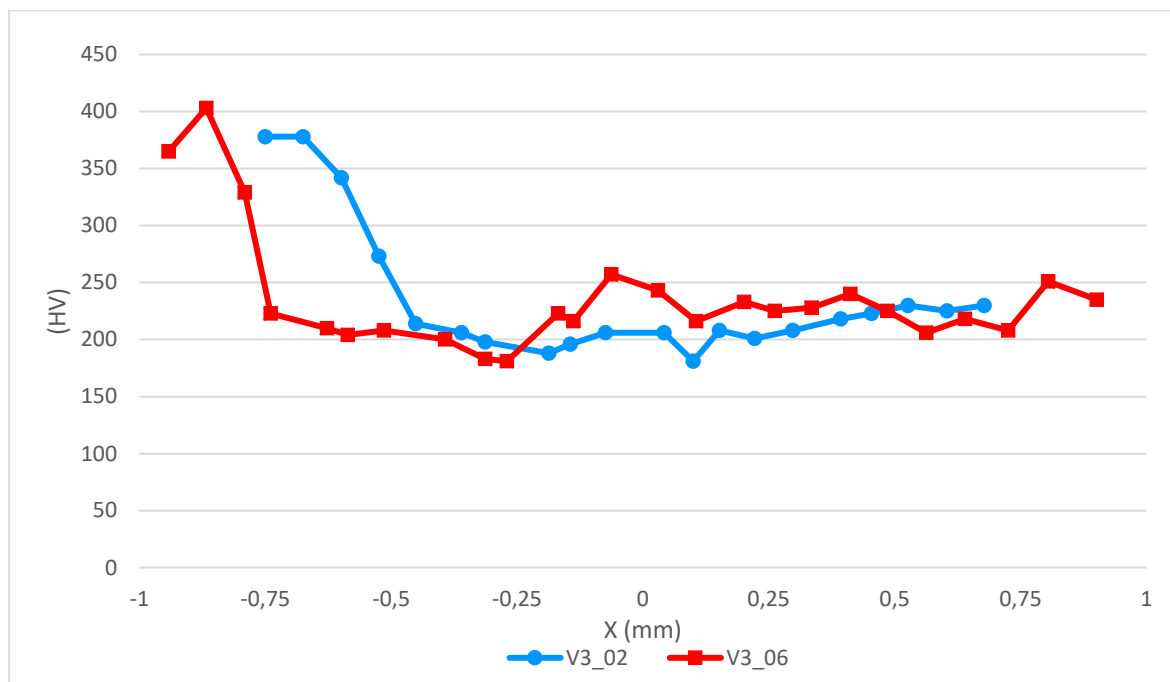
5.2.6 Mechanické testování

Měření tvrdosti

Měření tvrdosti bylo provedeno na dvou vzorcích s různým typem rozhraní (V3_02 – ostré; V3_06 – powder blend). Hlavním cílem bylo odhalit případné tvrdé ale křehké intermetalické fáze vznikající v pásmu kritické koncentrace mědi. Výsledky měření jsou prezentovány v grafu **obr 5-52**, kde nulovým bodem je osa pásma výskytu trhlin pro ostré rozhraní.

Z grafu je zřejmé, že v případě ostrého rozhraní (V3_02) nastává změna tvrdosti přibližně ve vzdálenosti 0,5 mm před osou pásma trhlin, což odpovídá hranici této oblasti. Šířka pásma trhlin je u tohoto typu rozhraní přibližně 1 mm, a tvrdost se zde pohybuje okolo hodnoty 200 HV. Výskyt tvrdých intermetalických fází je tedy vyloučen. Za pásmem trhlin dochází k mírnému nárůstu tvrdosti, což může být způsobeno vhodnějším poměrem oceli a slitiny mědi na rozhraní (více než 20 Wt % Cu), které se pro tento typ rozhraní nachází na ose přibližně na hodnotě +0,7 mm.

Oproti tomu u vzorku V3_06 s rozhráním „powder blend“ dochází k poklesu tvrdosti o přibližně 0,25 mm dříve, což odpovídá vyšší koncentraci mědi způsobené geometrií rozhraní. Oblast pásma trhlin pro toto rozhraní se v grafu nachází mezi body -0,75 a 0,25. Tvrdost v této oblasti se podobně jako u předchozího vzorku pohybuje v okolí 200 HV. Za touto částí ovšem dochází k většímu nárůstu tvrdosti, a to až na hodnotu 250 HV. Toto je pravděpodobně způsobeno rovnoměrným rozložením obou materiálů vytvořeným střídáním nanášených materiálů v tomto místě mezi jednotlivými vrstvami. Osa rozhraní powder blend se nachází přibližně na hodnotě +1 mm.



obr 5-52 Měření tvrdosti dle Vickerse (HV 0,05) – studium vlivu typu rozhraní. Nulový bod značí osu pásma výskytu trhlin

6 DISKUZE

Na základě rešerše byly pro výzkum horizontálního a vertikálního rozhraní vybrány materiály Maraging ocel (1.2709) a slitina mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr.

V první části práce zaměřené na výzkum horizontálního rozhraní byl proveden úvodní screening procesních parametrů (PP) s cílem nalézt PP zajišťující jak vysokou relativní hustotu objemové části materiálu, tak kvalitní multimateriálové (MM) spojení. Tento typ rozhraní bylo možné vyrábět ve standardní konfiguraci výrobního stroje SLM 280HL. Byly provedeny experimenty zkoumající vliv PP (výkon, skenovací rychlost, hatch distance), vliv pořadí materiálů při výrobě a vliv parametrů upskin (US) a downskin (DS) na kvalitu rozhraní. V této části bylo celkem vyrobeno 50 multimateriálových vzorků s horizontálním rozhraním. Vybrané PP byly následně použity pro výrobu tahových těles pro ověření mechanických vlastností horizontálního MM rozhraní.

Bylo zjištěno, že PP oceli poskytující vysokou relativní hustotu a kvalitní MM spojení pro horizontální rozhraní se vyznačují vysokým výkonem a nízkou skenovací rychlostí. Pro slitinu mědi byly testovány PP převzaté z práce [14], které dosahovaly uspokojivých výsledků.

Pořadí materiálů při výrobě mělo značný vliv na šířku hraniční oblasti. V případě, že byla podkladem slitina mědi byla na základě SEM a EDS analýz určena šířka hraniční oblasti přibližně 250 μm . Hraniční oblast byla rovnoměrná a zachovávala téměř konstantní šířku po celé délce MM spojení. Při opačném pořadí materiálu bez aplikace US či DS dosahovala šířka hraniční oblasti přibližně 100 μm . Tvar hraniční oblasti pro tento případ nebyl rovnoměrný a přechod materiálů byl výrazně ostřejší. Pravděpodobnou příčinou tohoto jevu je rozdílná teplota tavení obou materiálů (přibližně 1450 $^{\circ}\text{C}$ pro ocel a 1050 $^{\circ}\text{C}$ pro slitinu mědi). Pokud je substrátem měděná slitina, následně vyráběné první vrstvy oceli jsou při výrobě nahřáty na teplotu vyšší, než je teplota tavení mědi a dochází k hlubšímu protavení a vyšší míře pronikání oceli do substrátu. Byla tedy potvrzena *Hypotéza 1*, pořadí materiálů má významný vliv na charakter rozhraní.

EDS analýza dále potvrdila, že v případě roztavení směsi kovů na bázi železa a mědi nedochází k jejich chemickému provázání, ale oba materiály zůstávají ve formě separovaných tuhých roztoků, jak bylo popsáno například v práci [12]. Dále bylo zjištěno, že rozložení sekundárních prvků jednotlivých materiálů (Ni, Co, Mo,...) odpovídá rozložení dominantních prvků (Fe, Cu).

Na základě EBSD analýzy horizontálního rozhraní bylo zjištěno, že v oblastech, kde je rovnoměrné rozložení obou materiálů dochází k vytvoření velmi jemné mikrostruktury.

Při aplikaci parametru US (PP byly shodné s těmi použitými pro následující první vrstvu druhého materiálu) nebyl pozorován žádný vliv na rozhraní. Naopak aplikace DS při pořadí materiálu ocel - slitina mědi měla za následek rozšíření šířky hraniční oblasti na přibližně 160 μm . Tvar rozhraní byl charakterizován jasně viditelnými tracky laseru.

Měření mikrotvrdosti na rozhraní potvrzuje závěry z předchozích analýz. Při pořadí materiálů slitina mědi – ocel dochází k přechodu ze standardní hodnoty čisté slitiny (cca 200 HV) na standardní hodnotu čisté oceli (přibližně 375 HV) v rozmezí asi 250 μm , což odpovídá šířce hraniční oblasti. Obdobně je tomu pak u opačného pořadí materiálů, kde je přechod tvrdosti výrazně prudší a nastává v rozmezí přibližně 100 μm . Při aplikaci DS na tuto variantu rozhraní je pak průběh tvrdosti mírnější a probíhá v rozmezí přibližně 160 μm .

Vzorky s horizontálním MM dosahují meze kluzu (R_e) přibližně 300 MPa a meze pevnosti (R_m) cca 466 MPa. Záměrně byla při stavbě polotovaru zvolena vertikální orientace dílu z důvodu ověření pevnosti v tahu v extrémním případě nejméně vhodné orientace aditivně vyráběných dílů pro tento typ zatížení. U většiny vzorků došlo k porušení právě na rozhraní materiálů, což značí že rozhraní je nejslabším místem vzorku. V práci [14] byly naměřeny mechanické vlastnosti čisté slitiny Cu7.2Ni1.8Si1Cr: Mez kluzu $R_e=380$ MPa a mez pevnosti $R_m= 545$ MPa. Nicméně zde nebyla zmíněna orientace polotovaru při stavbě ani způsob obrobení polotovaru. Důvodem pro nižší hodnoty meze kluzu a meze pevnosti u MM vzorků mohla být vertikální orientace tahových těles při stavbě, či horší kvalita povrchu vzorků způsobená výrobou elektroerozivním obráběním při dělení polotovaru na požadovanou tloušťku.

Druhá část práce byla zaměřena na studium vertikálního rozhraní. Výrobu tohoto typu rozhraní umožnilo experimentální nanášecí zařízení vyvinuté na UK FSI, VUT. Během dvou úvodních experimentů byla odladěna metodika zpracování, a to zejména slitiny mědi, která způsobovala ucpávání nanášecí trysky. Následně byly provedeny experimenty pro výzkum a optimalizaci kvality vertikálního rozhraní. Byly testovány dva typy rozhraní: ostré se stálou rovinou rozhraní materiálů, a rozhraní typu „powder blend“, kdy hranice nanášených materiálů mezi vrstvami oscilovala kolem imaginární osy rozhraní o hodnotu $\pm 0,5$ mm.

Světelnou mikroskopií a následnou EDS analýzou bylo potvrzeno, že při nulové hodnotě parametru Beam Compensation (BC), tzn. většímu přesahu tracku laseru na rozhraní, docházelo k lepšímu provázání obou částí MM vzorků oproti vzorkům vyráběným se standardní hodnotou tohoto parametru. Analýza rozhraní typu „powder blend“ dále prokázala výrazně širší oblast promísení obou materiálů v porovnání s ostrým rozhraním. Část, kde docházelo k alteraci polohy hranice nanášených prášků byla bez výrazných vad a trhlin, čímž byla částečně potvrzena *Hypotéza 3*. Modifikované typy rozhraní ($BC = 0$ a „powder blend“) měly za následek vyšší míru promísení materiálů na rozhraní oproti standardním variantám rozhraní ($BC = I_{\text{MeltPool}}$ a ostré). Jejich mechanické vlastnosti se ovšem nepodařilo ověřit z důvodů popsaných níže.

Bylo zjištěno, že ačkoliv rozhraní v obou případech neobsahuje výrazné vady ani nedokonalosti, v oblasti čisté oceli poblíž rozhraní se objevují výrazné vertikální trhliny. Další výzkum se tedy zabýval studiem mechanismů vzniku trhlín. V rámci experimentů byl zkoumán vliv typu rozhraní, PP, strategie nanášení, skenovací strategie (na úrovni vzorku i celé vrstvy) a chemického složení.

Experimenty prokázaly, že trhliny nejsou způsobeny typem rozhraní, strategií nanášení ani skenovací strategií. Během screeningu PP oceli bylo zjištěno, že při zpracování oceli velmi nízkými výkony (200 W) dochází k omezení výskytu trhlín. Vedlejším účinkem takto nízkého výkonu byl však mírný nárůst podílu porozity v objemové části vzorku. Úpravou PP ovšem nebylo docíleno úplného odstranění trhlín. Bylo zjištěno, že celkovou kvalitu spojení ovlivňuje celá řada dalších vlivů, které bude potřeba dále objasnit. *Hypotéza 2* tedy byla potvrzena pouze částečně: PP přeжатé z části zabývající se horizontálním rozhraním sice zajistily kvalitní rozhraní a jeho velmi blízké okolí, a hypotéza by se mohla jevit jako potvrzená, nicméně kvůli výskytu trhlín hlouběji v oceli nelze *Hypotézu 2* zcela potvrdit či vyvrátit.

U MM vzorků s různými typy rozhraní bylo provedeno měření mikrotvrdomosti s cílem odhalit možné intermetalické fáze vznikající v pásmu kritické koncentrace mědi. V oblasti trhlín nebyl však pozorován žádný skokový nárůst tvrdosti, čímž byla tato možnost vyloučena.

Byly vyrobeny polotovary pro výrobu tahových těles, ovšem při jejich odřezávání od platformy došlo k jejich předčasnému rozlomení vlivem trhlín v blízkosti rozhraní. Tahová zkouška tedy nemohla být provedena.

Bylo zjištěno, že trhliny se vyskytují i u vzorků tvořených pouze ocelí sousedících s naneseným (nezpracovaným) měděným práškem. Byla tedy vyrobena sada vzorků tvořených pouze ocelovou částí s totožnými PP lišící se pouze polohou na desce – jedna část byla situována tak, aby sousedila s naneseným měděným práškem, zatímco druhá část vzorků byla situována dále od rozhraní a zcela obklopena ocelí.

Metalografickou analýzou těchto vzorků bylo potvrzeno, že pokud je vzorek během výroby situován v blízkosti rozhraní s měděnou slitinou, dochází u něj k výskytu trhlín, zatímco vzorky dále od rozhraní neobsahují téměř žádné defekty.

Liniová EDS analýza těchto vzorků v oblasti trhlín ukázala, že zde dochází ke kontaminaci oceli mědí dosahující až 25 Hm. % Cu. Ke vzniku trhlín pak dochází pouze při specifickém obsahu mědi v oceli, a to mezi 10 a 20 Hm. %. Tato kontaminace mohla být způsobena prouděním inertní atmosféry či použitím jediné trysky k nanesení obou materiálů.

Následným porovnáním těchto výsledků s EDS analýzami MM vzorků tuto hypotézu potvrdilo. Trhliny se ve všech analyzovaných vzorcích nacházely v pásmu s obsahem mědi 10 - 20 Hm. %.

Výše zmíněné výsledky naznačují, že dochází ke kontaminaci materiálu v blízkosti rozhraní, což nebylo očekáváno. Je tedy nutné zjistit původ kontaminace. Jedním z důvodů by mohlo být proudění inertní atmosféry ze směru mědi. Řešením by pak byla změna strategie nanášení (nanášet slitinu mědi na vzdálenější stranu desky, dále od místa vtoku inertní atmosféry). Dalším důvodem by pak mohlo být nedostatečné oddělení prášků při procesu nanášení. Řešením by pak byla úprava konstrukce nanášecího zařízení.

7 ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce byl výzkum a optimalizace procesních parametrů a metodologie výroby pro materiály na bázi mědi a železa pomocí SLM pro výrobu multimateriálových (MM) dílů. Všechny formulované hypotézy byly testovány a dílčí cíle zaměřené na optimalizaci a výzkum horizontálního i vertikálního rozhraní byly splněny. Výzkum vertikálního rozhraní byl ovšem vědeckým úkolem s mírou nejistoty a ukázal se být komplexnějším problémem, než se předpokládalo. Nebylo možné jej tedy v daném časovém úseku a s dostupnými prostředky zcela objasnit.

Na základě rešerše byly pro výzkum MM rozhraní vybrána slitina mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr v kombinaci s nástrojovou Maraging ocelí (1.2709). V první fázi práce proběhla optimalizace procesních parametrů jednotlivých materiálů vhodných pro rozhraní v horizontální rovině. Bylo dosaženo kvalitní objemové části s relativní hustotou více než 99,5 % a MM rozhraní bez vad a trhlin při použití PP dle **tab. 25**.

tab. 25 Optimální PP pro výrobu horizontálního MM rozhraní

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Hustota energie (J/mm ³)	Poznámka
B1	300	720	0,12	0,05	69,44	PP Maraging oceli
A3	389	1100	0,09	0,05	78,59	PP slitiny mědi

Bylo zjištěno, že pořadí materiálů při výrobě má zásadní vliv na charakter a šířku rozhraní. Pokud byla substrátem slitina mědi, šířka hraniční oblasti byla 2.5x větší než při opačném pořadí. Aplikace parametru downskin přispěla ke zlepšení kvality rozhraní a rozšíření hraniční oblasti na 1.6x v případě ocelového substrátu. Tyto závěry byly potvrzeny EDS a EBSD analýzami a měřením mikrotvrdosti napříč rozhraním. Pravděpodobnou příčinou tohoto jevu je rozdílná teplota tavení obou materiálů. Tahová zkouška vzorků s horizontálním MM rozhraním prokázala mez kluzu (R_e) přibližně 300 MPa a mez pevnosti (R_m) až cca 466 MPa. K porušení většiny vzorků došlo právě na rozhraní materiálů.

Druhá fáze práce se zabývala optimalizací metodologie výroby a procesních parametrů pro výrobu dílů s vertikálním rozhraním. Jelikož se jedná o zatím zcela neprozkoumanou oblast, bylo nutno odladit metodologii výroby a ověřit jeho vyrobiteľnost. Byly nalezeny optimální parametry pro nanášení slitiny mědi pomocí experimentálního zařízení: průměr trysky 1 mm, rychlost nanášení 2000 mm/min a vzdálenost drah 0,5 mm. Pro nanášení oceli byla dostačující rychlost nanášení 3000 mm/min. Pro zvýšení přesnosti rozhraní je vhodné alterovat pořadí materiálů při nanášení mezi vrstvami. Byly testovány dva typy rozhraní: ostré se stálou rovinou rozhraní materiálů, a rozhraní typu „powder blend“, kdy hranice nanášených materiálů mezi vrstvami oscilovala kolem osy rozhraní o hodnotu $\pm 0,5$ mm.

Bylo dosaženo kvalitního vertikálního rozhraní bez vad a nedokonalostí, ovšem v ocelové části vzorků poblíž rozhraní docházelo k výskytu výrazných vertikálních trhlin. Experimenty prokázaly, že trhliny nejsou způsobeny typem rozhraní, skenovací strategií či strategií nanášení. Optimalizací PP pro ocel využívajících nízkých výkonů a skenovacích rychlostí (viz **tab. 26**) bylo dosaženo výrazného omezení výskytu trhlin za cenu zvýšení porozity v objemovém materiálu. Úplného odstranění trhlin však nebylo dosaženo.

tab. 26 Optimální PP pro výrobu vertikálního MM rozhraní

Označení	Výkon (W)	Skenovací rychlost (mm/s)	Hatch distance (mm)	Tloušťka vrstvy (mm)	Hustota energie (J/mm ³)	Poznámka
V4_07	200	400	0,12	0,05	83,33	PP Maraging oceli
A1	350	950	0,09	0,05	81,87	PP slitiny mědi

Další experimenty prokázaly, že k výskytu trhlin dochází i u vzorků tvořených čistou ocelí, pokud se v jejich blízkosti při výrobě nachází nanášený měděný prášek. Pokud byl daný vzorek se stejnými PP situován dále od rozhraní, k výskytu trhlin nedošlo. Liniová EDS analýza těchto vzorků prokázala, že výskyt trhlin je vázán na specifický obsah mědi v oceli, a to 10 – 20 Hm. %.

Dle dostupných výsledků je výskyt trhlin omezen pouze na vertikální rozhraní a je vázán ke konkrétnímu obsahu mědi v oceli. Předmětem dalšího výzkumu v této oblasti by mohla být studie zabývající se vzájemnou interakcí vybraných materiálů při kritické míře kontaminace (10 – 20 Hm. % Cu). Další výzkum pak může být zaměřen na prověření možnosti, zda kontaminace prášků nevzniká již při nanášení experimentálním zařízením a následnou optimalizaci jeho konstrukce.

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] HERZOG, Dirk, Vanessa SEYDA, Eric WYCISK a Claus EMMELMANN. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*. 2016, roč. 117, s. 371–392. ISSN 13596454.
- [2] SANTOS, Edson Costa, Masanari SHIOMI, Kozo OSAKADA a Tahar LAOUI. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2006, roč. 46, č. 12–13, s. 1459–1468. ISSN 08906955.
- [3] LIN, Weiyi, Hongyao SHEN, Guanhua XU, Linchu ZHANG, Jianzhong FU a Xiaolei DENG. Single-layer temperature-adjusting transition method to improve the bond strength of 3D-printed PCL/PLA parts. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2018. ISSN 1359835X.
- [4] ALL3DP. *Multi-Material 3D Printing – 2018 Overview*. 2019 [vid. 2. duben 2019]. Dostupné z: <https://all3dp.com/2/multi-material-3d-printing-an-overview/>
- [5] PLACHÝ, Jiří, Vít ŠREIBR a Adrián KVAŠŠAY. *Studium rozhraní dvou kovových materiálů vytvořeného pomocí technologie SLM*. 2017.
- [6] JAN SUCHÝ. *Zpracování vysokopevnostní hliníkové slitiny AlSi9Cu3 Technologii Selective Laser Melting*. 2017.
- [7] LOUVIS, Eleftherios, Peter FOX a Christopher J. SUTCLIFFE. Selective laser melting of aluminium components. *Journal of Materials Processing Technology*. 2011. ISSN 09240136.
- [8] BANDYOPADHYAY, Amit a Bryan HEER. Additive manufacturing of multi-material structures. *Materials Science and Engineering R: Reports*. 2018, roč. 129, č. March, s. 1–16. ISSN 0927796X.
- [9] MIKUŠ, Tomáš. *Studium struktury materiálů vyrobených technikou SPS z binárních směsí prášků*. B.m., 2016. Vysoké učení technické v Brně, fakulta strojního inženýrství.
- [10] LINDQVIST, Per-Arne a Bjorn UHRENIUS. On the Fe-Cu Phase Diagram. *CALPHAD*. 1980, roč. Vol.4, č. No.3, s. pp.193-200.
- [11] WALLIS, Christopher, Bruno BUCHMAYR, Michael KITZMANTEL a Elmar BRANDSTÄTTER. Additive manufacturing of Maraging steel on a copper substrate using selective laser melting. *Proceedings of the 2nd Metal Additive Manufacturing Conference (MAMC 2016)*. 2016, č. November 24-25 2016, s. 11.
- [12] LIU, Z. H., D. Q. ZHANG, S. L. SING, C. K. CHUA a L. E. LOH. Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy. *Materials Characterization*. 2014, roč. 94, s. 116–125. ISSN 10445803.
- [13] SING, S. L., L. P. LAM, D. Q. ZHANG, Z. H. LIU a C. K. CHUA. Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Intermetallic phase formation between AlSi10Mg and C18400 copper alloy. *Materials Characterization*. 2015, roč. 107, s. 220–227. ISSN 10445803.

- [14] KOČICA, Martin. *Zpracování slitin Mědi Pomocí Technologie Selective Laser Melting*. B.m., 2016. Vysoké Učení Technické v Brně.
- [15] GURÁŇ, Radoslav. *Konstrukce nanášecího systému pro zpracování dvou kovových prášků*. B.m., 2019. VUT Brno.
- [16] PALOUSEK, David, Martin KOCICA, Libor PANTELEJEV, Lenka KLAURKOVA, Ladislav CELKO, Daniel KOUTNY a Jozef KAISER. SLM process parameters development of Cu-alloy Cu7.2Ni1.8Si1Cr. *Rapid Prototyping Journal*. 2018. ISSN 13552546.
- [17] MAŠEK, Jakub, Daniel KOUTNÝ a Robert POPELA. Thermal conductivity of Cu7.2Ni1.8Si1Cr copper alloy produced via SLM and ability of thin-wall structure fabrication. In: . B.m.: Brno University of Technology, 2019, s. 119–129.
- [18] KOUTNY, Daniel, Libor PANTELEJEV, Jan TOMES a David PALOUSEK. COMPARISON OF SELECTIVE LASER MELTING OF 18NI MARAGING STEEL BY PXL AND M2 CUSING. *MM Science Journal*. 2016, roč. 2016, č. 06, s. 1590–1596. ISSN 18031269.
- [19] VALENTA, Jakub. *Tepelné zpracování maraging oceli vyrobené technologií SLM*. B.m., 2018. Vysoké Učení Technické v Brně.
- [20] BHARDWAJ, Tarun a Mukul SHUKLA. Effect of laser scanning strategies on texture , physical and mechanical properties of laser sintered maraging steel. *Materials Science & Engineering A*. 2018, roč. 734, č. June, s. 102–109. ISSN 0921-5093.
- [21] MAN, Ondřej. *Aplikace Metody Difrakce Zpětně Odražených Elektronů v Materiálovém Inženýrství*. B.m., 2010. Vysoké Učení Technické v Brně.
- [22] 3W SERWISY INFORMACYJNE. Instytut Metalurgii Żelaza im. Stanisława Staszica. *Zwick/Roell Z250 strength testing device; strength range up to 250kN*. 2019 [vid. 7. duben 2019]. Dostupné z: [https://www.imz.pl/en/news/BL___Department_of_Investigations_of_Properties/Zwick_Roell_Z250_strength_testing_device__strength/\[30,291,,\],](https://www.imz.pl/en/news/BL___Department_of_Investigations_of_Properties/Zwick_Roell_Z250_strength_testing_device__strength/[30,291,,],)

9 SEZNAM ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN

Zkratka	Význam
SLM	Selective Laser Melting
AM	Additive Manufacturing
3D	Třídídimenzionální
BC	Beam Compensation
US	Upskin
DS	Downskin
CAD	Computer Aided Design
FDM	Fused Deposition Modeling
SEM	Scanning Electron Microscopy
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
EBSD	Electron Back Scattered Diffraction
HV	Hardness Vickers

Symbol	Jednotka	Popis
E	(MPa)	modul pružnosti v tahu
R _e	(MPa)	mez pružnosti v tahu
R _m	(MPa)	mez pevnosti v tahu
K	(W·m·K ⁻¹)	tepelná vodivost
P	(W)	laser power – výkon laseru
v	(mm·s ⁻¹)	scanning speed – skenovací rychlost
d, h	(μm)	layer thickness – tloušťka vrstvy
HD	(μm)	hatch distance – vzdálenost šrafů

10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ

obr 1-1 Příklady multimateriálových těles vyrobených metodou SLM.....	13
obr 2-1 Schéma výrobního procesu metodou SLM [1].....	14
obr 2-2 Multimateriálový model vyrobený metodou Fused Deposition Melting [4].....	15
obr 2-3 Znázornění vybraných procesních parametrů [7]	16
obr 2-4 Binární fázový diagram Fe-Cu [9].....	18
obr 2-5 Vyrobená testovací tělesa s užitými rychlostmi skenování [5]	19
obr 2-6 Snímky naleptaných metalografických výbrusů ze vzorků s největším výskytem trhlin (vlevo) a nejnižším výskytem trhlin (vpravo) [5].....	20
obr 2-7 Lomová plocha tahových těles po materiálovém testování [5].....	20
obr 2-8 Testovací tělesa; a) kvádry pro metalografickou analýzu, b) tahová tělíska, c) bimetalová tělesa pro zkoušku zatížení smykem, d) tělesa pro zkoušku zatížení smykem vyrobená z maraging oceli [11].....	22
obr 2-9 Snímky materiálového rozhraní získané pomocí světelné mikroskopie pro jednotlivé sady procesních parametrů; a) set 1, b) set 2, c) set 3, d) set 4, e) set 5, f) set 6 [11]	22
obr 2-10 SEM snímek materiálového přechodu Maraging ocel/Cu [11]	23
obr 2-11 a) SEM snímek, b-e) EDS analýza jednotlivých prvků obsažených v oceli na rozhraní kovů, f) rozložení bodů snímaných metodou EDS, g) rozložení Fe, Cu, Ni a Mo v závislosti na vzdálenosti od rozhraní [11]	23
obr 2-12 Výsledky EBSD analýzy; a) martenzit, b) orientace zrn mědi, c) legenda ukazující barvy náležící jednotlivým orientacím zrn materiálu [11]	24
obr 2-13 vlevo: vzorek tahové zkoušky po ukončení testu, šipky znázorňují oblasti plastické deformace mědi; vpravo: výsledek testu smykového namáhání bimetalického vzorku (a) a referenčního ocelového vzorku (d) [11]	25
obr 2-14 Vyrobená testovací tělesa z 316L a C18400; (a) mřížkovité kupony, (b) bimetalové bloky, (c) boční profil bimetalových bloků bez známek delaminace, (d) hotová tahová testovací tělesa [12]	26
obr 2-15 Vybroušené a vyleštěné materiálové rozhraní; (a) přechodová oblast, (b) poruchy na rozhraní materiálů, (c) mikrostruktura oceli, (d) mikrostruktura měděné slitiny [12] ..	27
obr 2-16 EDS analýza rozhraní L316/Cu [12].....	28
obr 2-17 EDS analýza při větším zvětšení směsi ocel/Cu na rozhraní [12]	28

obr 2-18 Tahová tělesa po provedení zkoušky; (a) bimetalická, (b) čistá ocel 316L, (c) čistá C18400 [12]	29
obr 2-19 Detail přetržených bimetalových tahových těles [12]	30
obr 2-20 Deformovaný vzorek kombinace Fe/hliníková slitina [5]	31
obr 2-21 Cu-Al vzorky s deformovanou měděnou vrstvou [5]	32
obr 2-22 FIB analýza materiálového rozhraní Al/Cu a přiblížení intermetalické fáze Al ₂ Cu [13]	33
obr 2-23 Výsledky tahové zkoušky Al/Cu a referenčních vzorků [13]	34
obr 4-1 Diagram postupu řešení	39
obr 4-2 Stavební komora SLM 280 HL [14]	40
obr 4-3 Demonstrace nanášení multimateriálové vrstvy v komoře tiskárny SLM 280HL pomocí experimentálního zařízení [15].....	41
obr 4-4 Metalurgický prášek slitiny na bázi mědi Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr	42
obr 4-5 Rozměry těles pro tahovou zkoušku	45
obr 4-6 DOE Experimentu H1	46
obr 4-7 DOE Experimentu H2	47
obr 4-8 Schéma orientace polotovarů pro výrobu tahových těles.....	49
obr 4-9 Členění skenovací strategie v rámci jedné vrstvy	50
obr 4-10 Ilustrace CAD dat pro výrobu vzorků s ostrým vertikálním rozhraním	51
obr 4-11 Vizualizace parametru Beam compensation (BC), pohled shora na platformu; a) BC je roven poloměru MP, b) BC = 0, dochází k přesahu meltpoolu za hranice CAD modelu	51
obr 4-12 Schéma typů rozhraní, h – výška nanesené vrstvy	52
obr 4-13 Rozložení vzorků na platformě pro experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli.	55
obr 5-1 Vzorky Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr-Maraging ocel po dokončení stavby a vyčištění komory stroje	58
obr 5-2 Vyrobené vzorky experimentu Maraging ocel-Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr	59
obr 5-3 Vyrobený vzorek pro tahovou zkoušku.....	59
obr 5-4 Design Of Experiment pro Experiment H1 (Cu _{7.2} Ni _{1.8} Si ₁ Cr-Maraging ocel) ..	60
obr 5-5 Vzorek A1B6 s vizuálně nejmenším množstvím porozity (vlevo) a B2A3. s vizuálně největším množstvím porozity (vpravo) v oblasti Maraging oceli (1. rovina výbrusu)	61

obr 5-6 Vyhodnocení relativní hustoty – Maraging ocel.....	62
obr 5-7 Závislost relativní hustoty na hustotě energie pro Maraging ocel	63
obr 5-8 Závislost relativní hustoty na výkonu laseru Maraging oceli	63
obr 5-9 Závislost relativní hustoty na rychlosti skenování Maraging oceli.....	64
obr 5-10 Detail rozhraní, vzorek A1B6	65
obr 5-11 Typy defektů na rozhraní (řez 1); vertikální praskliny (vlevo nahoře), horizontální praskliny (vpravo nahoře), praskliny bez dominantního směru šíření (vlevo dole), rozhraní s minimem výrazných defektů (vpravo dole).....	66
obr 5-12 Detail rozhraní materiálů, řez 1, vzorek A1B7	66
obr 5-13 DOE Experimentu H2 (Maraging ocel-Cu7.2Ni1.8Si1Cr; upskin/downskin) ...	67
obr 5-14 Porovnání přechodové oblasti při pořadí materiálů slitina mědi-Maraging ocel (vlevo) a Maraging ocel-slitina mědi (vpravo). Kombinace PP B1A1	68
obr 5-15 Vzorek B7A4. Obě části vzorku byly vyráběny stejnými PP	69
obr 5-16 Porovnání hraniční oblasti vzorků B1A3 (vlevo) a B1U3A3 (vpravo)	70
obr 5-17 Změna zabarvení při aplikaci DS, vzorek B1D2A3	70
obr 5-18 SEM snímek rozhraní (200x zvětšení) vzorků A3B1 (a) a B1A3 (b). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou	72
obr 5-19 SEM snímek rozhraní (400x zvětšení) vzorků A3B1 (a) a B1A3 (b). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Modré šipky značí místa mikrotrhlin. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou	72
obr 5-20 SEM snímek rozhraní (200x zvětšení) vzorků A3B7 (a) a B7A3 (b). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou	73
obr 5-21 SEM snímek rozhraní vzorku B7A3 (800x zvětšení). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Modré šipky značí místa mikrotrhlin. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou	74
obr 5-22 SEM snímek rozhraní vzorku B1D1A3; (a) Zřetelně viditelné tracky laseru na rozhraní; (b) Detail rozhraní. Červená šipka znázorňuje směr stavby. Maraging ocel je zobrazena tmavší barvou.....	74
obr 5-23 Výchozí SEM snímek (a) a EDS mapy rozhraní: kombinovaná (b) a mapy významných prvků (c-i)). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Vzorek A3B7.	75
obr 5-24 Výchozí SEM snímek (a) a EDS mapy rozhraní: kombinovaná (b) a mapy dominantních prvků (c) Fe, d) Cu). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Modré šipky značí místa mikrotrhlin. Vzorek B7A3.	76

obr 5-25 Znázornění jedné z oblastí liniové EDS analýzy, a) vzorek A3B7, b) vzorek B7A3. Pro každý vzorek byla provedena 4 znázorněná měření. Červená šipka značí směr stavby vzorku	77
obr 5-26 Závislost hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) při různém pořadí materiálů při výrobě	77
obr 5-27 Výchozí SEM snímek (a) a EDS mapy rozhraní: kombinovaná (b) a mapy dominantních prvků (c) Fe, d) Cu). Červená šipka znázorňuje směr stavby. Vzorek B1D1A3.	78
obr 5-28 IPF mapa rozhraní pro vzorky a) A3B1, b) B1A3. Legenda zobrazuje orientaci zrn vzhledem k normále (ND, normal direction) pro železo c) a měď d). Bílá šipka znázorňuje směr stavby	79
obr 5-29 Měření tvrdosti dle Vickerse (HV 0,05)	81
obr 5-30 Závislost napětí na přetvoření pro tahové vzorky s horizontálním rozhraním ...	82
obr 5-31 Zvýrazněná trhлина v blízkosti rozhraní, vzorek H3_T3_3	82
obr 5-32 Optimalizace vzdálenosti drah trysky pro Maraging ocel	84
obr 5-33 Snímek naneseného kalibračního rámečku pro určení nulového bodu souřadnicového systému (vpravo) a nanesení testovací vrstvy (vlevo). Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry.	85
obr 5-34 Experiment V1 – Proof of Concept, vyrobené vzorky s ostrým rozhraním (a) a snímek výbrusu vzorku V1_2 (b). Červená šipka značí směr stavby, modrá šipka značí místo trhliny.....	86
obr 5-35 Vybrané sety PP pro slitinu mědi na základě experimentu V2, Vzorek V2_S09 (a) a V2_S18 (b)	87
obr 5-36 Vyrobené vzorky Experimentu V3. Vzorky V3_1 – V3_4 mají ostré rozhraní, Vzorky V3_5 – V3_8 mají rozhraní powder blend. Černá šipka znázorňuje směr proudění inertní atmosféry.....	88
obr 5-37 Porovnání kvality před (vzorek V1_2) a po (V3_4) optimalizaci PP a metodologie výroby měděné slitiny pro vertikální rozhraní. Modrá šipka značí místo trhliny	88
obr 5-38 Vzorky V3_4 (a) a V3_8 (b) v leptaném stavu. Červená čerchovaná čára značí osu rozhraní powder blend	89
obr 5-39 Optimalizace nanášecí strategie: a) Maraging ocel nanášena jako první v každé vrstvě má za následek nesymetrické rozhraní b) alterace pořadí nanášených materiálů a optimalizace polohy osy rozhraní. h značí šířku vrstvy (0,05 mm).....	90
obr 5-40 Vizualizace vlivu parametru Beam Compensation a) PP B1; b) PP B1_BC0....	90

obr 5-41 Vyrobené vzorky Experimentu V4. Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry	92
obr 5-42 Snímky metalografických výbrusů vzorků pro výzkum skenovací strategie; a) V4_02 (remelting 1x), b) V4_03 (aplikován pouze hatch), c) V4_04 (stripe II), d) V4_05 (2x border+FC+H). Část Maraging oceli je vždy na levé straně snímku	93
obr 5-43 Screening PP Maraging oceli při zpracování nízkým výkonem a nízkou skenovací rychlostí; vzorky V4_06 (a), V4_07 (b), V4_08 (c) a V4_09 (d). Část Maraging oceli je vždy na pravé straně snímku	94
obr 5-44 Vývoj vzdálenosti trhlin od rozhraní u vzorků z Experimentu V4.	95
obr 5-45 Metalografické výbrusy vzorku V4_01 tvořeného čistou mědí v rovinách R1 (a), R2 (b) a R3 (c). Modré šipky značí místa trhlin. Prášek slitiny mědi byl nanesen na pravé straně vzorku	95
obr 5-46 Vyrobené multimateriálové vzorky; Experiment V5 – Proof of Concept 3. Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry.....	96
obr 5-47 a) Vzorky Experimentu V5 po dokončení stavby, červeně je označena rovina a směr pohledu výbrusů vzorků V5_01 (b) a 07 (c). U vzorků byly použity totožné PP. Černá šipka značí směr proudění inertní atmosféry.....	97
obr 5-48 Rozlomené tahové těleso po odřezání od platformy (a) a detail lomu (b). Červená čára znázorňuje osu rozhraní.	98
obr 5-49 Orientace a poloha jedné z liniových analýz vzorku V5_01.....	100
obr 5-50 Závislost hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) vzorků V5_01 a V5_07. Pro názornost je graf proložen výchozím snímek pro liniové EDS analýzy....	100
obr 5-51 Závislost hmotnostního zastoupení dominantních prvků (Fe, Cu) Vzorek V4_07. Pro názornost je graf proložen výchozím snímek pro liniové EDS analýzy	101
obr 5-52 Měření tvrdosti dle Vickerse (HV 0,05) – studium vlivu typu rozhraní. Nulový bod značí osu pásma výskytu trhlin	102

11 SEZNAM TABULEK

tab. 1 Vybrané materiálové kombinace, metody výroby (FDM – Fused Deposition Modeling, LC – Laser Consolidation, LENS – Laser Engineered Net Shaping, LMD – Laser Metal Deposition, DED – Direct Energy Deposition) a změna vlastností vzorku po spojení [8]	17
tab. 2 Použité procesní parametry pro tisk Fe-Cu [5]	19
tab. 3 Varianty procesních parametrů pro výrobu maraging oceli metodou SLM [11]	21
tab. 4 Procesní parametry pro zpracování 316L a C18400 [12]	26
tab. 5 Procesní parametry pro zpracování AlSi10Mg a C18400 [13]	33
tab. 6 Zastoupení významných prvků v metalurgickém prášku Cu7.2Ni1.8Si1Cr	42
tab. 7 Výchozí procesní parametry pro slitinu Cu7.2Ni1.8SiCr	43
tab. 8 Chemické složení Maraging oceli (1.2709) [19]	43
tab. 9 Výchozí procesní parametry pro Maraging ocel	43
tab. 10 Shrnutí procesních parametrů (PP), B – Maraging ocel, A – Slitina mědi, U – PP upskin, D – PP downskin	48
tab. 11 Hodnoty PP použité v experimentu V1 – Proof of concept	52
tab. 12 Shrnutí PP pro měděno slitinu pro experiment V2 – Screening Cu7.2Ni1.8Si1Cr	53
tab. 13 DOE Experimentu V3 – Proof of Concept 2	54
tab. 14 Seznam použitých PP, experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli	56
tab. 15 PP použité v Experimentu V5 – Proof of Concept 3	57
tab. 16 Průměrná relativní hustota jednotlivých setů procesních parametrů pro Cu7.2Ni1.8Si1Cr	60
tab. 17 Průměrná relativní hustota jednotlivých setů procesních parametrů pro Maraging ocel	61
tab. 18 Rekapitulace PP vzorků podrobených detailní analýze	71
tab. 19 PP použité pro výrobu tahových těles s horizontálním rozhraním	81
tab. 20 Výsledky tahové zkoušky – mez pevnosti Rm a modul pružnosti v tahu E	83
tab. 21 Shrnutí počátečních parametrů nanášecího zařízení	84
tab. 22 Seznam použitých PP, experiment V4 – Optimalizace PP Maraging oceli	92
tab. 23 Výsledky měření průměrné relativní hustoty pro vzorky V5_03-06	96

tab. 24 Shrnutí PP pro výrobu Maraging oceli u vzorků s vertikálním rozhraním, které byly podrobeny EDS analýze.....	99
tab. 25 Optimální PP pro výrobu horizontálního MM rozhraní	107
tab. 26 Optimální PP pro výrobu vertikálního MM rozhraní	108

12 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha A: Použité materiály

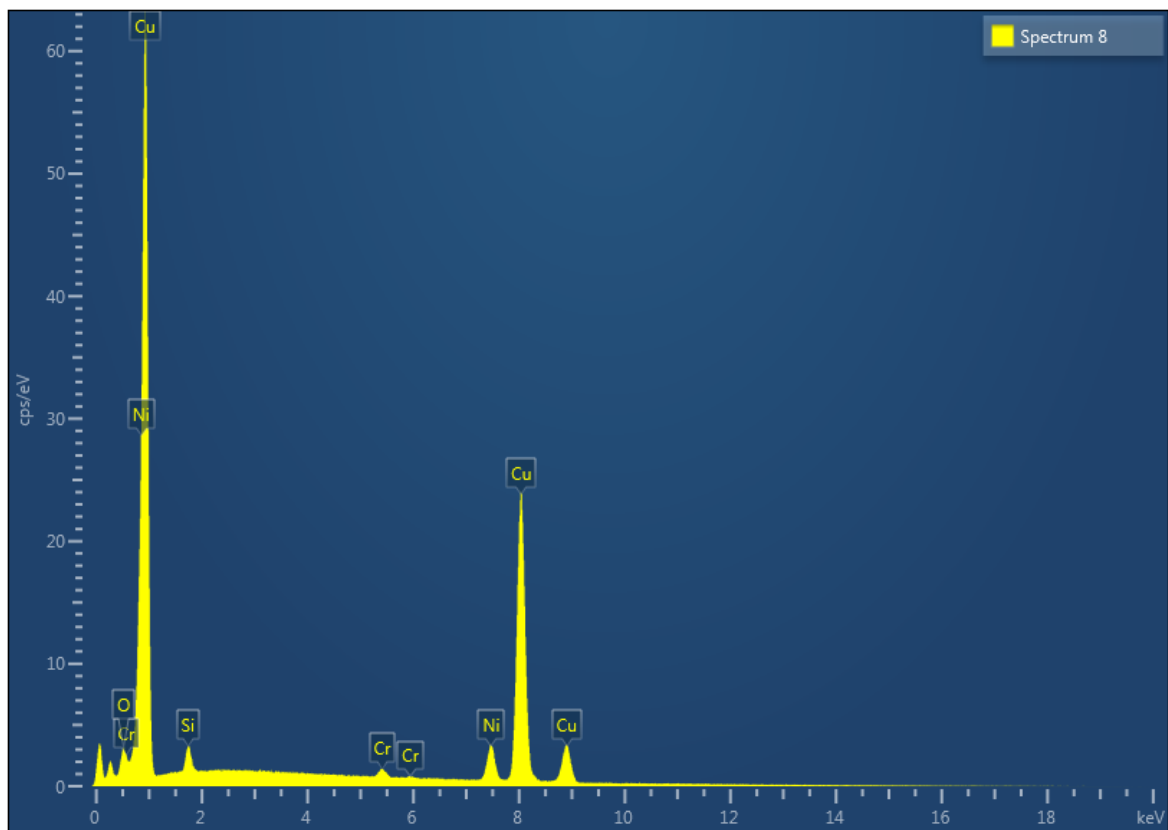
Příloha B: Liniové EDS analýzy – Horizontální rozhraní

Příloha C: Liniové EDS analýzy – Vertikální rozhraní

13 PŘÍLOHY

13.1 Příloha A: Použité materiály

13.1.1 Slitina mědi Cu7.2Ni1.8Si1Cr



Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %
O	K series	2,05	0,0069	1,89	0,18	6,9
Si	K series	1,03	0,00819	2	0,05	4,15
Cr	K series	0,98	0,0098	0,92	0,04	1,03
Ni	K series	8,54	0,08537	8,38	0,1	8,32
Cu	K series	84,44	0,84442	86,81	0,2	79,6
Total:				100		100

13.1.2 Maraging ocel (1.2709)

Analysis Certificate Powder Material



Material

Material: 1.2709 / A646 M300
Batch No.: 2016000540

Atomize Gas: -
Particle Shape: Spherical
Particle Size: 10 - 45 μm
Apparent Density: 4,10 g/cm^3

Flowability^[1,2]

Powder Temp.: 21,0 °C
69,8 F
Air Humidity: 58,0 %RH
Relative Humidity: 8,6 %RH

Weight: 232,0 g
0,5 lb
Processing Time: 33,0 s
Filter Hopper SN: 106-PM-SLM-QM

Chemical Analysis^[3]

Element	Minimum [wt%]	Actual [wt%]	Maximum [wt%]
Fe	Balance	Balance	Balance
Al	0.05	0.08	0.15
C	-	0.00	0.03
Co	8.50	9.19	9.50
Mn	-	0.02	0.10
Mo	4.70	4.76	5.20
Ni	18.00	18.35	19.00
P	-	0.00	0.01
S	-	0.00	0.01
Si	-	0.05	0.10
Ti	0.50	0.66	0.80

Grain Shape^[4]

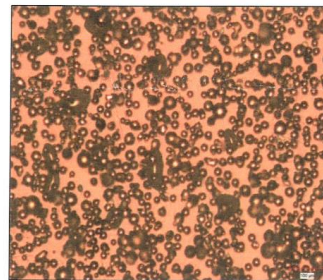


Fig. Grain shape with 100x-magnification [SLM].

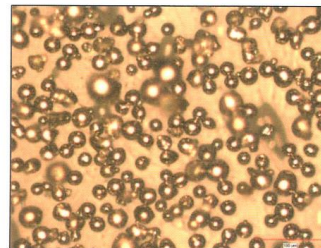


Fig. Grain shape with 200x-magnification [SLM].

SLM Solutions GmbH Printed in Germany. We reserve the right to alter technical specifications without prior notice. Änderungen und Irrtümer vorbehalten.

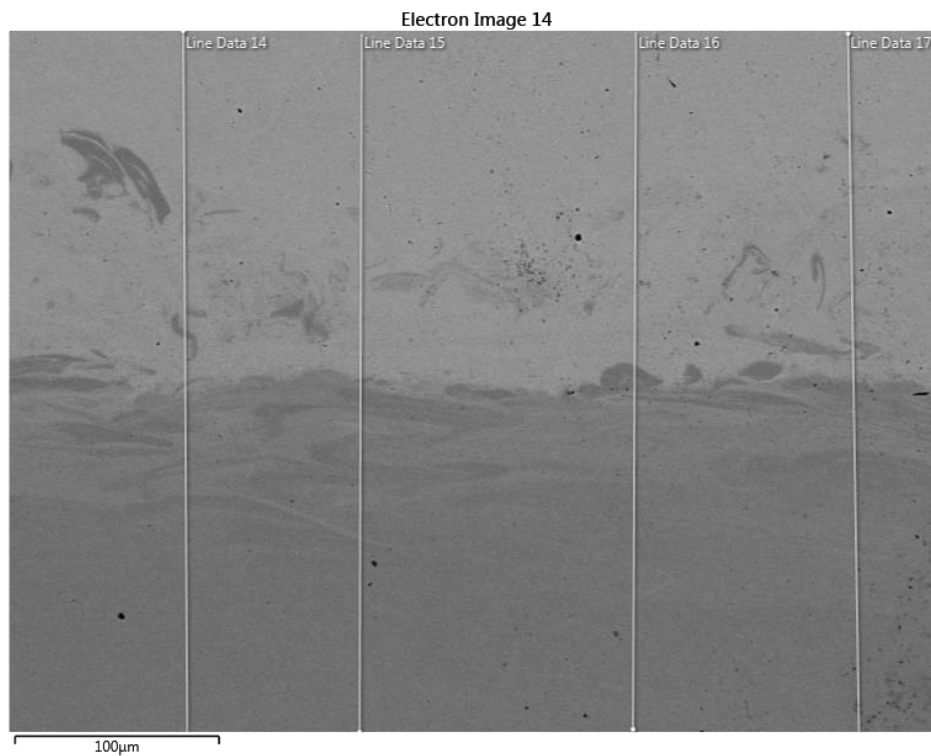
SLM Solutions GmbH
Roggenhorster Straße 9c
D-23556 Lübeck
Germany

Telephone: +49(0)451 16082-0
Fax: +49(0)451 16082-250
E-Mail: info@slm-solutions.com
Internet: www.slm-solutions.com

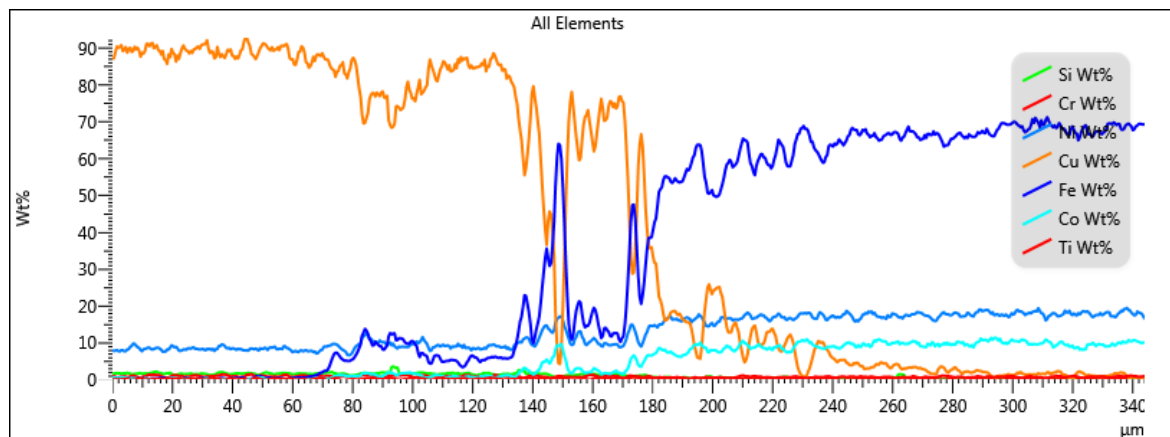
Commerzbank AG (BLZ 230 400 22) 19 397 900
Deutsche Bank AG (BLZ 230 707 10) 0 359 000
Dresdner Bank AG (BLZ 230 800 40) 3 506 666
VAT-ID: DE 814 772 548

13.2 Příloha B: Liniové EDS analýzy – Horizontální rozhraní

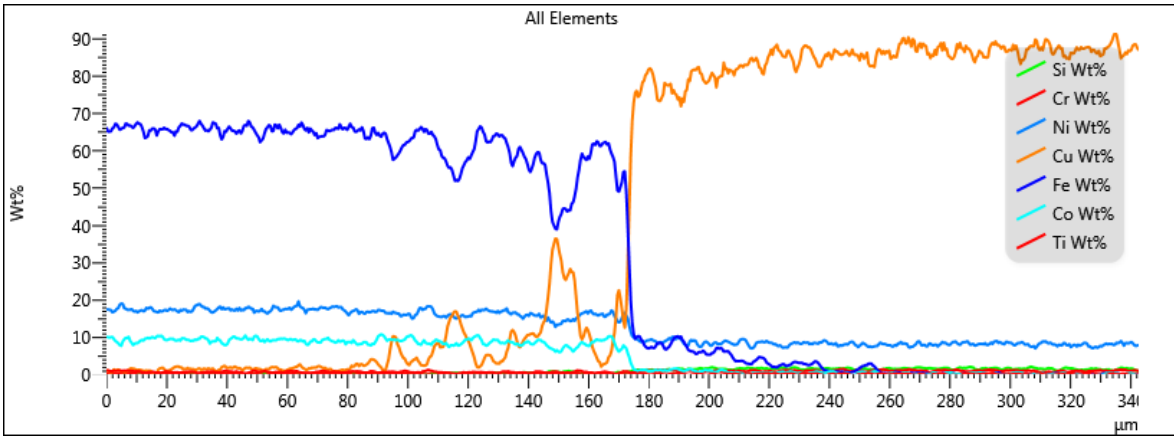
Vzorek A3B1



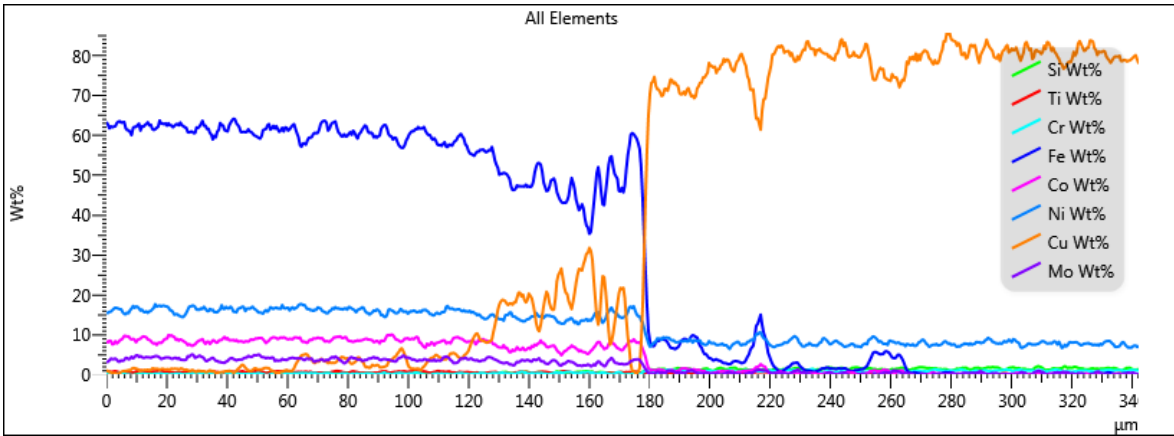
Line 14



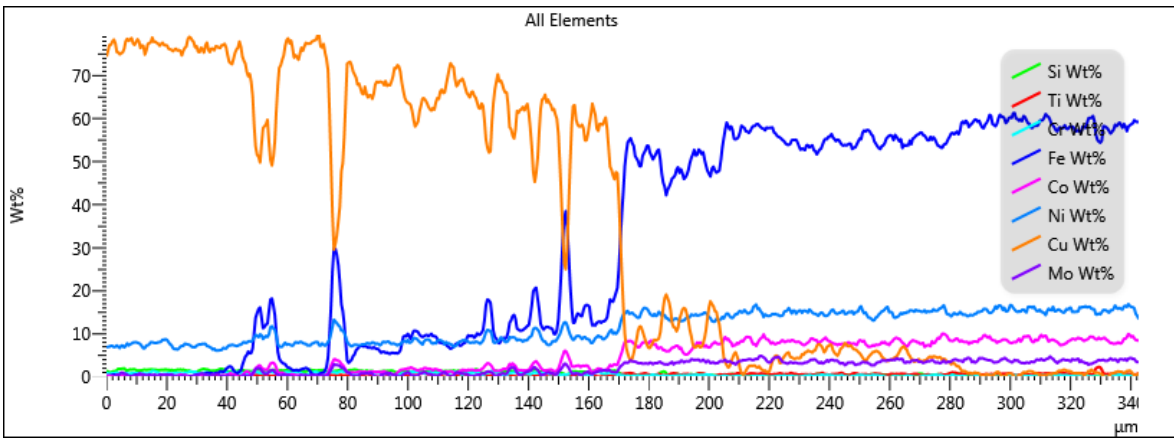
Line 15



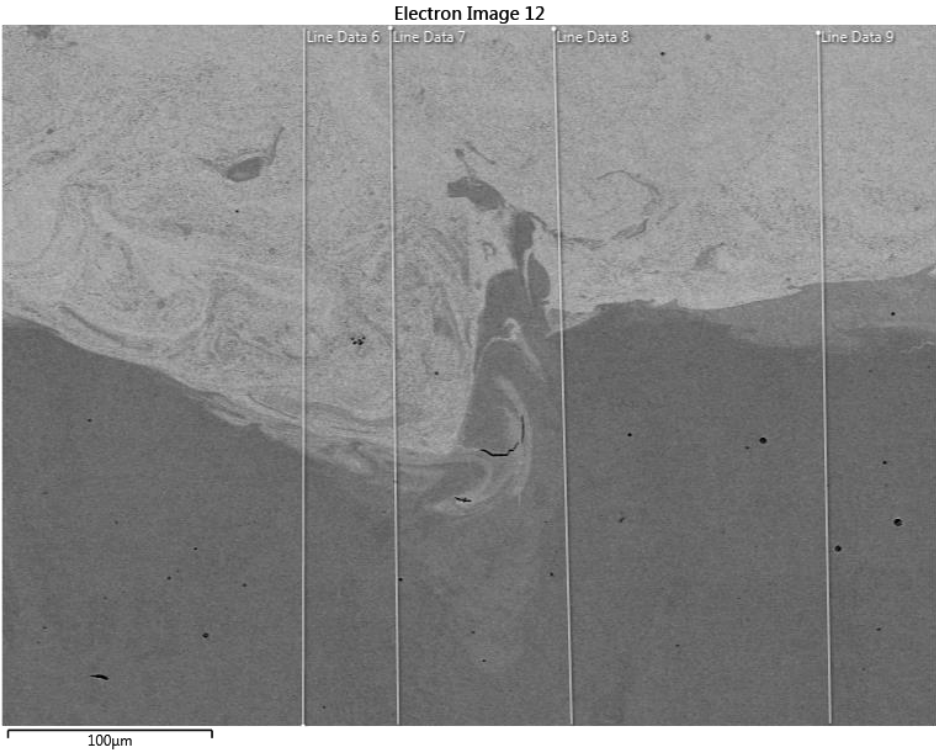
Line 16



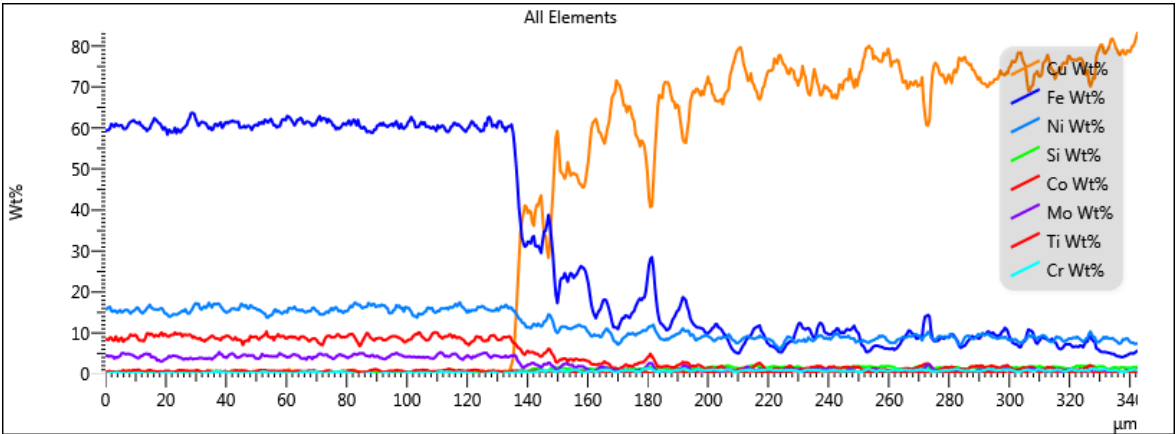
Line 17



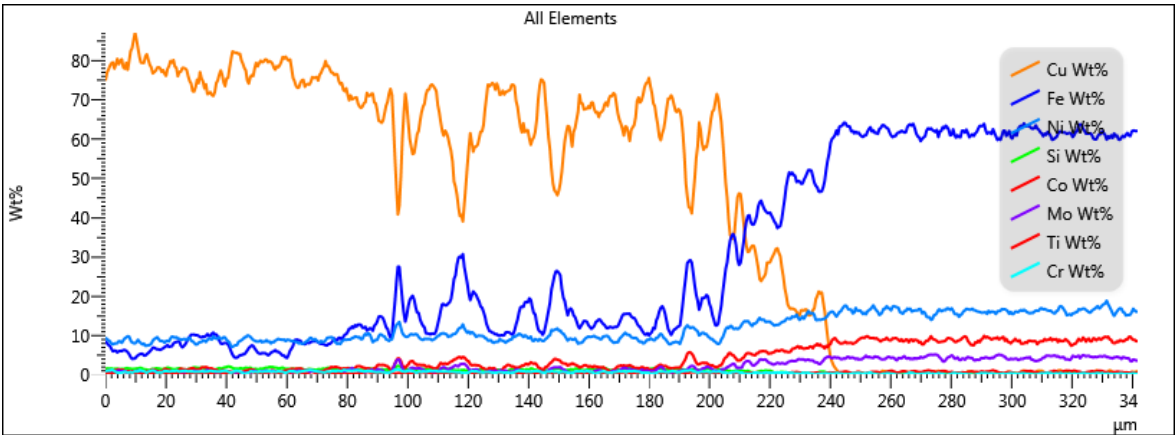
Vzorek B1A3



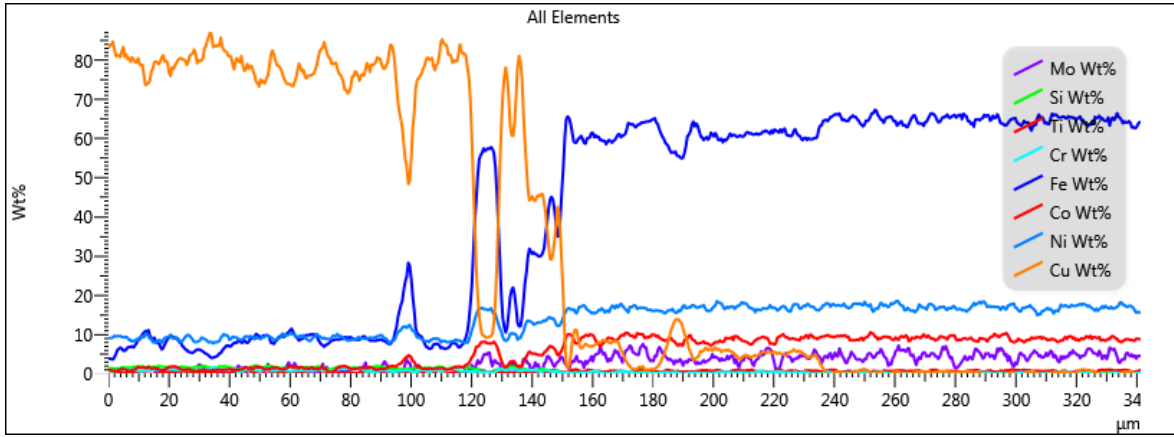
Line 6



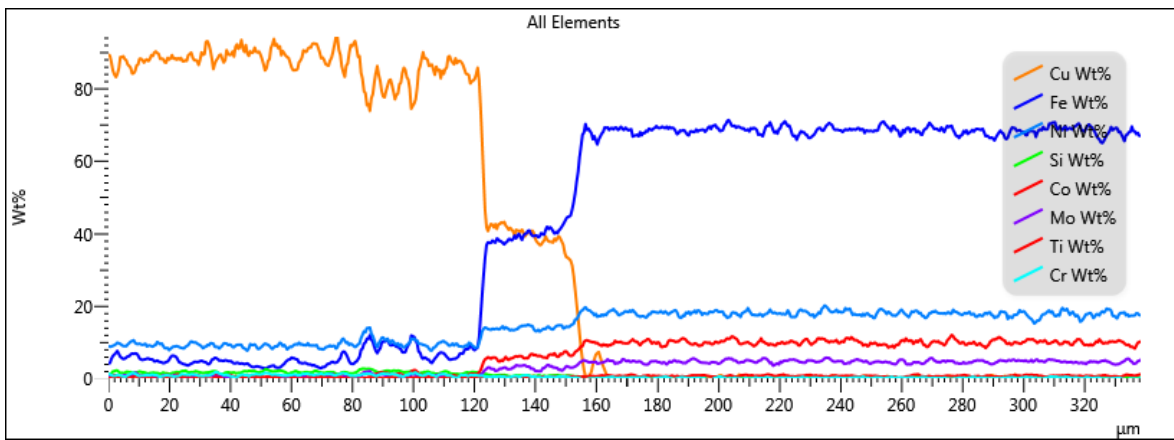
Line 7



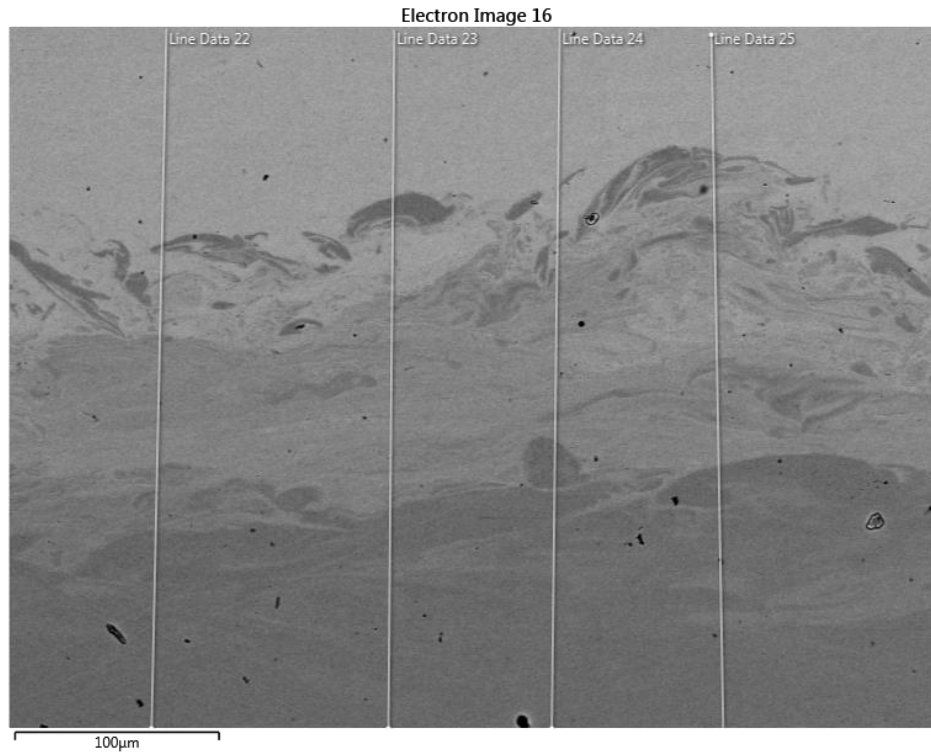
Line 8



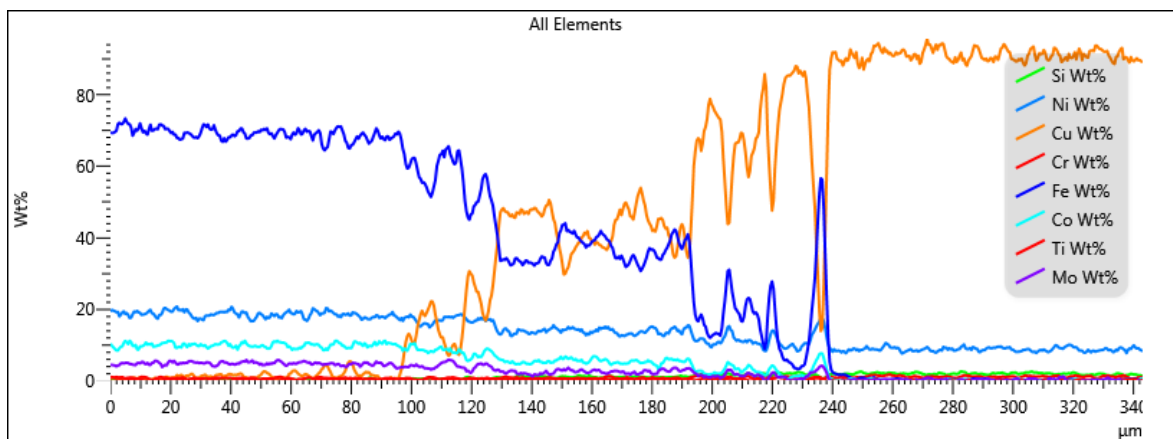
Line 9



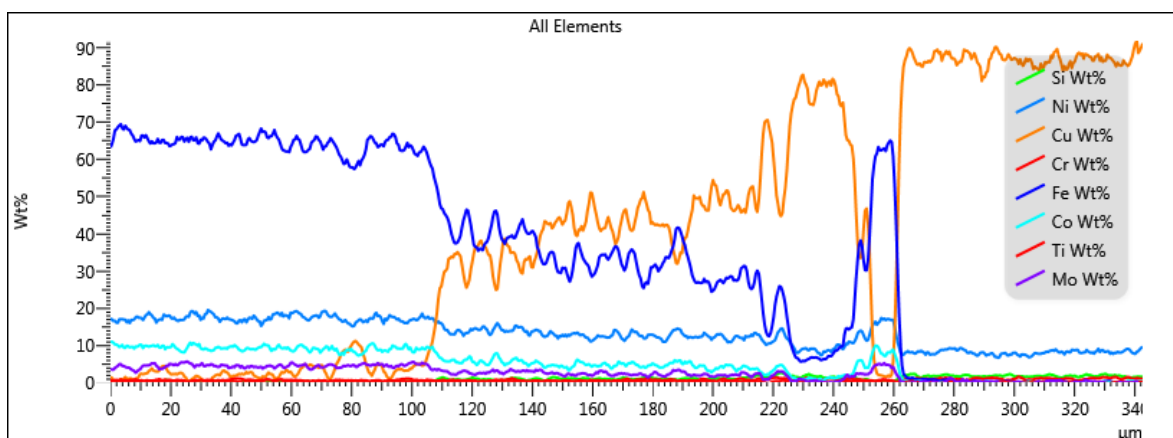
Vzorek A3B7



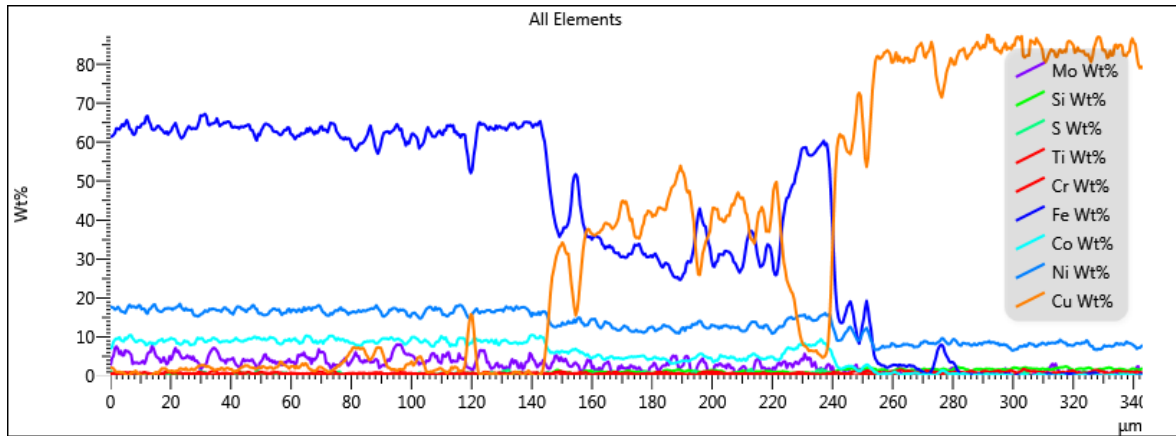
Line 22



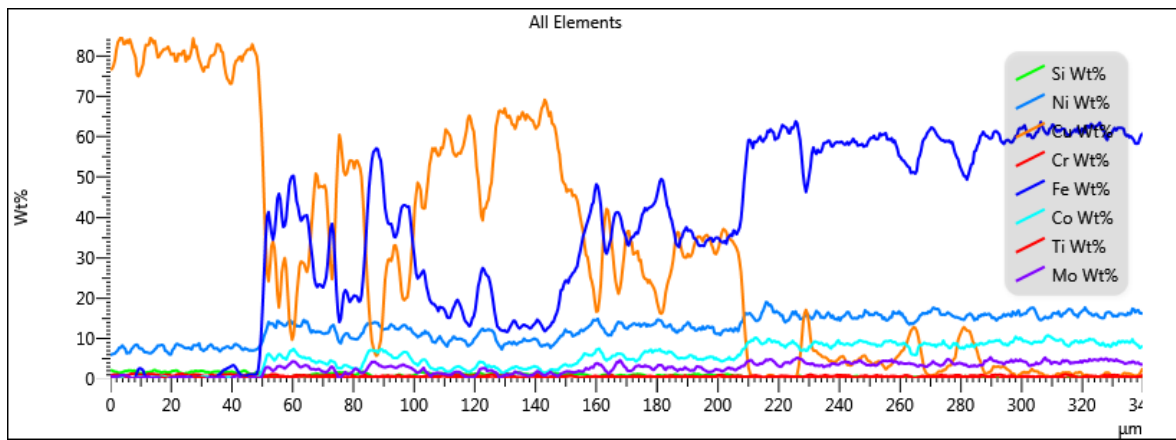
Line 23



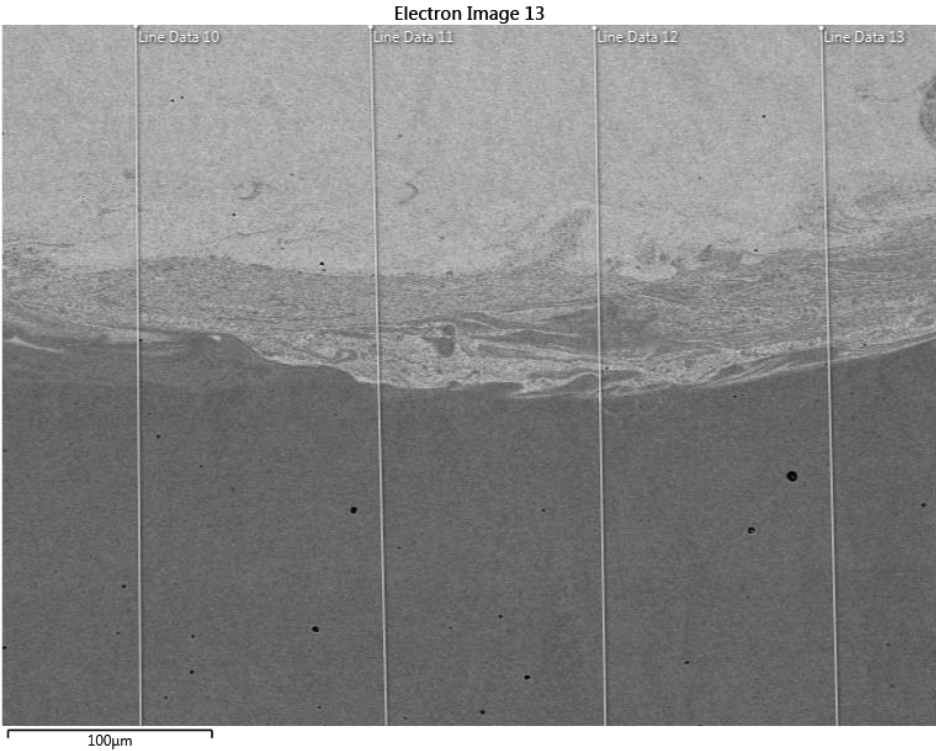
Line 24



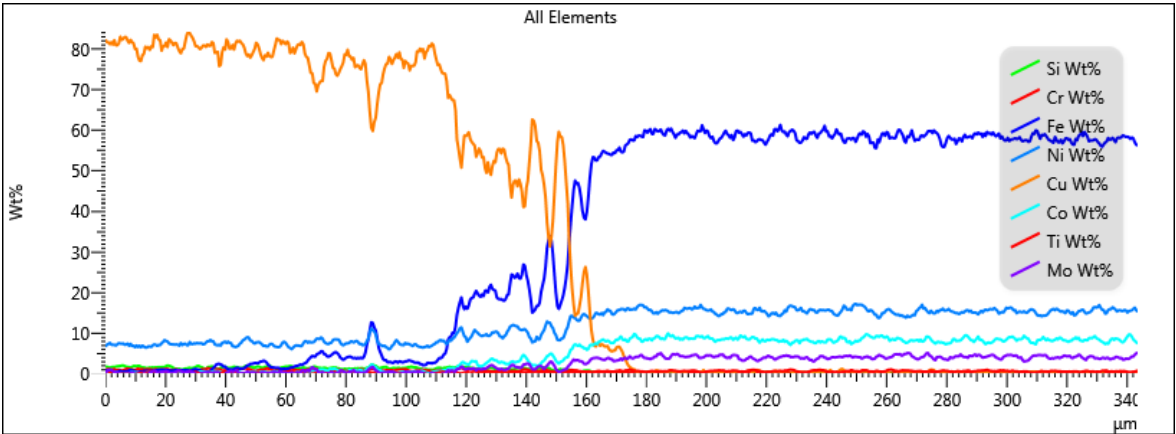
Line 25



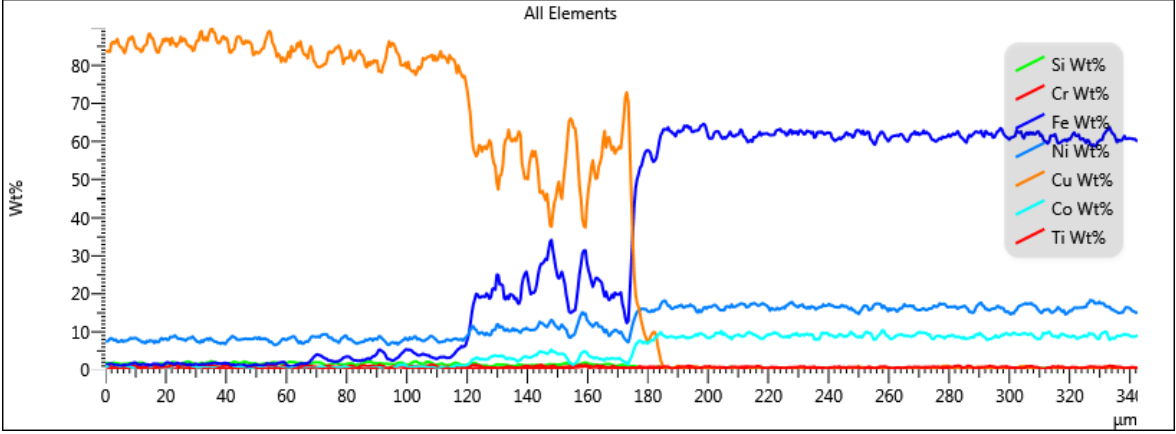
Vzorek B7A3



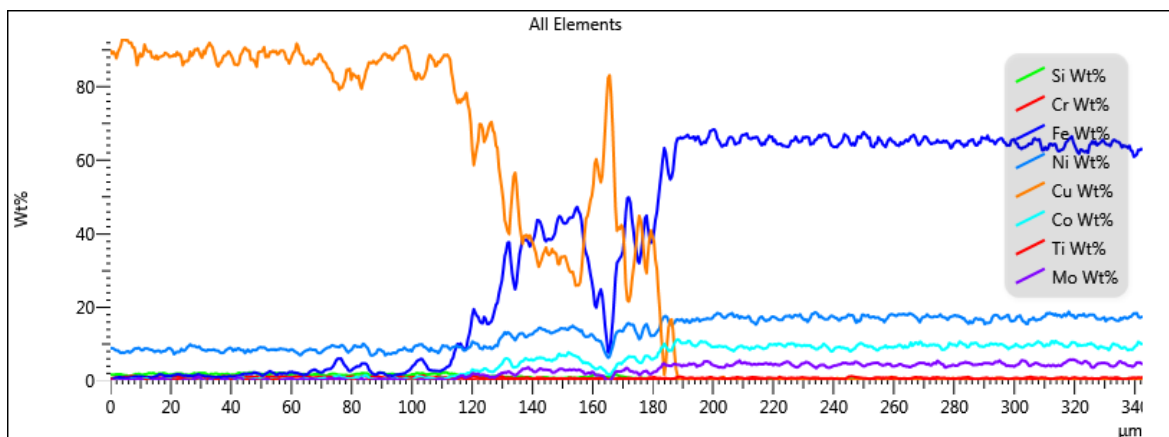
Line 10



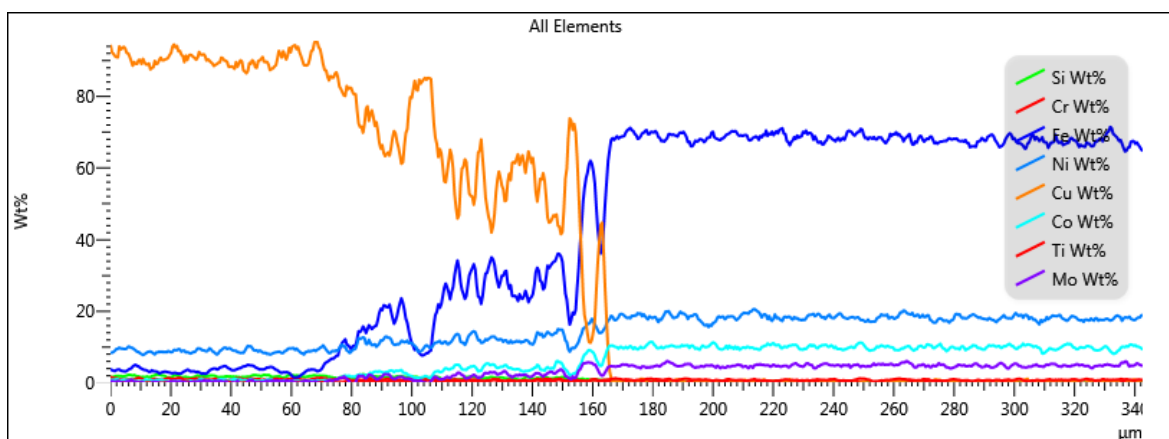
Line 11



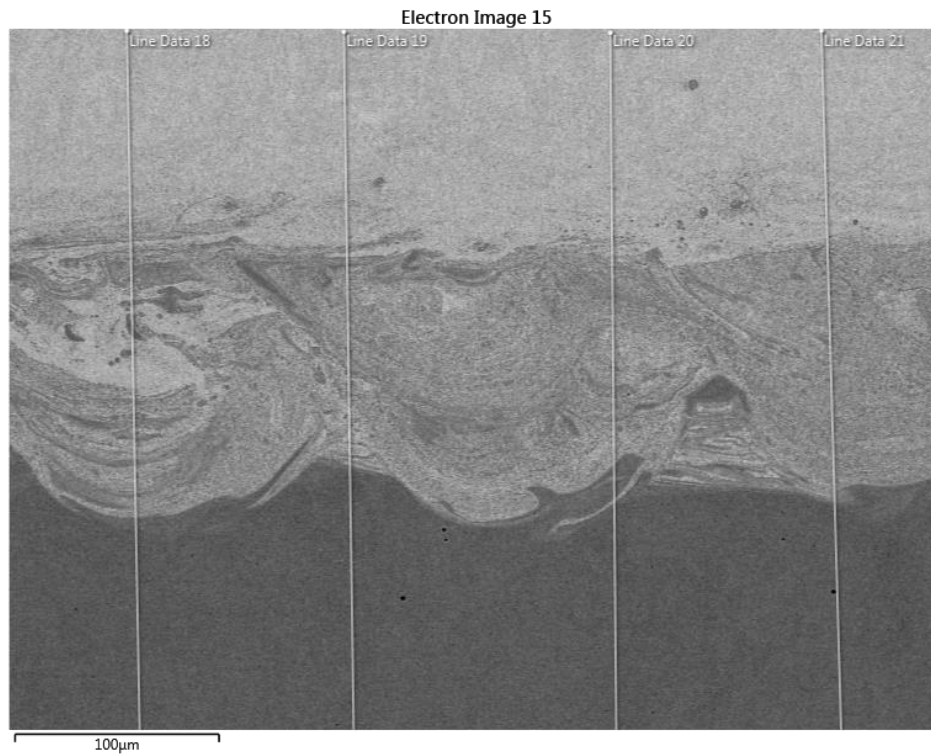
Line 12



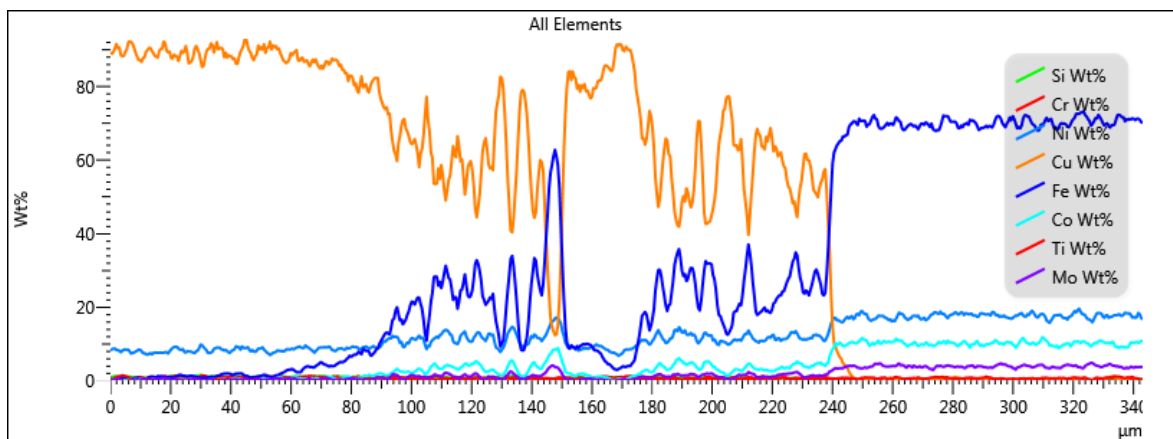
Line 13



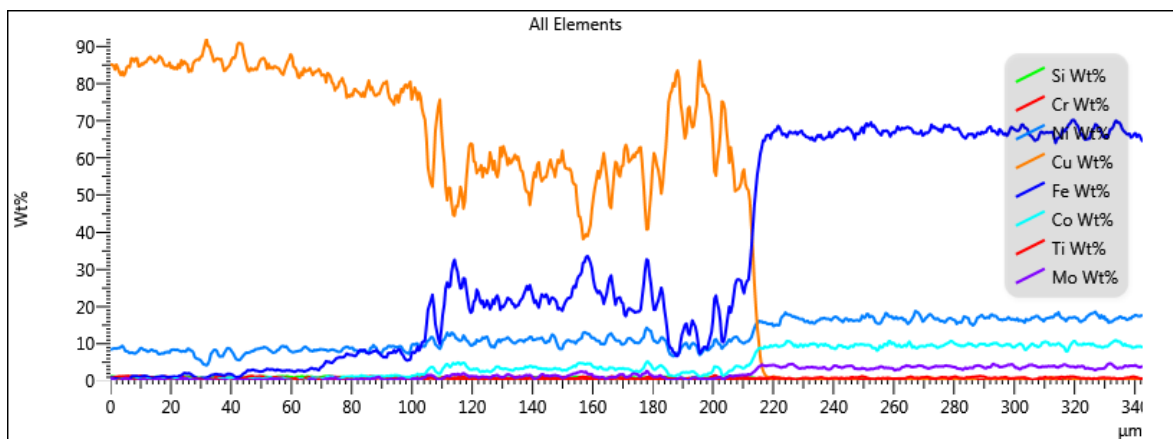
Vzorek B1D1A3



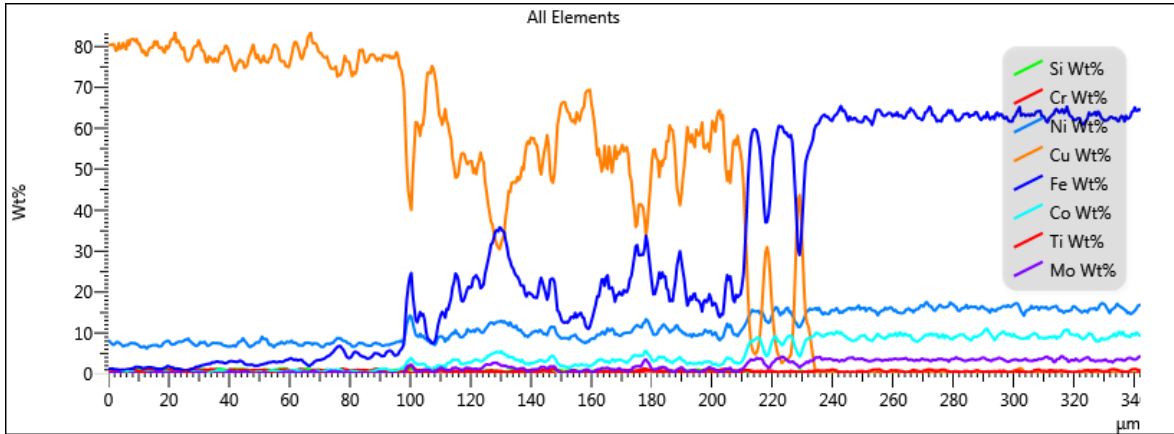
Line 18



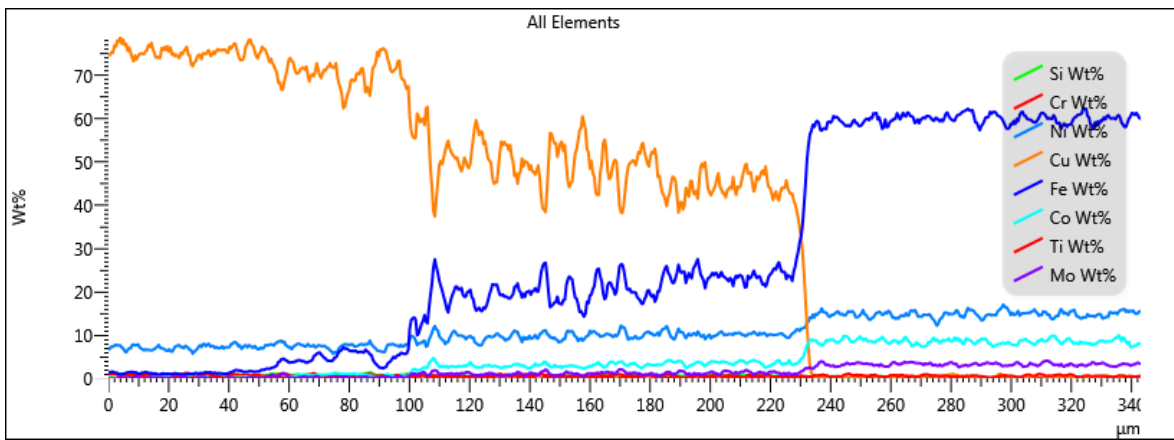
Line 19



Line 20

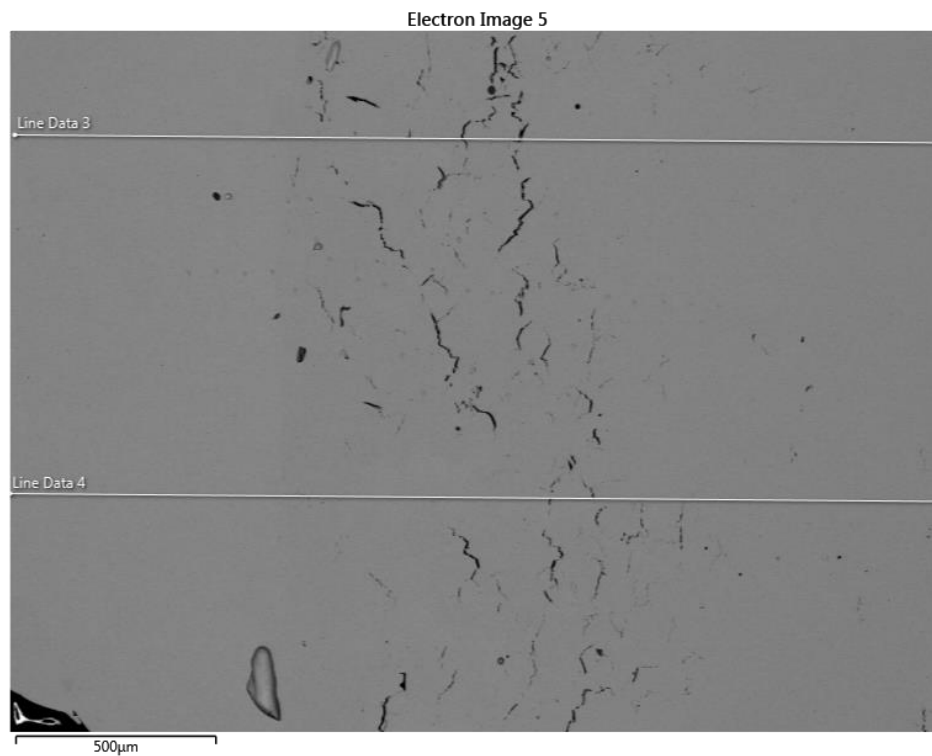


Line 21

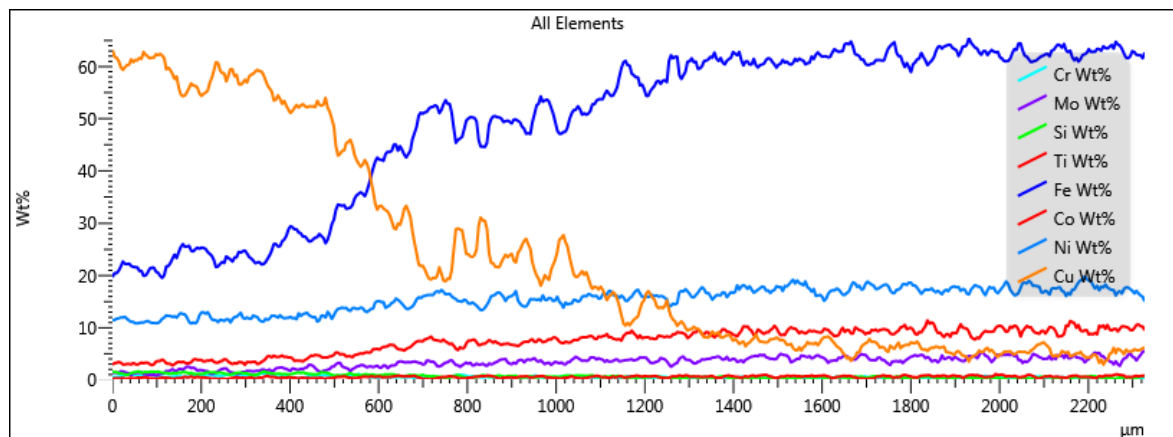


13.3 Příloha C: Liniové EDS analýzy – Vertikální rozhraní

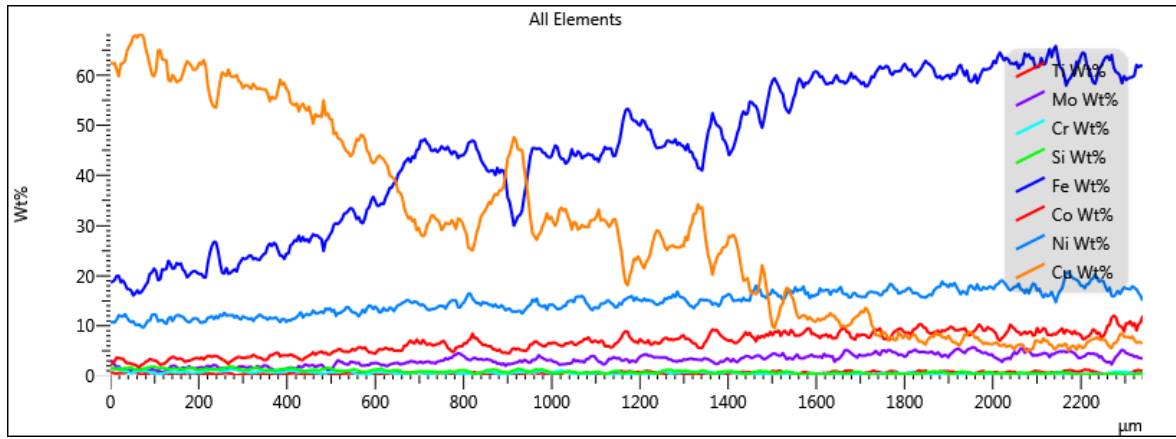
Vzorek V2_02

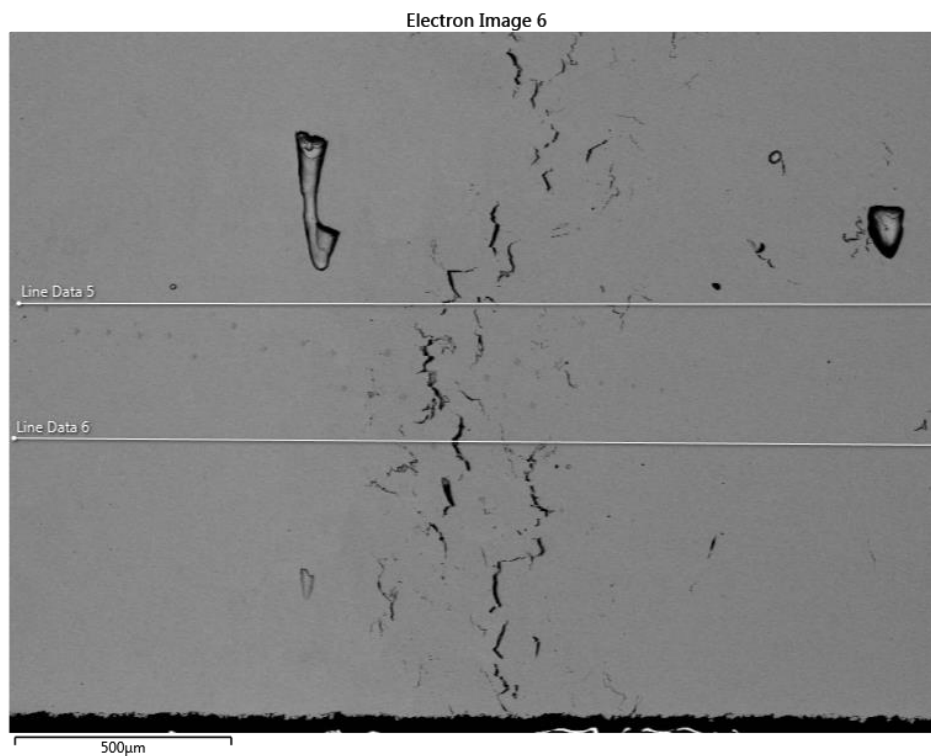


Line 3

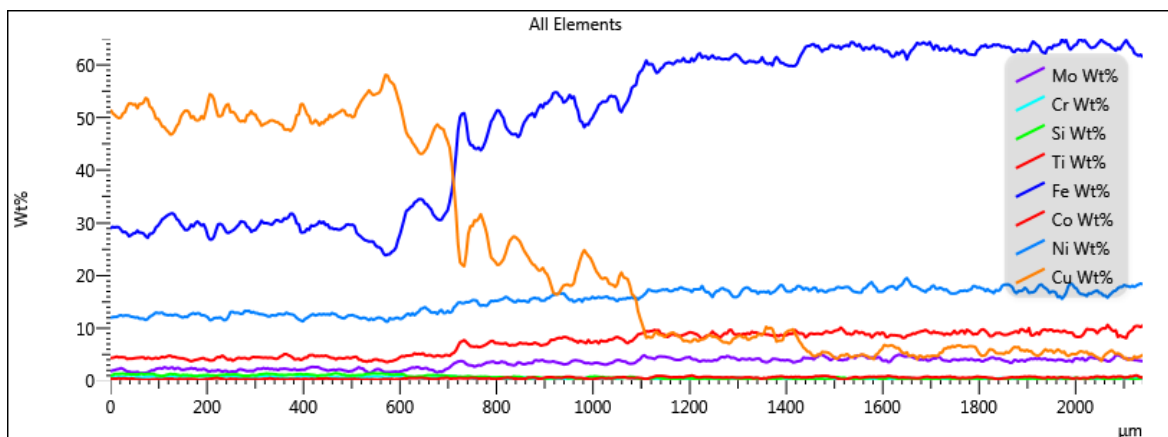


Line 4

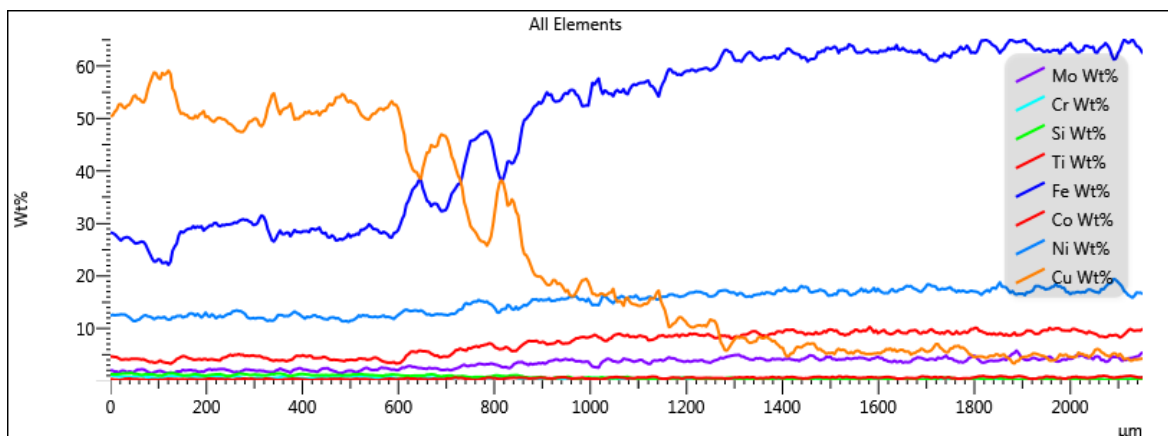




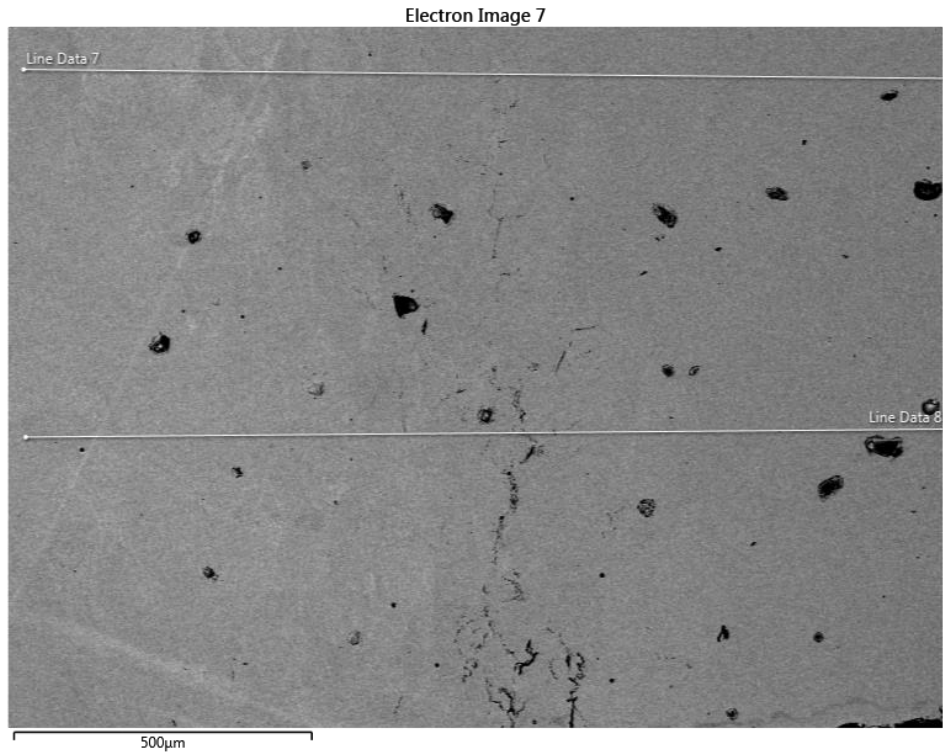
Line 5



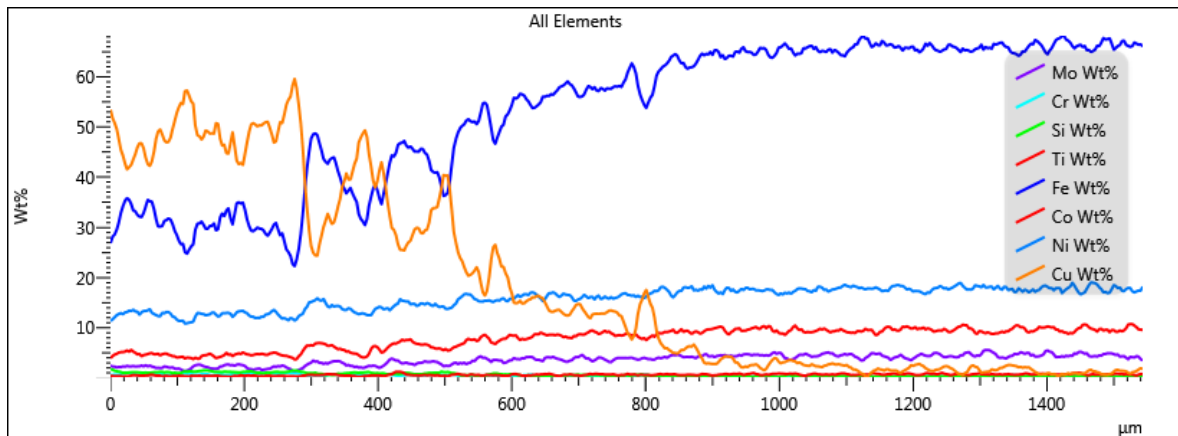
Line 6



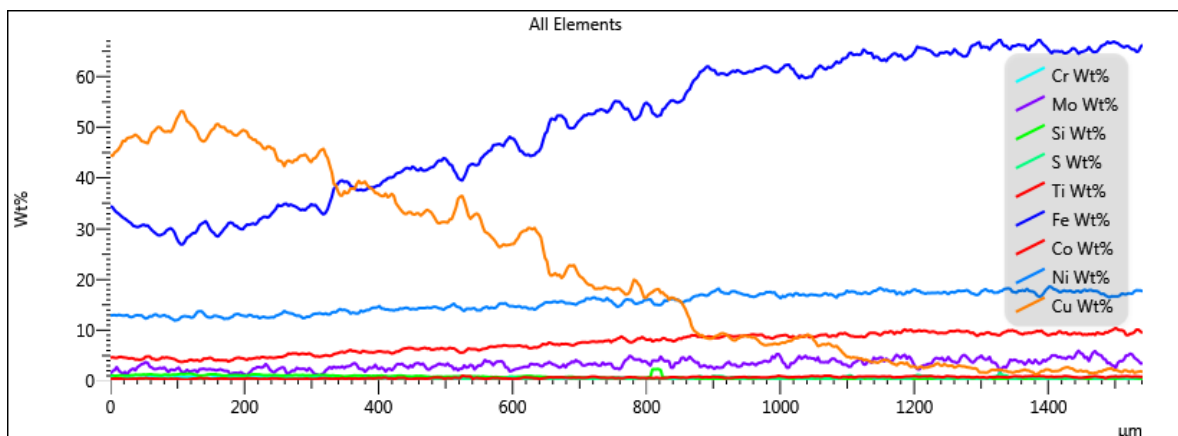
Vzorek V4_07

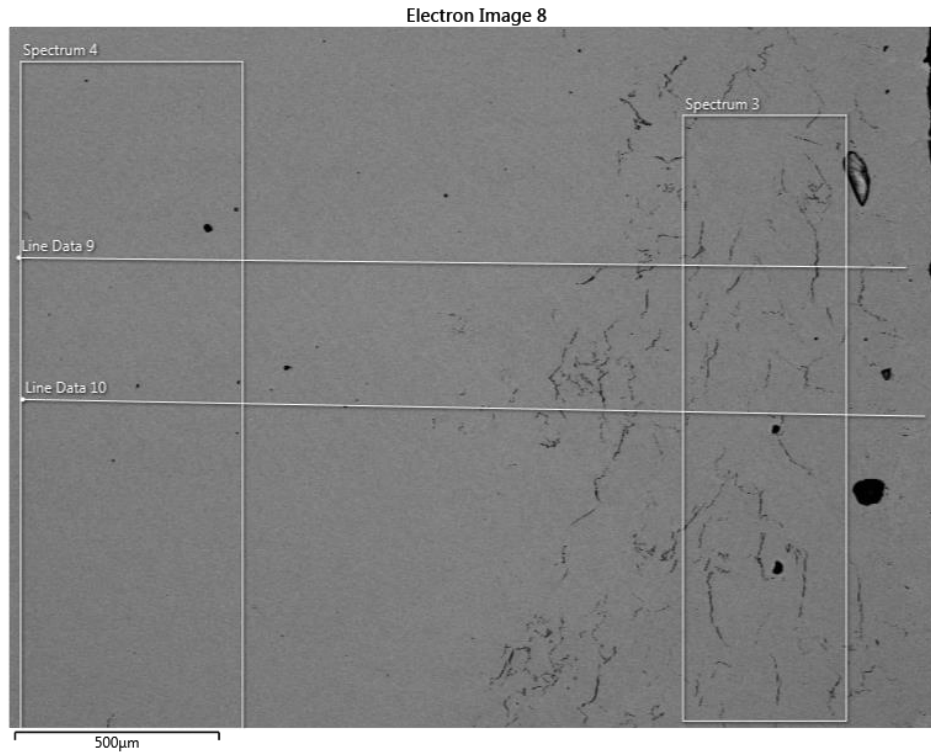


Line 7

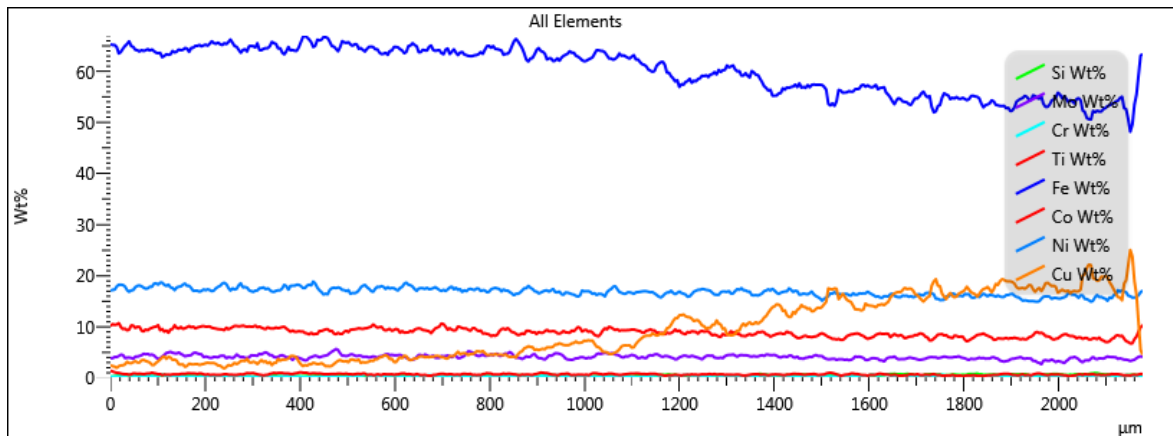


Line 8

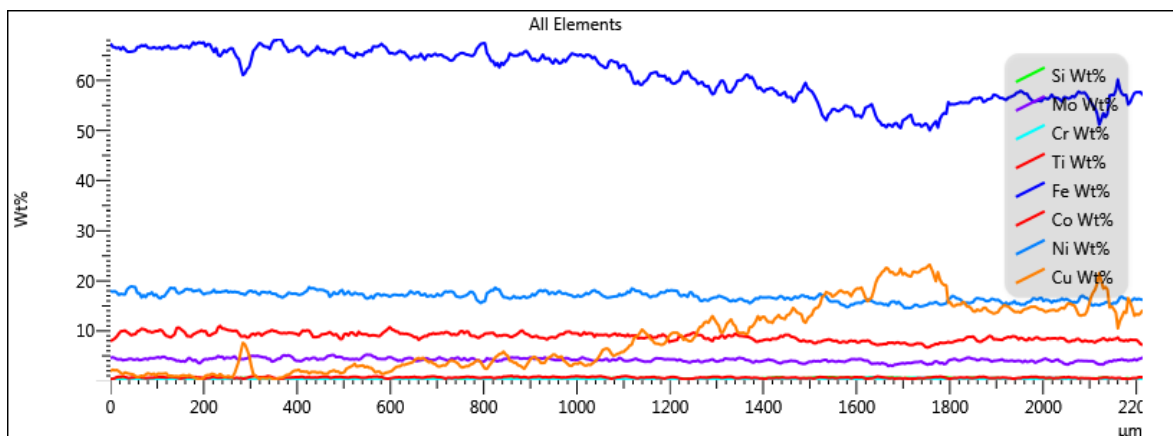




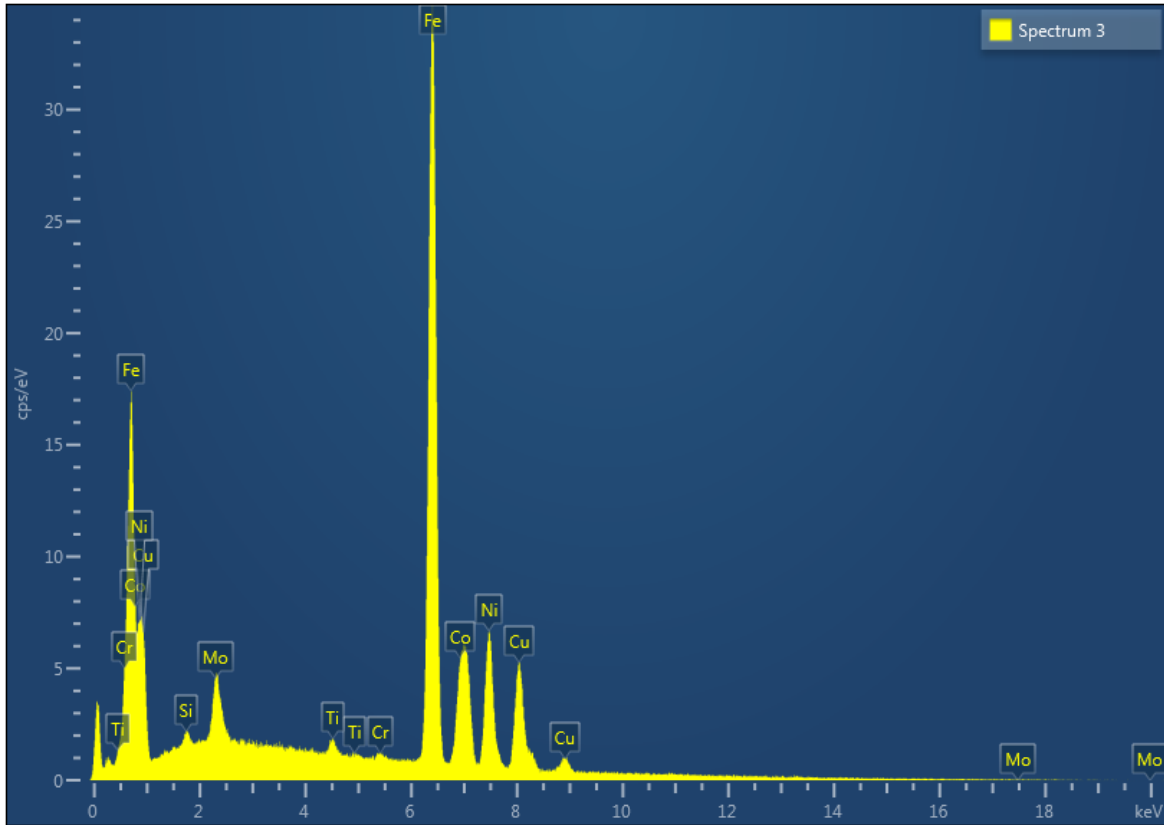
Line 9



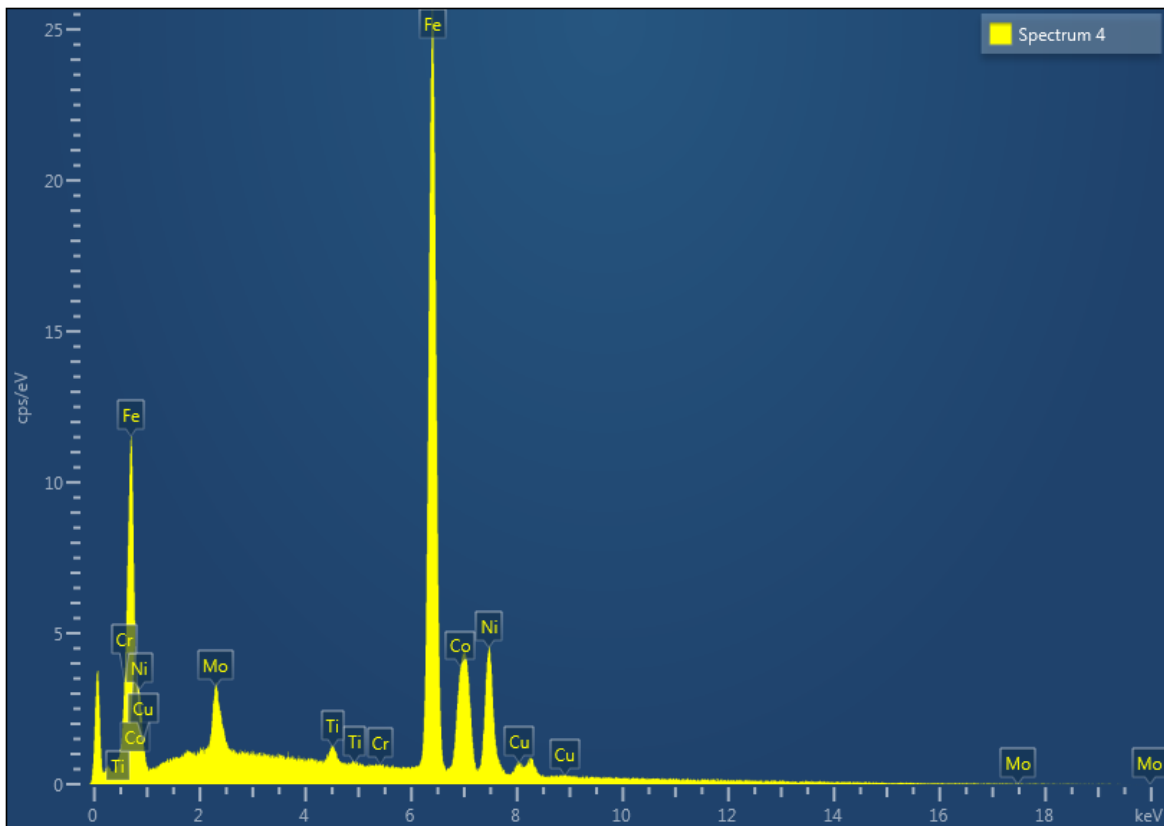
Line 10

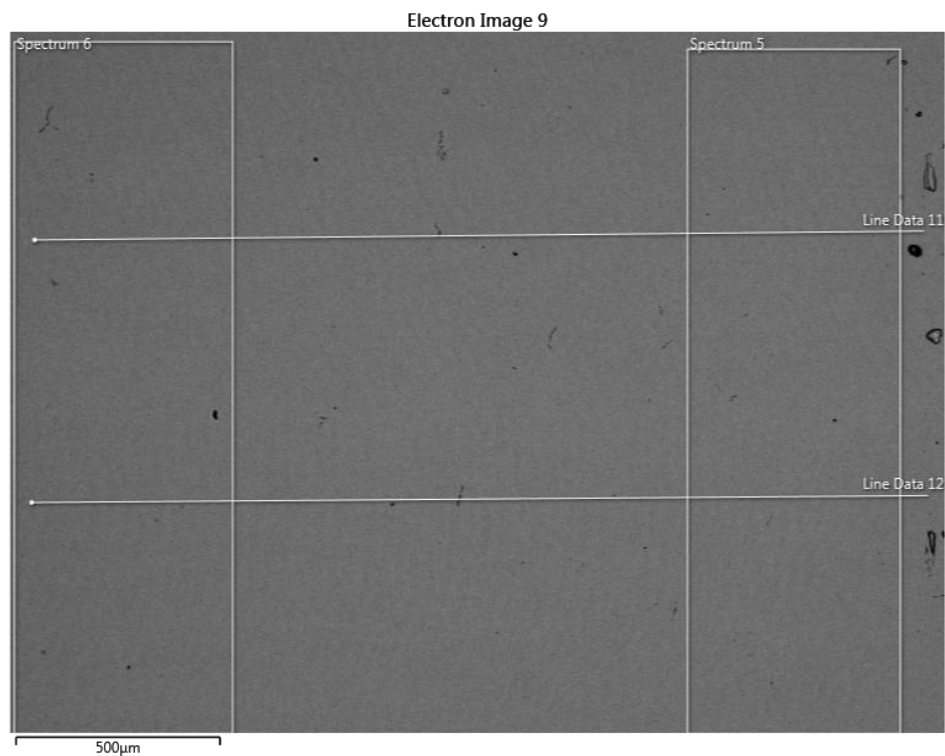


Spectrum 3

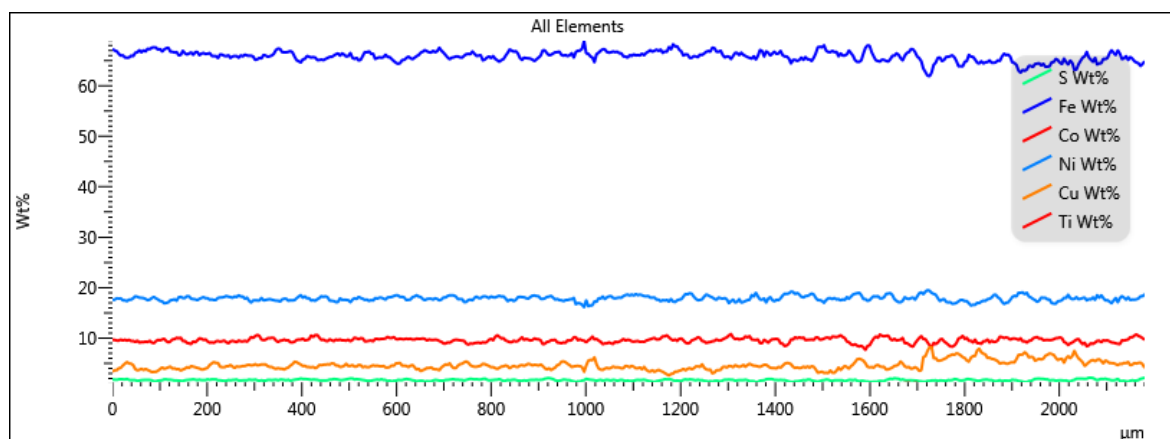


Spectrum 4

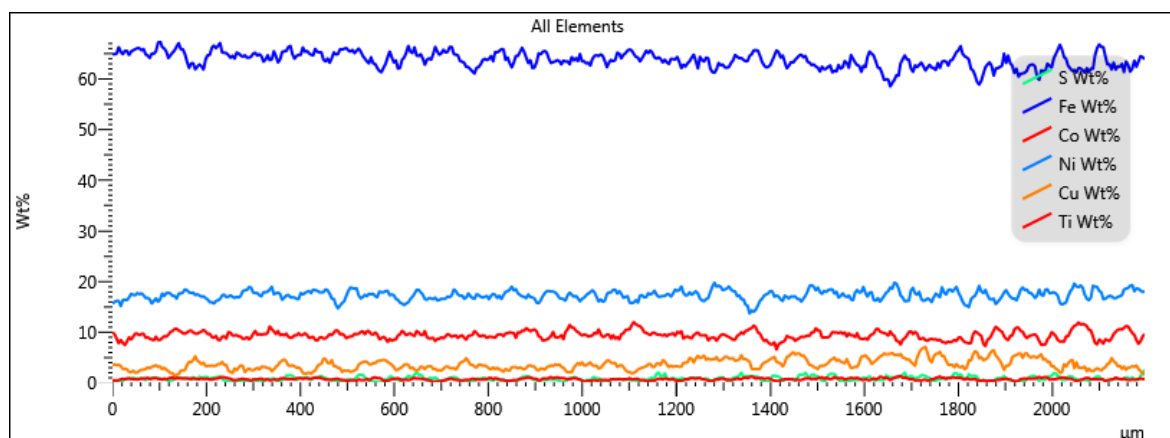




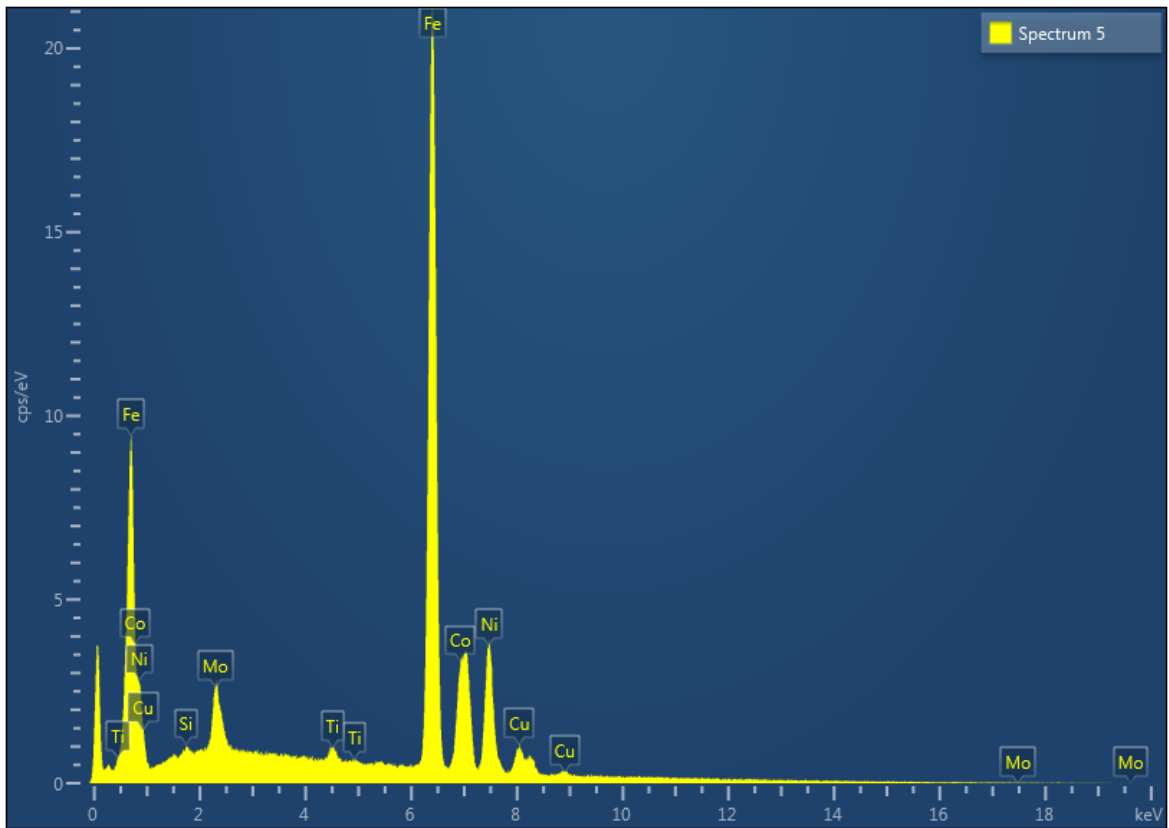
Line 11



Line 12



Spectrum 5



Spetrum 6

