



Možnosti použití plazmové nitridace pro tvářené a 3D tisknuté díly z materiálu AISI 316L

Bakalářská práce

Studijní program:

B2301 Strojní inženýrství

Studijní obor:

Strojní inženýrství

Autor práce:

David Vaníček

Vedoucí práce:

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
Katedra strojírenské technologie

Konzultant práce:

Ing. Iva Nováková, Ph.D.
Katedra strojírenské technologie





Zadání bakalářské práce

Možnosti použití plazmové nitridace pro tvářené a 3D tisknuté díly z materiálu AISI 316L

Jméno a příjmení: **David Vaníček**
Osobní číslo: S16000186
Studijní program: B2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Strojní inženýrství
Zadávací katedra: Katedra strojírenské technologie
Akademický rok: **2019/2020**

Zásady pro vypracování:

1. Seznamte se teoreticky s podstatou 3D tisku kovových prášků pomocí metody SLM. Její podstata, specifika, výhody, nevýhody.
2. Seznamte se teoreticky s podstatou plazmové nitridace povrchů.
3. Provedte rešerši současného stavu v oblasti 3D tisku materiálu 316L. Dále provedte rešerši v oblasti plazmové nitridace austenitických korozivzdorných ocelí se zaměřením na ocel AISI 316L.
4. Seznamte se s podstatou a možnostmi měření a vyhodnocení hloubky nanitridovaného povrchu.
5. Navrhněte základní experimenty k vyhodnocení vlastností nitridovaného povrchu u materiálu AISI 316L.
6. Provedte posouzení vlivu plazmové nitridace na vlastnosti povrchu u tvářených a 3D tisknutých dílů.
7. Provedte zhodnocení výsledků a diskuzi.

Rozsah grafických prací: tabulky, grafy
Rozsah pracovní zprávy: cca 30
Forma zpracování práce: tištěná/elektronická
Jazyk práce: Čeština



Seznam odborné literatury:

- [1] GIBSON, I., D.W. ROSEN a B. STUCKER. *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*. New York: Springer, 2010. ISBN 978-1-4419-1119-3.
- [2] NOORANI, R. *Rapid Prototyping: principles and applications*. Hoboken: John Wiley and Sons, 2006. ISBN 0-471-73001-7.
- [3] MACHOVČÁK, P. a kol. *Legování vysoce legovaných ocelí plynným dusíkem*. 2013.
- [4] KOUKAL, J., D. SCHWARZ a J. HAJDÍK. *Materiály a jejich svařitelnost*. Ostrava: Český svářečský ústav, 2009. ISBN 978-80-248-2025-5.
- [5] Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing. 2003 ASM International.
- [6] ČSN EN ISO 6507-1. *Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse – Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2006. 22 s. Třídící znak 42 0374.
- [7] Tribology Handbook, Friction wear lubrication, Vol. 1, Edited by Prof. I. V. Kragelsky and V. V. Alisin (Translated from the Russian by Felix Palkin and Valerian Palkin), English translation, Mir Publishers, 1981.
- [8] Taisho Hasegawa. *Tribology research trends*, Nova Science Publishers, Inc., 2008 New York
- [9] Tribologické zkoušení dle norem ASTM G99 (ASTM G99-95), ASTM G133 a DIN 50324

Vedoucí práce: doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
Katedra strojírenské technologie

Konzultant práce: Ing. Iva Nováková, Ph.D.
Katedra strojírenské technologie

Datum zadání práce: 31. října 2019
Předpokládaný termín odevzdání: 30. dubna 2021

prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
děkan



doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
vedoucí katedry

V Liberci dne 1. listopadu 2019

Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má bakalářská práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

23. června 2020

David Vaníček

Anotace

Cílem této bakalářské práce je porovnání mechanických a tribologických vlastností vzorků z materiálu AISI 316L, které byly vyrobeny pomocí tváření a 3D tisku metodou SLM. Povrch vzorků byl navíc plazmově nitridován.

V teoretické části je popsán 3D tisk kovů s detailnějším popisem výrobní metody SLM, dále pak proces nitridace se zaměřením na nitridaci plazmovou. Závěr teoretické části je věnován zkouškám mechanickým (statická zkouška tahem, rázová zkouška ohybem, zkoušky tvrdosti se zaměřením na zkoušení podle Vickerse) a zkouškám tribologickým s detailněji popsanou metodou ball-on-disc.

Praktická část práce se věnuje metalografickému vyhodnocení tloušťky nitridované vrstvy pro čtvercový a kruhový průřez vzorku, experimentálnímu měření a vyhodnocení mechanických vlastností za RT, zvýšených a snížených teplot. Zároveň obsahuje vyhodnocení tribologické zkoušky metodou ball-on-disc pro série vzorků plazmově nitridované při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin a při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin.

Klíčová slova

Ocel AISI 316L, 3D tisk kovů, SLM metoda, plazmová nitridace, metoda Ball-on-disc

Anotation

The aim of this bachelor thesis is to compare mechanical and tribological properties of specimens made from material AISI 316L, which were produced by forming and 3D printing using the SLM method. Surface of specimens was additionally plasma nitrided.

Theoretical part describes 3D metal printing with a more detailed description of SLM production method, and also process of nitriding with a more detailed characterization of plasma nitriding. End of a theoretical part is dedicated to mechanical tests (tensile strength test, impact bending test, hardness test with more detailed description on Vickers testing), and tribological tests with detailed description of ball-on-disc method.

Practical part of this work is devoted to the assesement of metallography of nitrided layer thickness for square and circular cross-section of the specimen, experimental measurements and evaluation mechanical properties at RT, higher and lower temperatures.

Practical part also includes the evaluation of tribological test by ball-on-disc method for a series of plasma nitrided samples at 550 °C for 20 hours and at 420 °C for 30 hours.

Keywords

Steel AISI 316L, 3D metal printing, SLM method, plasma nitriding, Ball-on-disc method

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval panu doc. Ing. Jaromíru Moravcovi Ph.D. za odborné vedení a mnoho cenných rad během tvorby této bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval paní Ing. Totce Bakalové Ph.D. za pomoc při měření a zpracování dat z tribologických zkoušek a paní Ing. Ivě Novákové, Ph.D, panu doc. Ing. Pavlu Solfronkovi, Ph.D., a panu Ing. Ladislavu Lemberkovi při měření mechanických a tribologických zkoušek. Také bych rád poděkoval své rodině a přátelům za podporu během celého studia.

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů.....	9
1. Úvod.....	11
2. Teoretická část.....	12
2.1. 3D tisk kovových dílů.....	12
2.1.1. Selective laser melting (SLM).....	14
2.1.2. Současná problematika 3D tisku kovových dílů.....	15
2.2. Nitridace kovů.....	18
2.2.1. Plazmová (iontová) nitridace.....	19
2.2.2. Možnosti aplikace plazmové nitridace na vysoce legované austenitické oceli	22
2.3. Mechanické zkoušky materiálů.....	24
2.3.1. Statická zkouška tahem.....	24
2.3.2. Rázová zkouška ohybem.....	29
2.4. Zkoušky tvrdosti.....	32
2.5. Tribologické zkoušky.....	34
2.5.1. Ball-on-disc.....	36
3. Praktická část.....	38
3.1. Plán experimentů a návrh zkušebních vzorků.....	39
3.2. Metalografie stanovení tloušťky nitridované vrstvy.....	41
3.3. Měření tvrdosti podle Vickerse.....	46
3.4. Statická zkouška tahem.....	47
3.4.1. Statická zkouška tahem při RT.....	47
3.4.2. Statická zkouška tahem při vyšších teplotách.....	49
3.5. Rázová zkouška ohybem.....	52
3.6. Tribologická zkouška metodou ball-on-disc.....	55
3.6.1. Koeficient tření tvářených a 3D tisknutých vzorků.....	56

3.6.2.	Drsnost povrchu tvářených a 3D tisknutých vzorků.....	58
3.6.3.	Opotřebení třecí dvojice (kulička Si_3N_4 – ocel AISI 316L) pro tvářené a 3D tisknuté vzorky	59
3.6.3.1.	Vyhodnocení třecí stopy na nitridovaných materiálech.....	60
3.6.3.2.	Stanovení opotřebení kuličky Si_3N_4 po jednotlivých testech	63
3.7.	Diskuze dosažených výsledků.....	65
4.	Závěr.....	71

Seznam použitých zkratk a symbolů

Zkratka/symbol	Název	Jednotky
CAD	Computer aided desing	
DMLS	Direct metal laser sintering	
SLM	Selective laser melting	
SLS	Selective laser sintering	
DED	Direct energy deposition	
UAM	Ultrasonic additive manufacturing	
F	Zatěžující síla	[N]
T	Teplota	[°C]
U	Napětí	[V]
P	Tlak	[Pa]
E	Modul pružnosti v tahu	[MPa]
G	Modul pružnosti ve smyku	[MPa]
R	Smluvní napětí	[MPa]
ε	Poměrná deformace	[-]
R_m	Mez pevnosti v tahu	[MPa]
F_{max}	Maximální zatěžující síla	[N]
$R_{p0,2}$	Smluvní mez kluzu	[MPa]
$R_{t0,5}$	Smluvní mez kluzu	[MPa]
ε_p	Plastická deformace	[-]
ε_e	Elastická deformace	[-]
R_f	Lomové napětí	[MPa]
σ	Skutenčné napětí	[MPa]
$\bar{\varepsilon}$	Skutečná deformace	[-]
A	Tažnost	[%]
L_0	Počáteční délka vzorku	[mm]
L	Okamžitá délka vzorku	[mm]
ΔL	Přírůstek délky vzorku	[mm]
A_H	Homogenní tažnost	[%]
L_H	Délka vzorku při dosažení meze pevnosti	[mm]
ΔL_H	Přírůstek délky vzorku	[mm]
Z	Kontrakce	[%]

Bakalářská práce

Zkratka/symbol	Název	Jednotky
S_0	Počáteční průřez vzorku	$[\text{mm}^2]$
S_U	Průřez vzorku v místě přetržení	$[\text{mm}^2]$
ΔS	Změna průřezu vzorku	$[\text{mm}^2]$
HBW	Tvrдость podle Brinella	$[\text{kp} \cdot \text{mm}^{-2}]$
HV	Tvrđist podle Vickerse	$[\text{kp} \cdot \text{mm}^{-2}]$
HR	Tvrđost podle Rockwella	
LE	Příčné rozšíření	$[\text{mm}]$
FA	Podíl houževnatého lomu	$[\%]$
T_t	Přechodová teplota	$[\text{°C}]$
K	Kinetická energie	$[\text{J}]$
D	Průměr zkušební kuličky	$[\text{mm}]$
d	Střední průměr vtisku	$[\text{mm}]$
KV	Nárazová práce	$[\text{J}]$
KCV	Rázová houževnatost	$[\text{J} \cdot \text{cm}^{-2}]$
μ	Koeficient tření	$[-]$
F_n	Normálová síla	$[\text{N}]$
F_t	Tečná síla	$[\text{N}]$
A	Nejmenší průměr brusné stopy	$[\text{mm}]$
B	Rozměr stopy kolmý na nejmenší průměr	$[\text{mm}]$

1. Úvod

Nároky na životnost a tvarovou složitost strojních součástí jsou každým dnem větší. Ať už se jedná o tvarově složité díly, díly vyžadující vysokou odolnost proti korozi, odolnost proti opotřebení vlivem tření nebo díly odolnější proti dynamickému zatěžování. Proto vznikají stále nové typy konstrukcí, metody výroby a následné úpravy součástí.

Mezi hlavní skupinu nových výrobních metod patří bezesporu aditivní technologie výroby kovových dílů, neboli 3D tisk kovů. Jedná se o metody výroby, které spočívají v přímé výrobě součástí. To znamená, že pro výrobu není potřeba využívat běžných konvenčních metod jako je obrábění, stříhání, ohýbání apod. Pro 3D tisk kovů se běžně používá materiál ve formě kovového prášku, který je nanášen v jednotlivých vrstvách na pracovní plochu a je následně za pomoci zdroje tepla slinován do požadovaného tvaru. Tímto způsobem je možné vyrábět téměř jakkoliv tvarově složité díly, s minimálním odpadem materiálu. Ačkoliv je 3D tisk kovů revoluční technologií, tak nelze plně využít jejich potenciál, jednak kvůli velké finanční náročnosti, nižším mechanickým vlastnostem dílů na rozdíl od dílů tvářených, ale především z důvodu omezení velikosti tisknutých dílů pracovní plochou výrobních zařízení.

Pro dosažení lepší korozní odolnosti, otěruvzdornosti, či dalších specifických vlastností, slouží zpravidla povrchové úpravy materiálu. Příkladem zvýšení tvrdosti a otěruvzdornosti povrchu může být nitridace, patřící do skupiny chemicko-tepleného zpracování. Při sycení povrchu dusíkem navíc dochází ke vzniku tlakových napětí v tenké povrchové vrstvě, což má za následek zlepšení mechanických vlastností, zejména při dynamickém namáhání.

2. Teoretická část

Cílem práce je posoudit mechanické a tribologické vlastnosti tvářených a 3D tisknutých dílů z materiálu AISI 316L, které byly z důvodu zvýšení abrazní odolnosti plazmově nitridovány. Teoretická část práce je proto v první části věnována popisu podstaty 3D tisku kovových dílů a problematice plazmové nitridace. Protože nitridované vzorky budou mechanicky a tribologicky testovány, jsou v teoretické části popsány základní mechanické zkoušky a také podstata a způsob tribologického zkoušení.

2.1. 3D tisk kovových dílů

Jedná se o aditivní výrobu, při které je potřeba nejprve vytvořit 3D model v CAD programu, podle kterého se pak samotný výrobek tiskne. Model je následně převeden do potřebného formátu (zpravidla STL), definovaný obálkovou metodou. Software používaný pro 3D tisk na základě zadaných vstupních údajů rozdělí model na jednotlivé tisknutelné vrstvy a definuje se i směr a způsob vzájemného spojení jednotlivých vrstev. Materiál je při výrobě použit ve formě prášku nebo drátu, záleží na použité metodě. U některých technologií je nutné použití dalšího procesu např. spékání. [1]

Základní rozdělení metod 3D tisku kovů

- Binder Jetting (BJ)
- Metal material extrusion (MME)
- Powder bed fusion (SLM, DMLS, SLS)
- Direct energy deposition (DED)
- Ultrasonic additive manufacturing (UAM)

Metal material extrusion

Jedná se o metodu, při které se využívá vlákno vytvořené z vysoce vyplňujícího polymeru obsahující kovové částice. Při tisknutí dojde k natavení dílčího množství polymeru a jeho postupné nanášení ve vrstvách tak, aby byl vytvořen požadovaný díl. Takto vytvořený díl musí následně projít procesem, kdy se odstraní polymer. Tento proces se nazývá odstranění pojiva. Probíhá v zařízení, které zahřívá výrobek na bázi

mikrovlnného záření nad teplotu tání a dochází tak k odtavení polymeru (pojiva). Následně se takto upravený díl umístí do pece a proběhne sintrace. [2]

Binder Jetting

Českým názvem tryskání pojiva je metoda, ve které se na pracovní plochu nanese vrstva kovového prášku, na který je pak aplikováno pojivo v místech odpovídajících tvaru vyráběného dílu v dané vrstvě. Po vytvoření celého dílu touto metodou je nutné díl důkladně očistit a tepelně upravit v peci tak, aby došlo ke spečení ocelového prášku. [3]

Tato metoda patří mezi méně náročné, jak z hlediska nákladů na výrobu, tak i časově. Výhodou je také to, že není třeba využít podpůrné konstrukce. Bohužel tato metoda se ne vždy hodí pro výrobu tvarově složitých dílů. Vzhledem k rychlosti tisknutí může dále díl vyžadovat úpravu povrchu. Díly také mají nižší hustotu. [4]

Direct energy deposition

U DED metody je kov ve formě prášku nebo drátku přiváděn do trysky, kde je nataven pomocí laseru nebo elektronového paprsku. Zdroj tepla a podavač materiálu je pak umístěn na robotickém rameni, nebo portálovém systému. Tento proces většinou probíhá v hermeticky uzavřené komoře s přítomností inertního plynu pro zlepšení procesu výroby. [5]

Mezi hlavní výhody této metody patří variabilita tisknutých materiálů a také možná kombinace materiálů dílu. Jedná se o rychlou metodu nanášení s možností vytváření i větších dílů oproti ostatním metodám. Díly vyrobené touto metodou mají špatnou kvalitu povrchu a ve většině případů je nutná následná úprava, zpravidla obráběním. Omezení metody je také z hlediska geometrické složitosti dílů vzhledem k nemožnosti vytváření podpůrné konstrukce. [5]

Ultrasonic additive manufacturing

Jedná se o hybridní výrobní proces, při kterém jsou na pracovní plochu ve vrstvách nanášeny kovové fólie, jenž jsou ultrazvukově svařeny a následně obrobena do požadovaného tvaru. Spojení je realizováno na základě přeměny ultrazvukové kmitavé energie v místě spoje na energii tepelnou. Pro svařování je použit nástroj jménem sonotroda, který je přitlačen konstantní silou na fólii a pohybuje se příčně do směru otáčení

válce, jež odvíjí fólii. Sonotroda kmitá s definovanou amplitudou výchylky a s vysokou frekvencí, zpravidla 20 kHz. [6]

Direct metal laser sintering (DMLS)

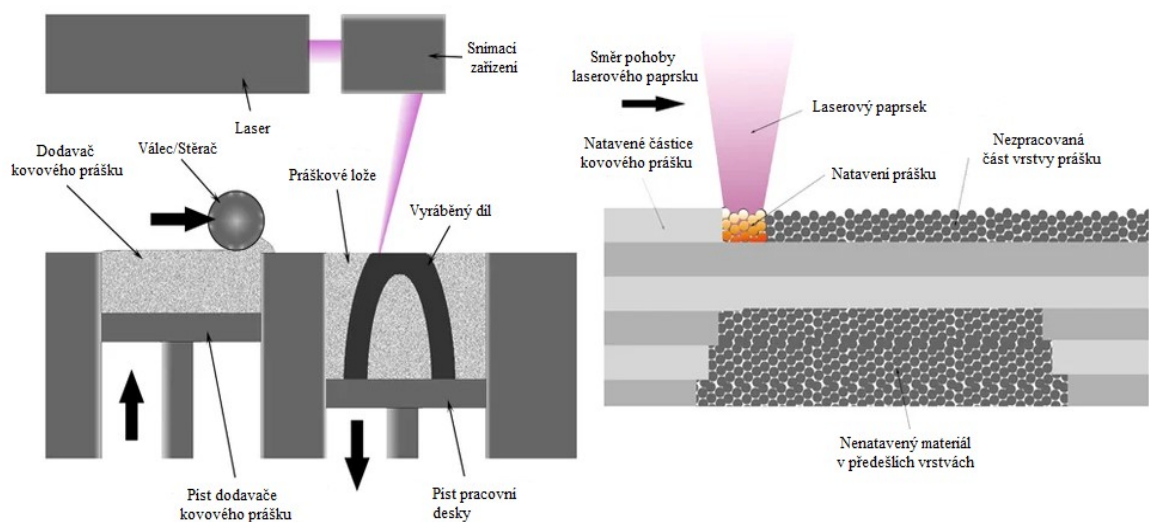
DMLS je výrobní metodou spékání kovového prášku prostřednictvím laserového paprsku. Kovový prášek je nanášen v tenkých vrstvách na pracovní plochu a je následně pomocí laseru sintrován do tvaru vyráběného dílu. [7]

DMLS patří mezi finančně náročnější technologie a nelze touto metodou vyrábět příliš velké díly. Lze jej využít pro různé materiály a slitiny. Vyrobené díly mají poměrně dobré mechanické vlastnosti oproti jiným technologiím využívající sintraci, ale mají relativně vyšší poróznost. [7]

2.1.1. Selective laser melting (SLM)

SLM metoda je technologie, která bude využita v experimentální části práce, a proto bude podrobněji popsána v samostatné kapitole. Jedná se o podobnou technologii, jako je DMLS. Výrobní proces probíhá v ochranné atmosféře inertního plynu, a to buď argonu, nebo dusíku. Této technologii je možné využít pro různé druhy slitin hliníku, mědi, oceli apod.. [8]

Výrobní proces SLM



Obr. 1 - Zjednodušené schéma výrobního procesu SLM [8]

Na obr.1 je zjednodušené schéma výrobního procesu SLM. Proces začíná nanášením rovnoměrné vrstvy kovového prášku na pracovní desku o tloušťce od 50 do 80 μm pomocí válce nebo stěrače. Zrna kovového prášku mají velikost zhruba od 10 do 45 μm . Po nanášení vrstvy prášku následuje samotné lokální (selektivní) tavení pomocí laseru, při kterém snímací zařízení snímá pracovní plochu a určuje tvar vyráběného dílu v dané vrstvě. Po dokončení vrstvy následuje snížení stolu o výšku provedené vrstvy (pokud je stroj touto funkcí vybaven). Tento celý proces se nadále opakuje, až po dokončení vyráběného dílu. [8]

Po dokončení celého cyklu se výrobek z pracovní komory vyjme a očistí a podle potřeby dále upraví. Kovový prášek, který nebyl přímo využit a sloužil pouze jako lože, lze znovu využít pro další výrobu.

Klady a zápory SLM

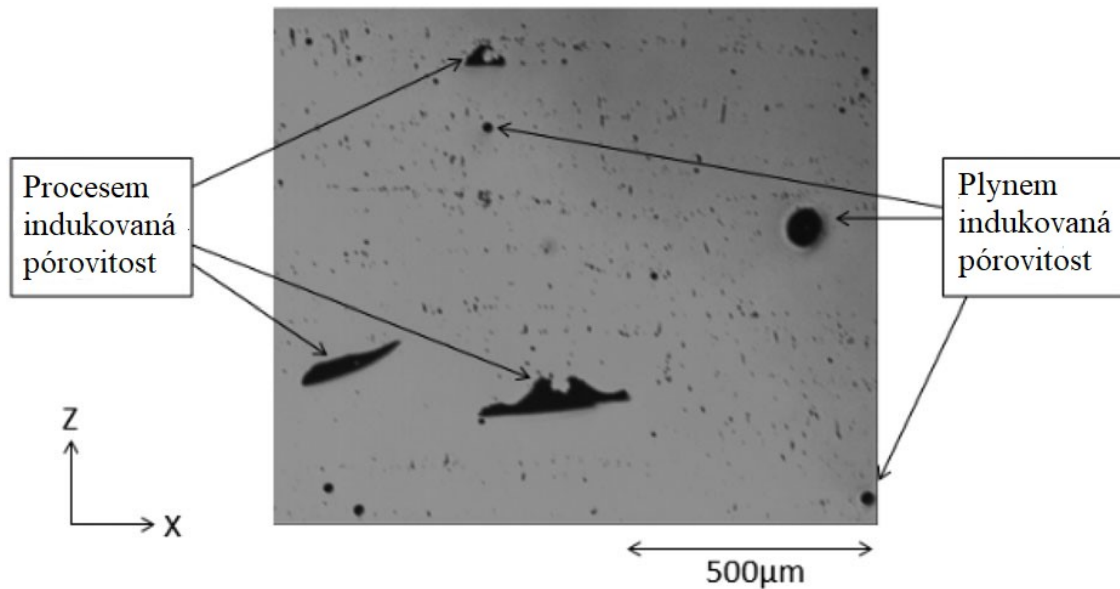
Pomocí metody SLM lze tisknout tvarově složité díly, které jsou těžko vyrobitelné, nebo velmi drahé pro výrobu na obráběcích strojích. Lze tisknout více dílů ve stejný čas. SLM je vhodná pro kusovou výrobu dílů se složitým tvarem. Navzdory těmto výhodám se jedná o velmi drahou technologii, která neumožňuje výrobu větších dílů. Výsledný výrobek má horší povrch oproti výrobkům vyrobených pomocí obrábění. [9]

2.1.2. Současná problematika 3D tisku kovových dílů

Při 3D tisku hraje velkou roli kvalita vstupního materiálu, který výrazně ovlivňuje kvalitu samotného výrobku. Kvalitu kovového prášku lze definovat velikostí jednotlivých částic prášku a jejich tvarem, s čímž souvisí omezení vzniku pórů. Tím je pak ovlivněna tekutost kovu a hustota výrobku. Materiál v podobě drátu má oproti prášku minimální vliv na kvalitu výrobku. Výsledná kvalita struktury tisknutého dílu je výrazně ovlivněna složením materiálu a samotným procesem 3D tisku. Procesní parametry závisí na metodě tisku, ale obecně to jsou: tloušťka tisknuté vrstvy, výkon laseru, složení atmosféry, ve které tisk probíhá a rychlost ochlazení výrobků. [12,19]

Nejčastějším problémem 3D tisku kovů bývá pórovitost, která vede ke zhoršení materiálové struktury a přímo ovlivňuje hustotu materiálu. Vlivem rychlé teplotní změny při ohřevu a ochlazení dochází k dalším nechtěným vlastnostem. Nejčastější je zbytkové napětí, které vzniká při rychlém ochlazení a může vést k porušení struktury až k prasknutí materiálu. Další poruchy způsobené teplotním ovlivněním mohou být

praskliny, které mohou vznikat, jak při ohřevu, tak i ochlazování materiálu. Při nízké teplotě použité při natavení materiálu může docházet k tzv. delaminaci. Naopak při vysoké teplotě může docházet k odprskávání roztaveného materiálu, vedoucí k vytvoření kuliček obdobných, jako u svařování. [11,19]



Obr. 2 - Póry vzniklé procesem tisknutí [13]

Pórovitost patří mezi běžný problém při 3D tisku kovů a může mít negativní vliv na mechanické vlastnosti. Pórovitost může vznikat vlivem nekvalitního prášku při procesu tisknutí, nebo při tuhnutí. Pórovitosti lze z velké části předejít správně zvolenými parametry pro tisknutí. Póry (viz obr. 2) vznikající díky nedostatečné energii vyvíjené laserem (procesem indukované pórovitosti), což způsobuje nedostatečné natavení kovového prášku. Tyto póry mají nepravidelný tvar a objevují se v různých velikostech (submikroskopické až mikroskopické). Naopak při vysoké energii vyvíjené laserem (plynem indukované pórovitosti) může vést k rozstříku nataveného kovu a k odpařování samotného kovového prášku. To má za následek vznik pórů kruhového tvaru viz obr. 2. Při tuhnutí dochází u dna taveniny k zachycení odpařovaného plynu a dochází k vytvoření pórů. [11,19]

Zbytkové napětí je další běžný problém vznikající vlivem velkého teplotního gradientu během procesu tisknutí. Nejčastěji vzniká při rychlém chladnutí tisknutého dílu a má nežádoucí vliv na mechanické vlastnosti a může zapříčinit změnu ve struktuře materiálu. Materiál v místě se zbytkovým napětím je náchylnější na vznik trhlin a může vést k odlomení částí dílu. Některé metody 3D tisku kovů využívají podpurné konstrukce

pro snížení zbytkového napětí a zároveň pro podporu samotnou. Zbytkové napětí má tendenci být větší u dílů tisknutých při provozu za nižší teploty. Ohřev materiálu před samotným procesem tisku zajišťuje snížení zbytkového napětí a zároveň je zde možnost snížit rychlost a výkon laseru. [19]



Obr. 3 - Porušení natavením ve tvaru kuliček (vlevo) a delaminace (vpravo) [13]

Vlivem tepelného ovlivnění vznikají další nechtěné poruchy materiálu. Praskliny se mohou vytvářet, jak při ohřevu, tak i při tuhnutí. Praskliny vzniklé tuhnutím materiálu mohou nastat u některých materiálů, pokud je na vrstvu materiálu přivedeno příliš mnoho energie a za vzniku napětí vyvolaného v oblasti mezi solidifikovanými částmi taveniny a částmi, které ještě neztuhly. Tento typ praskání je závislý na povaze tuhnutí daného materiálu. Praskliny na hranicích zrn vznikají vlivem fázové přeměny materiálů a pro každý materiál mají jiný průběh. Tyto druhy prasklin bývají v rámci mikrostruktury. Obecně popraskání mohou způsobit další makroskopické defekty nesouvisející s nadměrným přívodem energie. Tímto může být například delaminace (viz obr. 3 vpravo). Ta vzniká mezi jednotlivými vrstvami, kvůli nedokonalému natavení zapříčiněné nedostatkem energie při natavení. Kvůli tomu kovový prášek není dokonale nataven. Delaminace dosahuje makroskopické velikosti a není možné jej později odstranit pomocí dalšího zpracování. Pro snížení tohoto efektu je například při SLM metodě využívání předehřátí kovového prášku před natavením. Může také docházet k vyvýšeninám materiálu nad rovinu dané vrstvy vlivem povrchového napětí na oblast roztaveného materiálu. Jedná se o podobný jev, který vzniká při svařování. V některých případech může docházet k vytvoření tzv. kovových kuliček viz obr. 3 vlevo. To závisí na poměru délky a průměru tavného bazénu. Teoreticky při překročení určitého poměru dojde ke změně tvaru tavného bazénu a dovoluje tak vznik této poruchy dílu. [11,19]

2.2. Nitridace kovů

Nitridace je tepelné zpracování, při kterém je nejčastěji ocelový, popřípadě litinový předmět sycen dusíkem v plynném, nebo kapalném prostředí obvykle při teplotě A_{c1} (obvykle 470 až 580 °C). Nitridaci je možné použít také pro žáruvzdorné kovy (např. Titan, chrom apod.) a jejich slitiny. Díky vyšším teplotám je rychlost difúze velmi malá, a proto nitridace trvá poměrně dlouho a razantně se mění s tloušťkou vrstvy, která se pohybuje od 0,1 mm až 0,8 mm. Cílem nitridace je vytvořit povrchovou vrstvu obsahující vysoce disperzní nitridy slitinových prvků s vysokou afinitou k dusíku, díky které má velkou tvrdost a odolnost proti otěru i za vyšších teplot. [13,14]

Základní rozdělení nitridace kovů

- Nitridování v plynném prostředí
- Nitridování v solných lázních
- Nitridace v prášku
- Plazmová (iontová) nitridace

Nitridování v plynném prostředí

Plynné prostředí pracovního prostoru je tvořeno buď technicky čistým čpavkem, nebo směsí čpavku a dusíku. Proces je složen ze dvou částí a to tepelného a chemického procesu. Volba teploty procesu se běžně odvozuje od požadavků na tvrdost povrchu a tloušťku nitridované vrstvy. Chemický proces ovlivňuje stupeň disociace, který se volí vzhledem k teplotě nitridace a řídí se průtokem čpavku. Pokud je stupeň disociace nízký, dochází k přesycení povrchu dusíkem. Vznikne tak silná nitridační vrstva, naopak při vysokém stupni disociace se vrstva nevytváří. Vlastní nitridace pak probíhá tak, že se suché a odmaštěné předměty umístí do pece tak, aby byl umožněn přístup aktivní nitridační atmosféry. Pec je pak predehřátá nejčastěji na 500 až 560°C. Tato metoda nitridace je poměrně časově náročná a nitridační vrstva se pohybuje v rozmezí 0,1 mm až 0,5 mm a samotná nitridace trvá 5 až 72 hodin. Po skončení nitridace se díly vytahují až po úplném zchladnutí. [13]

Nitridování v solných lázních

Metoda původně prováděná v kyanidových lázních provzdušňovaných vzduchem. Nyní se lázeň skládá ze soli, kyanidů a kyanatanů. Lázeň se pak za působení vzdušného

kyslíku, popřípadě spontánní oxidace rozloží a uvolňuje atomární dusík. Po spuštění procesu již není možné proces nijak ovlivňovat, proto je nutné dodávat stále novou sůl. Nitridace probíhá při teplotě v rozmezí 520 – 770 °C po dobu 30 – 120 minut pro dosažení tenkých vrstev. Lázně lze využít i pro nelegované uhlíkové ocele a litiny. Na povrchu vzniknou nitridy železa v tloušťce několika desetin milimetru. Tak se zvýší tvrdost povrchu a odolnost proti otěru. [13,14]

Nitridace v prášku

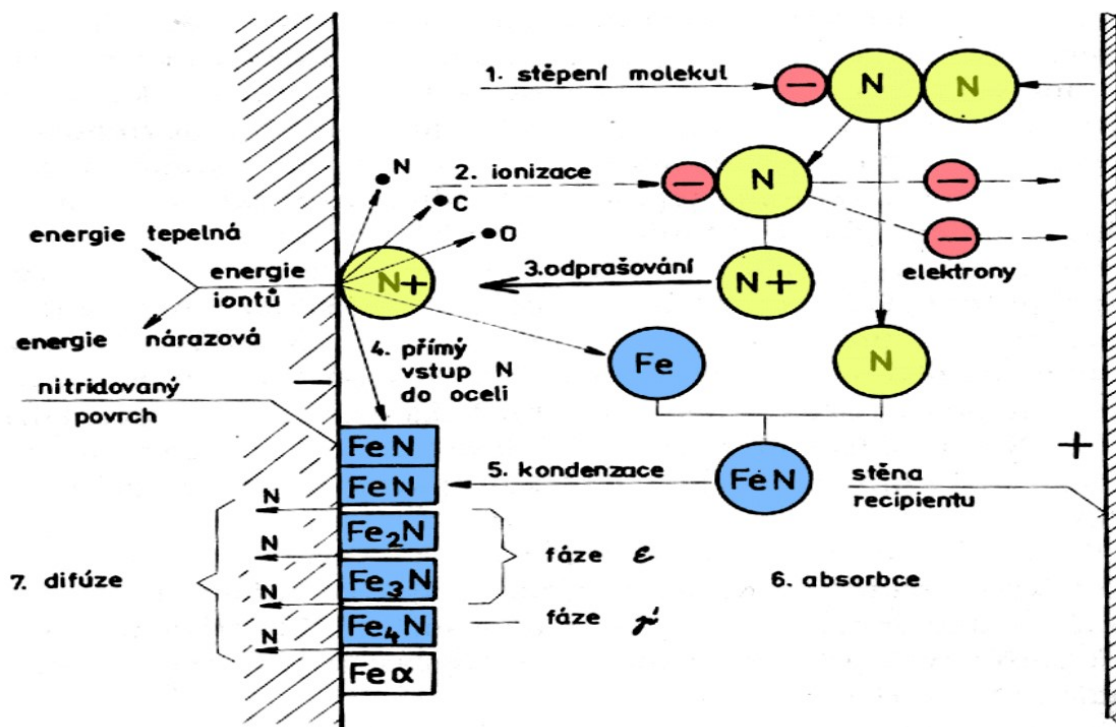
Tato metoda je především výjimečná z důvodu nízké technologické náročnosti, rychlosti nitridace a obecné dostupnosti. Využívá se pro malý počet kusů s různými požadavky na tloušťku vrstvy. Jednotlivé díly se pak vloží do žáruvzdorného boxu spolu s nitridačním práškem a aktivátorem. Dále se box uzavře a vloží do pece, která operuje při teplotě okolo 560 °C. V boxu pak dochází k reakci mezi práškem a aktivátorem a vzniká dusíková atmosféra, díky které vzniká nitridační vrstva. Ta je závislá na poměru použitého nitridačního prášku a aktivátoru. [15]

2.2.1. Plazmová (iontová) nitridace

Princip plazmové nitridace

Plazmová nitridace je technologií, která bude využita v experimentální části práce, a proto bude podrobněji popsána v samostatné kapitole. Proces plazmové nitridace spočívá v sycení povrchu předmětu dusíkem a částečně ionizovaného plazmatu, který se skládá z iontů a elektronů, ale i z výrazného počtu neutrálních částic. Předměty pro nitridaci jsou uloženy do vakuové nádoby (recipientu) a zapojeny jako katoda. Recipient je pak zapojen jako anoda. Uvnitř recipientu se udržuje snížený tlak zředěné směsi plynů potřebných pro proces nitridace. Tuto směs nejčastěji tvoří kombinace dusíku a vodíku ($N_2 + H_2$). [13,14]

Po přivedení stejnosměrného proudu při napětí 400 až 1000 V vzniká mezi stěnou recipientu (anodou) a povrchem předmětu (katodou) elektrické pole, které se upravuje tak, aby parametry (proud, napětí, tlak) odpovídaly oblasti anomálního doutnavého výboje. V elektrickém poli dochází k silné migraci molekul zředěného plynu a vlivem nárazů pak k jejich štěpení a ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány směrem ke katodě, to znamená na povrch nitridovaných předmětů. Rapidní nárůst kinetické energie vzniká v blízkosti povrchu předmětu v oblasti katodového úbytku napětí, a proto má anomální výboj plošný charakter a jeho svítící korona kopíruje povrch nitridovaných předmětů. [13]

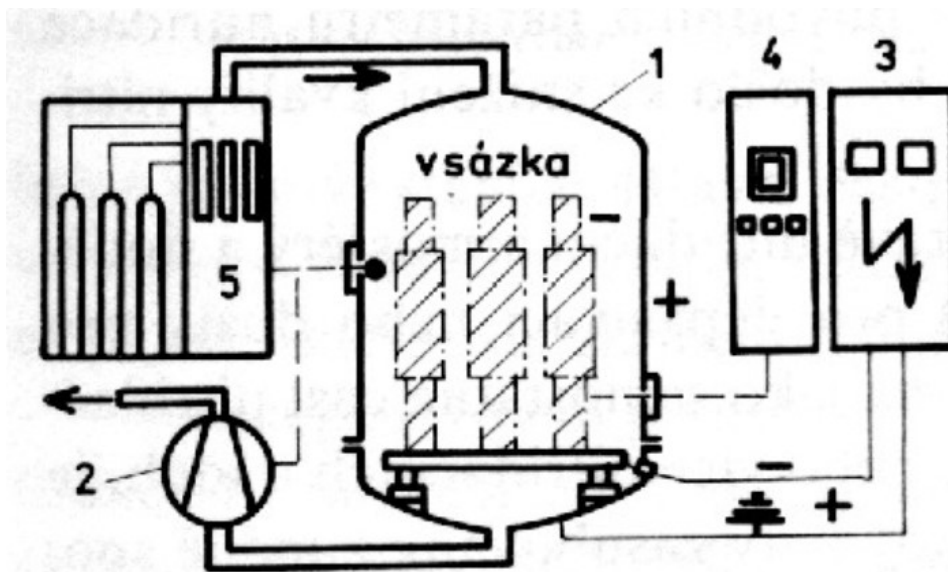


Obr. 4 - Schéma dějů při plazmové nitridaci na povrchu železného předmětu [16]

Na obr. 4 lze zpozorovat děje probíhající na povrchu součásti, které lze zjednodušeně vysvětlit následovně: kladné ionty nepřetržitě narážejí na povrch předmětu. Při jejich dopadu se část kinetické energie přemění na teplo a předmět je tak ohříván. Kromě ohřevu dochází k vyražení atomů železa a dalších prvků. Tento jev je známý pod názvem odprašování, nebo katodové odprašování a je považován za nejvýznamnější děj procesu. Tato reakce na dopadající ionty vede ke vzniku dusíkem bohatých nitridů železa. Jejich kondenzací se vytváří povrchová vrstva s vysokou koncentrací dusíku.

Při volbě vhodných podmínek (napětí, tlak, plošná hustota proudu a složení atmosféry) lze významně ovládat tvorbu povrchové vrstvy nitridů. Vlivem odprašování oxidů dochází k dokonalé depasivaci povrchu předmětu, které zlepšuje podmínky nitridace, zvláště u vysoce legovaných ocelí. Povrchová vrstva dusíkem bohatých nitridů se rozpadá na nižší složky viz. spodní části obr. 4, přičemž část dusíku difunduje hlouběji do povrchu předmětu. [13]

Zařízení pro plazmovou nitridaci



Obr. 5 - Zjednodušené schéma zařízení pro plazmovou nitridaci [16]

Zjednodušený popis zařízení pro plazmovou nitridaci dle obr. 5:

1. **Vakuová nádoba** - Zde jsou uloženy předměty pro nitridování zapojeny jako katody. Stěny nádoby (recipientu) pak jako anoda. V nádobě je pracovní tlak od 50 do 500 Pa, pro ideální podmínky nitridační atmosféry.
2. **Vakuový systém** - Slouží k udržení požadovaného tlaku v nádobě.
3. **Napájení** - Slouží k přívodu stejnosměrného proudu o napětí v rozmezí 400 až 1000 V.
4. **Řídící jednotka** - Pomocí čidel sleduje a kontroluje celý proces nitridace a zabezpečuje chod dle počátečně nastavených parametrů.
5. **Plynová stanice** - Může se skládat z nádob zvlášť pro dusík a vodík, v případě spotřeby velkého množství těchto plynů se používá systém čpavkového hospodářství, který plní vakuovou nádobu štěpeným čpavkem. [17]

Výhody a nevýhody plazmové nitridace

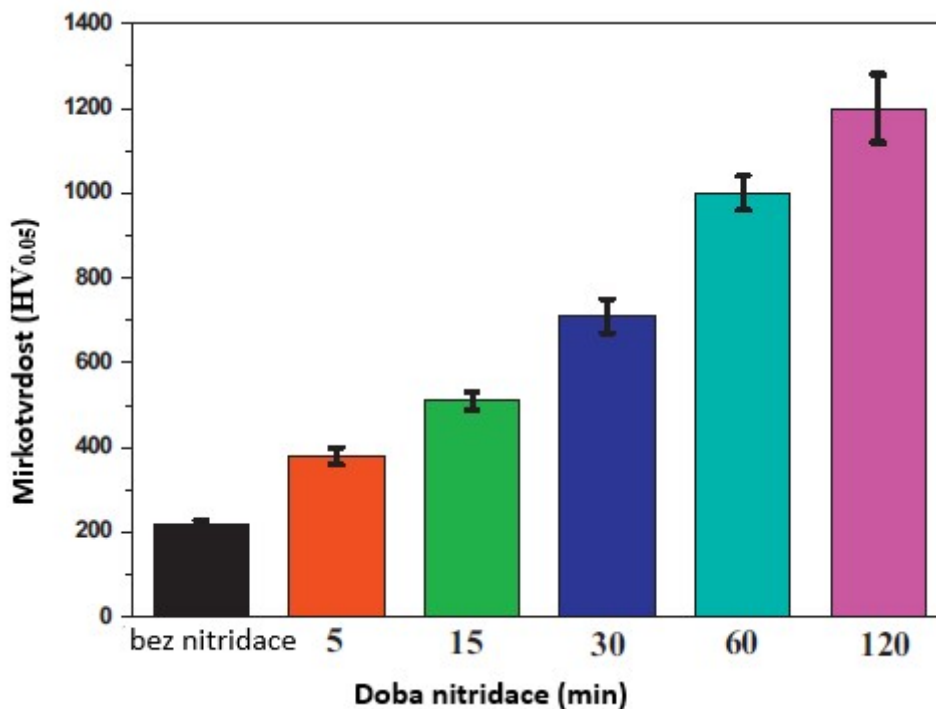
V porovnání s ostatními metodami nitridování má svoje klady a zápory. Jedna z hlavních výhod vychází z procesu, kdy vzniká velká kinetická energie iontů, které dopadají na povrch nitridovaného předmětu. Kromě odprašování dochází také k ohřevu na nitridační teplotu, a tak není potřeba externí zdroj tepla. Plazmová nitridace se vyznačuje velkým počtem nastavitelných parametrů a má dokonalou reprodukovatelnost ověřených postupů s jejich automatickou kontrolou během procesu. Samotné pracoviště nevyžaduje žádné speciální bezpečnostní nebo hygienická opatření. [13,14]

Mezi hlavní nevýhody této metody patří nutnost snížení pracovního tlaku, což vyžaduje vakuové zařízení a zajištění perfektní těsnosti nádoby. S tím souvisejí řídicí a kontrolní jednotky, které tento proces řídí a vznikají tak velké pořizovací náklady pro tuto metodu nitridace. Další problém nastává při nitridaci předmětů, u kterých se vyskytují hluboké drážky, tvary závitů apod., kde je nutné použít dalších anod pro dosažení požadované nitridační vrstvy. [13,14]

2.2.2. Možnosti aplikace plazmové nitridace na vysoce legované austenitické oceli

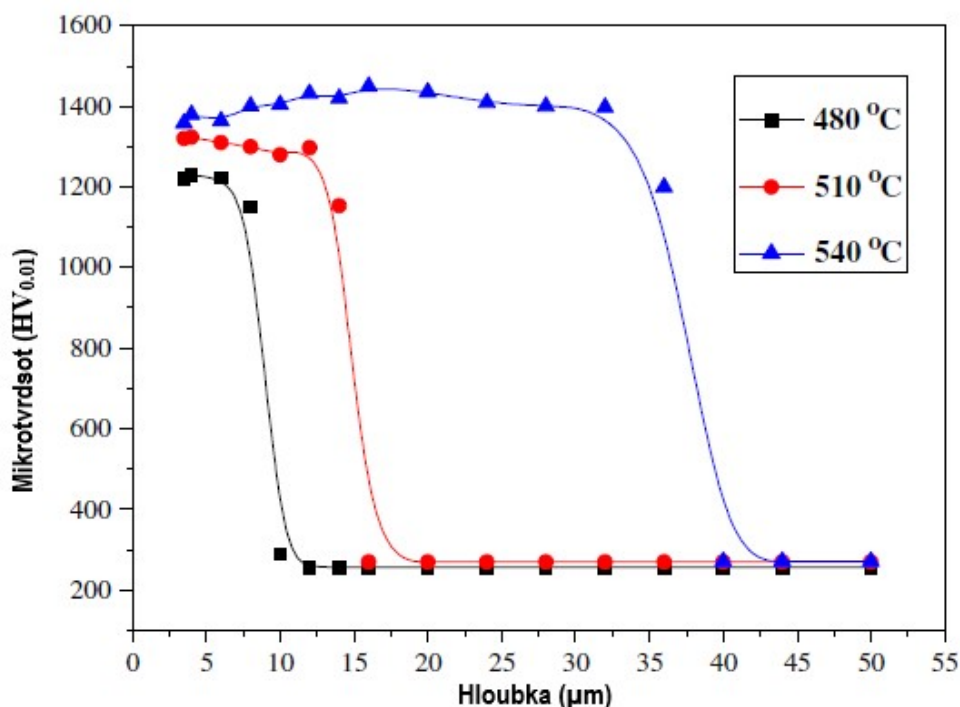
Obecně nitridace je vhodná pro austenitické oceli, vzhledem k rozpustnosti dusíku v austenitu. Prvním krokem při plazmové nitridaci je tzv. odprašování oxidů, díky čemuž dochází k deprivaci povrchu ocele, čímž se zlepšují podmínky nitridace, obzvláště u vysoce legovaných ocelí. [13]

Vlivem plazmové nitridace dojde na předmětu ke zvýšení tvrdosti povrchu. Dochází také ke zlepšení ořezavzdornosti, odolnosti vůči vzniku únavových trhlin a zlepšení korozní odolnosti spolu s lepší tepelnou odolností. Charakteristickým rysem je pak hladký povrch tmavé, až černé barvy. [17]



Obr. 6 - Mikrotvrdość povrchu ocele AISI 316L bez nitridace a s nitridací při teplotě 540 °C pro různé časy nitridace [18]

Plazmově nitridované vzorky z oceli AISI 316L vykazují při teplotě 540 °C výrazný nárůst mikrotvrdomosti již při krátkých intervalech nitridace. Z obrázku 6 je zřejmé, že tvrdost se zvýšila už po pěti minutách nitridace a postupně stoupá s narůstající teplotou. Po šedesáti minutách pak vznikla na vzorku vrstva nitridace hluboká 8 μm a povrch dosahoval hodnot tvrdosti zhruba 980 $\text{HV}_{0,05}$ a nejvyšší hodnota dosahovala dokonce až 1340 $\text{HV}_{0,01}$, což je až 4.5 krát větší tvrdost, než má vzorek bez nitridace. Všechny vzorky také vykazovaly zvýšenou odolnost proti korozi. [18]



Obr. 7 - Mikrotvrdomost oceli AISI 316L nitridovaných vzorků za různých teplot [31]

V jiném experimentu byly vzorky z oceli AISI 316L plazmově nitridovány při teplotách 480 °C, 510 °C a 540 °C po dobu čtyř hodin. Na obr. 7 je ukázán rozdíl mikrotvrdomosti povrchu a hloubky nitridové vrstvy pro různé teploty nitridace. Při nejnižší teplotě nitridace (480 °C) došlo k vytvoření nitridační vrstvy hluboké 9 μm s tvrdostí 960 $\text{HV}_{0,1}$, což je zhruba 4.5 krát více než u oceli bez nitridace (220 $\text{HV}_{0,1}$). U vzorků nitridovaných při teplotě 540 °C byla naměřena tvrdost 1340 $\text{HV}_{0,1}$ a mikrotvrdomost (1300 – 1500 $\text{HV}_{0,01}$) s hloubkou nitridační vrstvy zhruba 36 μm . Uvedeným experimentem bylo dokázáno, že se zvyšující se teplotou nitridace dochází ke zlepšení korozních vlastností, zvýšení tvrdosti a hloubky nitridační vrstvy. Zároveň se zvyšuje ošetrivost povrchu. [31]

2.3. Mechanické zkoušky materiálů

Základní informace o mechanických vlastnostech materiálů jsou nedílnou součástí všech konstrukčních návrhů a vychází se z nich i při návrhu technologické zpracovatelnosti daného materiálu. Mechanické vlastnosti materiálu jsou čtyři základní (pružnost, plasticita, pevnost a houževnatost), ale mechanických veličin, charakterizujících dané vlastnosti je mnohem více (např. modul pružnosti v tahu E, ve smyku G, homogenní a celková tažnost apod.). Mechanických veličin existuje více druhů, z důvodu experimentální povahy mechanických charakteristik. Pro určení libovolné mechanické charakteristiky je potřeba z daného materiálu vytvořit zkušební těleso a zkoušet na tomto tělesu vliv vnějších sil (zatížení). Mechanické charakteristiky nejsou konstanty, ale jedná se o veličiny, které jsou částečně závislé na průběhu zkoušky. Údaje o mechanických vlastnostech jsou nedílnou součástí charakteristiky každého materiálu, a proto jsou vždy uváděny také v materiálových testech. [20]

2.3.1. Statická zkouška tahem

Jedná se o zkoušku patřící do skupiny statických mechanických zkoušek. Zkouška je prováděna podle normy ČSN EN ISO 6892-1 pro měření za pokojové teploty a ČSN EN ISO 6892-2 pro měření za zvýšené teploty. Zkouška je prováděna na trhacím stroji a je využíván pro testování tvarově normalizovaných vzorků, které jsou deformovány pomocí postupně se zvyšující síly způsobující nejprve elastické a následně i plastické deformace, až do ztráty stability vzorku a jeho porušení. [20]

Smluvní diagram napětí - deformace

Jedná se o závislost síly na prodloužení získané z měření zkušebních vzorků, které jsou vyrobeny ve shodě s normou. Tuto závislost je možné přepočítat na závislost smluvního napětí R a poměrného prodloužení ε (obr. 8), podle vztahů (1) a (2) [20]:

Smluvní napětí:

$$R = \frac{F}{S_0} \text{ [MPa]} \quad (1)$$

Kde:

R – je smluvní napětí [MPa],

F – je zatěžující síla [N],

S_0 – je počáteční průřez zkušební vzorku [mm^2].

Poměrná deformace:

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} [-] \quad (2)$$

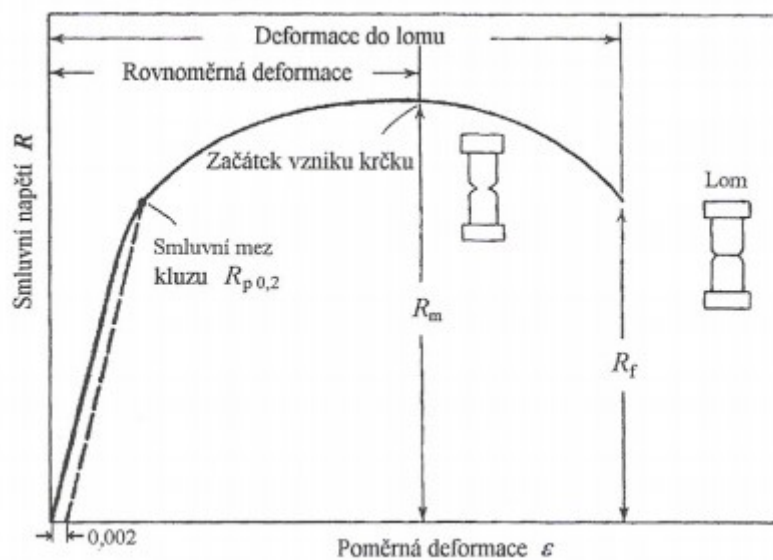
Kde:

ε – je poměrné prodloužení vzorku [-],

L_0 – je počáteční délka zkušební vzorku [mm],

L – je okamžitá (skutečná) délka vzorku při zatížení [mm],

ΔL – je přírůstek délky vzorku pro dané zatížení [mm].



Obr. 8 - Smluvní diagram polykrystalického materiálu [20]

První úsek diagramu (viz obr. 8) je přímkový a náleží elastické deformaci. Pokud byl na zkušebním tělese umístěn snímač pro měření prodloužení, je pak tato přímka popsána Hookeovým zákonem [20]:

$$R = E \cdot \varepsilon [\text{MPa}] \quad (3)$$

Kde:

E – [MPa] je modul pružnosti v tahu materiálu měřeného vzorku.

V druhém úseku diagramu dochází k vychýlení z přímkové závislosti (vlivem začínající plastické deformace) a přírůstek napětí vlivem deformačního zpevnění postupně klesá až na nulovou hodnotu. Do této doby dochází k rovnoměrné plastické deformaci a kontrakci Z materiálu lze přibližně určit na základě zákona o zachování objemů. Po

dosažení maximálního napětí dochází k další (nerovnoměrné) deformaci vzorku, při které se snižuje smluvní napětí a na zkušebním vzorku vzniká krček. V praxi se získaná závislost napětí – poměrná deformace využívá pro stanovení meze kluzu, meze pevnosti, homogenní a celkové tažnosti materiálu. [20]

Smluvní mez pevnosti

Mez pevnosti R_m je maximální napětí, kterého je dosaženo ve smluvním diagramu napětí – deformace. Mez pevnosti je dána poměrem maximální dosažené síly vzniklé při tahové zkoušce a počátečního průřezu zkušebního vzorku.

$$R_m = \frac{F_{\max}}{S_0} \text{ [MPa]} \quad (4)$$

Kde:

- R_m – je mez pevnosti [MPa],
 F_{\max} – je maximální zatěžující síla [N].

Pro tvárné materiály je mez pevnosti dána hodnotou smluvního napětí, při kterém dochází ke vzniku krčku na zkušebním vzorku a k lomu tělesa dojde až při lomovém napětí R_f . U materiálů s velmi malou, či nulovou plastickou deformací, pak hodnota R_m odpovídá napětí v okamžiku lomu R_f . [20]

Mez kluzu

Mez kluzu je veličina, po jejímž překročení dochází ve vzorku ke vzniku plastické deformace. Na diagramu na obrázku 8, lze považovat za mez kluzu napětí, při němž dochází k odklonu od přímky dané Hookovým zákonem. Avšak tato hodnota je přímo závislá na přesnosti průtahoměru. Proto se častěji využívá tzv. smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$. Jedná se o napětí vyvolávající plastickou deformaci o velikosti $\varepsilon_p = 0,2 \%$. Je nutno poznamenat, že hodnota meze kluzu $R_{p0,2}$ je dosažena při celkové deformaci ε , jež je dána součtem elastické ε_e a plastické ε_p deformace. [20]

Pro některé materiály (např. šedá litina) je téměř nemožné určit lineární část v diagramu, a proto je mez kluzu určena celkovou deformací např. $\varepsilon_t = 0,005$ a mez kluzu je označena symbolem $R_{t0,5}$. [20]

Deformační charakteristiky

Celková Tažnost A

Jedná se o deformační charakteristiku popisující plastické vlastnosti daného materiálu. Se zvyšující se hodnotou tažnosti je materiál snadněji trvale deformovatelný. Celková tažnost zahrnuje, jak homogenní deformaci (prodloužení vzniklé do bodu nestability na mezi pevnosti), tak nehomogenní deformace (oblast vzniku krčku na zkušebním vzorku). Celková tažnost je veličinou silně závislou na měřené délce vzorku, obzvláště vznikne-li krček v měřené pracovní oblasti. Celková tažnost materiálu je vyjádřena v procentech, ve shodě se vzorcem (5). [20,21]

$$A = \frac{L-L_0}{L_0} \cdot 100 = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100 [\%] \quad (5)$$

Kde:

- L – je okamžitá (skutečná) délka vzorku při zatížení [mm],
- L_0 – je počáteční délka zkušebního vzorku [mm],
- ΔL – je přírůstek délky vzorku pro dané zatížení [mm].

Homogenní tažnost A_H

Homogenní tažnost oproti celkové tažnosti obsahuje pouze prodloužení v oblasti stability, což znamená po mez pevnosti (před vznikem krčku). Určení hodnoty homogenní tažnosti lze provádět přímo při tahové zkoušce a měření není závislé na počáteční délce vzorku. Homogenní tažnost materiálu je vyjádřena v procentech, ve shodě se vzorcem (6). [20,22]

$$A_H = \frac{L_H-L_0}{L_0} \cdot 100 = \frac{\Delta L_H}{L_0} \cdot 100 [\%] \quad (6)$$

Kde:

- L_H – je délka měřeného úseku vzorku při dosažení meze pevnosti [mm],
- L_0 – je počáteční délka zkušebního vzorku [mm],
- ΔL_H – je přírůstek délky vzorku pro dané zatížení [mm].

Kontrakce (Zúžení) Z

Kontrakce podobně jako tažnost vyjadřuje míru plasticity, přesněji se jedná o poměr změny průřezu vzorku vůči průřezu původnímu. Nejčastěji se využívá u vzorků kruhového

průřezu vzhledem k jeho symetrii. Výpočet kontrakce lze realizovat ve shodě se vzorcem (7). [20,22]

$$Z = \frac{S_0 - S_U}{S_0} \cdot 100 = \frac{\Delta S}{S_0} \cdot 100 [\%] \quad (7)$$

Kde:

- S_0 – je původní průřez tyče [mm^2],
- S_U – je průřez tyče v místě přetržení [mm^2],
- ΔS – je změna průřezu vzorku při daném zatížení [mm].

Diagram skutečné napětí – skutečná deformace

Diagram skutečné napětí – skutečná deformace se využívá v řadě analýz (např. při posouzení tvařitelnosti plechů, pro pevnostní výpočty součástí apod.), kde dochází k větším deformacím a výraznějším změnám tvaru vzorku. Skutečné napětí je pak definováno podílem okamžité síly F a okamžitého průřezu vzorku S . Skutečné napětí je vyjádřeno vzorcem (8).

$$\sigma = \frac{F}{S} [\text{MPa}] \quad (8)$$

Mezi smluvním napětím a napětím skutečným platí vztah

$$\sigma = R \cdot \frac{S_0}{S} [\text{MPa}] \quad (9)$$

Vzhledem k velmi malým přírůstkům délky Δl při zatížení vzorku je možné pro výpočet skutečné deformace použít vzorec (10).

$$\bar{\varepsilon} = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \left(\frac{L}{L_0} \right) \quad (10)$$

Kde:

$L = L_0 + \Delta L$ je délka tyče po provedené zkoušce [mm].

Pro výpočet skutečné deformace v intervalu do hodnoty smluvní meze pevnosti (konce rovnoměrné deformace) pak platí mezi deformací ε a skutečnou deformací $\bar{\varepsilon}$ vztah (11).

$$\bar{\varepsilon} = \ln (1 + \varepsilon) \quad (11)$$

Stejnou úpravu je možné použít pro výpočet skutečného napětí, přičemž je založena na předpokladu, že změna tvaru součásti (při plastické deformaci) je zapříčiněna pouze změnou polohy hmoty v prostoru (zákon o zachování objemů). Pak platí vzorec (12). [20]

$$\sigma = R(1 + \varepsilon) \quad (12)$$

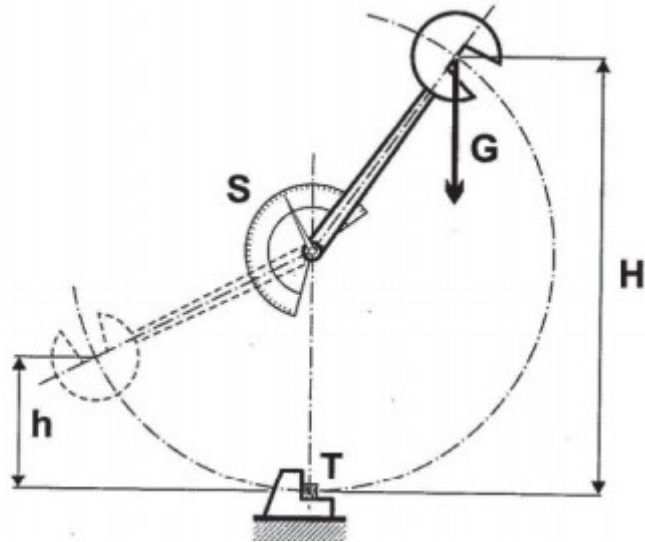
2.3.2. Rázová zkouška ohybem

Jedná se o nejjednodušší a nejrozšířenější metodu pro hodnocení odolnosti materiálu proti křehkému porušení. U některých konstrukčních materiálů může vlivem snížené teploty a dynamického zatížení docházet k intenzivnímu snížení odolnosti proti křehkému porušení. Jde o nežádoucí změnu z houževnatého (tvárného) na křehký (štěpný) lom. Tato změna je charakteristická pro většinu konstrukčních ocelí a některé další kovy. [20,23]

Princip metody a zkušební vzorky

Rázová zkouška ohybem spočívá v přeražení zkušební vzorku, který obsahuje defekt (vrub, trhlinu). Zkouška je provedena jedním rázem Charpyho kladiva za podmínek určených normou. Zkušební vzorek se ohřeje, popřípadě ochladí na požadovanou teplotu. Zkouškou je zjištěna velikost potřebné rázové práce pro porušení tělesa, případně charakter lomu. [20,23]

Tvar a velikost zkušebních vzorků je dán normou ČSN EN ISO 7438. Vzorek obsahuje v polovině své délky vrub ve tvaru U nebo V. Vrub ve tvaru U může mít hloubku dle normy – 3 mm a ve tvaru V – 2 mm. Zkušební vzorek opatřený vrubem je uložen proti opěrám zkušebního stroje a je umístěn tak, aby došlo k naražení břitu kladiva v rovině souměrnosti vrubu a vrub se nacházel na opačné straně oproti břitu kladiva. [20,23]



Obr. 9 - Schéma kyvadlového kladiva Sherpy [23]

Samotná zkouška probíhá na kyvadlových kladivech s různou maximální nárazovou energií, podle toho, jaký typ materiálu je třeba přerážet. Schematický princip provedení zkoušky je ukázán na obrázku 9. Kladivo s hmotností G je uloženo v nejvyšší poloze H . Při následném uvolnění kladiva dochází k jeho pádu a přeměně potenciální energie na energii kinetickou. Břit kladiva přerazí zkušební vzorek T a díky přebytečné energii vystoupá na druhé straně do výšky h . Absorbovaná energie zkušebního vzorku bude:

$$K = G \cdot (H - h) \text{ [J]} \quad (13)$$

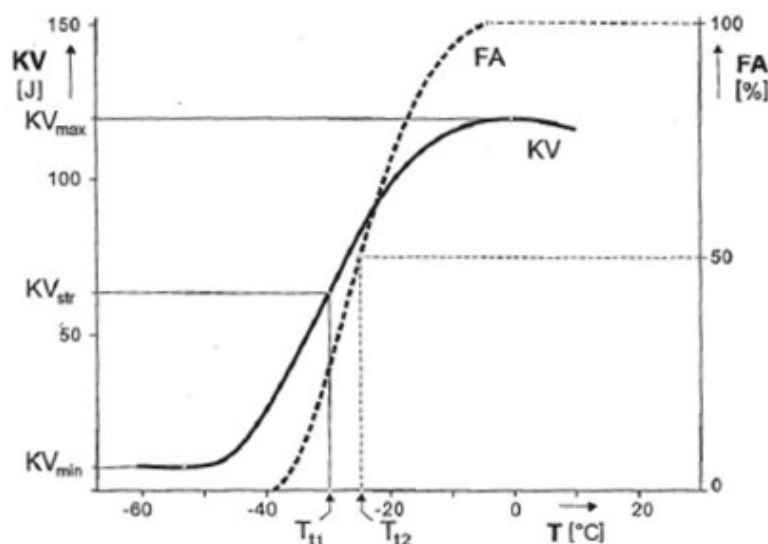
a hodnotu práce potřebné k přeražení zkušebního vzorku ukáže ručička na stupnici S , nebo je pomocí snímače polohy a převodníku přímo číselně určena v řídicím programu přístroje. Takto změřená práce se značí KV nebo KU podle tvaru vrubu na vzorku. Norma dále určuje použití kladiv, které mají břity o poloměru 2 nebo 8 mm. Konečné značení zkoušky pak může být např. KV_2 . [20,23]

Výstupy zkoušky rázem v ohybu

- Absorbovaná energie dle předešlé podkapitoly.
- Příčné rozšíření LE [mm] je charakteristika určující rozdíl délek stran v místě nárazu kladiva před a po vykonání zkoušky. Tato hodnota se měří pomocí speciálního přípravku daného dle normy.

- Podíl houževnatého lomu FA [%] je další charakteristika vystihující procentuální podíl houževnatého a křehkého lomu. Lomová plocha vzorku po zkoušce v závislosti na materiálu a teplotě může vykazovat houževnatý nebo křehký lom. Typicky to bývá směs houževnatého a křehkého lomu. Vlivem vyššího obsahu křehkého lomu se stává materiál náchylnější na křehké porušení. Houževnatý (tvárný) lom se díky své výrazné plastické deformaci projevuje matným vzhledem, naopak u křehkého lomu nedochází k předešlé plastické deformaci a lom je lesklý. [20,23]

Přechodová teplota



Obr. 10 - Diagram přechodové teploty [20]

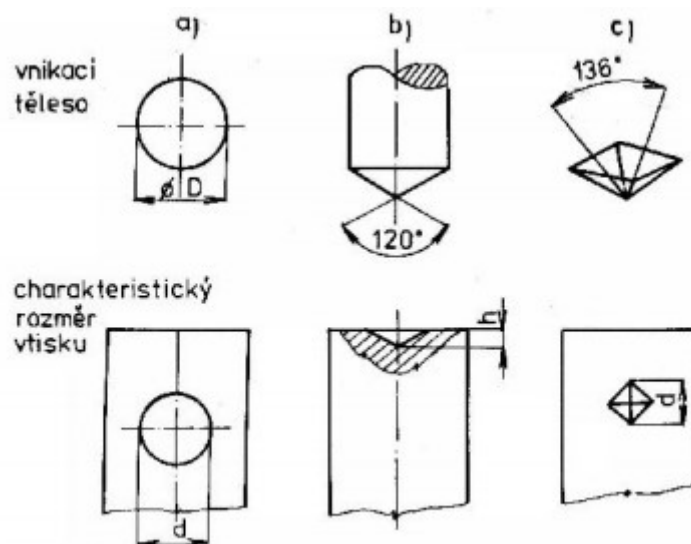
Přechodová teplota je veličinou udávanou pro materiály, u kterých s klesající teplotou dochází k intenzivnímu poklesu hodnoty nárazové práce potřebné pro přeražení vzorku, což se projevuje křehkým lomem. To se projeví na tvaru závislosti absorbované práce a podílu houževnatého lomu na teplotě zkoušky. Tato závislost je používána pod názvem přechodová, taktéž tranzitní křivka. Tvar a rozptyl křivky je závislý na samotném materiálu a zpracování výsledků. Obvykle se získává z měření při sedmi teplotách, přičemž za každé teploty jsou testovány minimálně tři vzorky. Křivky získané tímto způsobem jsou pak použity k vyhodnocení přechodové teploty T_t (viz obr. 10), při které se materiál začne chovat převážně křehce. Vzhledem k většímu teplotnímu intervalu této změny neexistuje žádná obecná definice přechodové teploty. [20,23]

2.4. Zkoušky tvrdosti

Zkoušky tvrdosti slouží pro definování změn vlastností materiálů po technologickém zpracování. Jedná se o rychlou a levnou zkoušku. Zpravidla funguje na principu vtlačení indentoru (vnikajícího tělesa) do povrchu zkušební vzorku definovanou silou tak, aby došlo k trvalé (plastické) deformaci. Takové metody jsou označovány jako metody vnikací. [20,23]

Základní rozdělení vnikacích zkoušek pro měření tvrdosti kovů

- Zkouška tvrdosti podle Brinnela
- Zkouška tvrdosti podle Rockwella
- Zkouška tvrdosti podle Vickerse



Obr. 11 - Zkoušky tvrdosti: a) podle Brinnela, b) podle Rockwella, c) podle Vickerse [24]

Zkouška tvrdosti podle Brinnela

Zkouška tvrdosti podle Brinnela je nejrozšířenější zkouška tvrdosti vzhledem k své nenáročnosti na přípravu povrchu zkušební vzorku. Zkouška spočívá ve vtlačení tvrdokovového indentoru ve tvaru kuličky (viz obr. 11a) o průměru D do povrchu zkušební vzorku za působení předepsané síly F po dobu 10 až 15 s. Po vykonání zkoušky dojde k odlehčení a změření průměru vtisku ve dvou navzájem kolmých směrech.

Následně je z těchto hodnot vypočítán střední průměr vtisku d . Tvrdost podle Brinella lze počítat podle vztahu: [20, 23]

$$HBW = 0,102 \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} [\text{kp} \cdot \text{mm}^{-2}] \quad (14)$$

Kde:

- D – je průměr kuličky [mm],
 d – je střední průměr vtisku [mm],
 F – je zkušební síla [mm].

Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Zkouška tvrdosti podle Rockwella spočívá ve vtlačení kuličky nebo diamantového kuželu (s vrcholovým úhlem 120° viz obr. 11b) při zatížení definované síly. Oproti ostatním metodám měření tvrdosti nemá přepočtové tabulky a číslo tvrdosti podle Rockwella (HR) se odečítá pomocí hloubkoměru, který je součástí tvrdoměru. Taktéž tato metoda nemá zatěžovací konstantu, ale je podle typu materiálu předepsaná zatěžovací síla a indentor. Tyto kombinace jsou pak popsány velkým písmenem za značkou HR. Například HRA jehlan pro tvrdé materiály, HRC jehlan pro vysokopevnostní oceli apod. [20,23]

Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Zkouška tvrdosti podle Vickerse je nejrozšířenější zkouška toho typu v Evropě. Pro zkoušku se používá indentor ve tvaru jehlanu o čtvercové základně a vrcholovém úhlu 136° , takže vznikají pravidelné čtyřhranné vtisky. Úhel je také volen tak, aby co nejméně ovlivnil výsledek a přiblížil se k hodnotám tvrdosti určené metodou podle Brinella. Po dokončení měření lze vypočítat tvrdost dle Vickerse jako poměr zatěžující síly a plochy vtisku dle vztahu (15): [23]

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2} [\text{kp} \cdot \text{mm}^{-2}] \quad (15)$$

Kde:

- F – je zatěžující síla [mm],
 d – je střední průměr velikost úhlopříčky vtisku [mm].

Princip zkoušky spočívá ve vtlačení indentoru do povrchu zkušebního vzorku silou F po dobu 10 až 15 s. Po odlehčení se provede přeměření úhlopříček vtisku d_1 a d_2

(s přesností $\pm 0,001$ mm) a vypočítá se jejich aritmetický průměr d . Pro eliminaci chyb způsobených tvarem vzorku a vzájemnou plastickou deformací v okolí vtisku, musí být tloušťka vzorku alespoň $1,5 \cdot d$ a vzdálenost mezi středy vtisků u ocelí, měďi a jejich slitin alespoň $3 \cdot d$. [23]

Velkou výhodou této metody je vysoká přesnost měření. Další výhodou jsou poměrně malé vtisky, takže nedochází k příliš velkému poškození povrchu vzorku a lze měření provádět v malých oblastech se specifickými vlastnostmi. Toto má avšak nevýhodu u hrubozrnných nebo nehomogenních kovů jako je například šedá litina, u které pak nelze jednoznačně určit výsledky. Nevýhodou je taktéž nutnost dodržení určité drsnosti povrchu pro zajištění přesných výsledků měření. [20,23]

2.5. Tribologické zkoušky

Tribologie je věda a technologie zabývající se vzájemnou interakcí mezi dvěma až třemi materiály. Běžně to bývají dva pevné materiály v mechanickém kontaktu za relativního vzájemného pohybu a třetí materiál (v kapalném nebo pevném stavu), který je umístěn mezi dvěma pevnými materiály, pro ovlivnění třecích vlastností. Relativní pohyb může být ve formě valení, kmitání, nárazení, nebo ve formě kluzného pohybu. Tribologie je rozšířena do různých technologických odvětví, protože tření a s ním spojené děje se objevují téměř u všech technologických aplikací. [25]

Při tribologických zkouškách jsou navzájem deformovány dvě pevná tělesa, kdy deformace prvního tělesa vyznačuje odolnost tělesa druhého a opačně. Často se využívá třetího materiálu ve formě maziva pro zlepšení třecích vlastností. Důležitým faktorem je stav kontaktní plochy, která díky nerovnostem může způsobovat pouze částečný kontakt. Vzhledem k variabilitě testovaných materiálů dochází ke značným rozdílům, jak v intenzitě opotřebení, tak ve velikosti koeficientu tření. [25]

Tribologické zkoušky za vyšších teplot jsou aplikovány na materiály, které se používají pro výrobu součástí operujících za vyšších teplot. Materiály testované při vyšších teplotách mohou mít výrazně rozdílné vlastnosti než při teplotě okolí. Vysoká teplota však nemá vliv pouze na vlastnosti materiálu, ale také na vlastnosti maziva, které při extrémních teplotách nelze využívat. Zkoušky za vyšších teplot probíhají na tribometrech vybavených pecí, pro testy až do teploty 1200 °C. [25]

Metody tribologických zkoušek

- **Scratch test**
- **Block on ring**
- **Pin on V test**
- **Ball-on-disc**

Metod využívaných pro tribologické zkoušky je celá řada.

Scratch test

Scratch test je jednoduchý, praktický test pro zjištění odolnosti materiálu proti otěru a opotřebení povrchu materiálu. Také se využívá pro testování přilnavosti povlaků pro různé aplikace. Zkouška je provedena za použití nástroje, kterým může být tyčka s diamantovou špičkou. Popřípadě lze použít indentor pro zkoušení podle Rockwella a další. Pro zkoušku se využívá jak konstantní zatížení, tak i progresivní zatížení. Nástroj po materiálu přejíždí v přímočarém směru. [26]

Block on ring

Je to metoda využívaná pro zjištění odporu materiálu vůči klouzání. Při zkoušce se používá blok testovaného materiálu, který je přitlačován na prstenec z druhého materiálu, který vykonává rotační pohyb. Zkouška může být provedena za použití téměř jakýchkoliv materiálů, včetně využití mazání. Dále je možné nastavit přitlačnou sílu a rychlost otáčení prstence. Výsledky měření se dají pak využít pro porovnání různých dvojic materiálů z hlediska jejich kluzných vlastností za různých podmínek. [27]

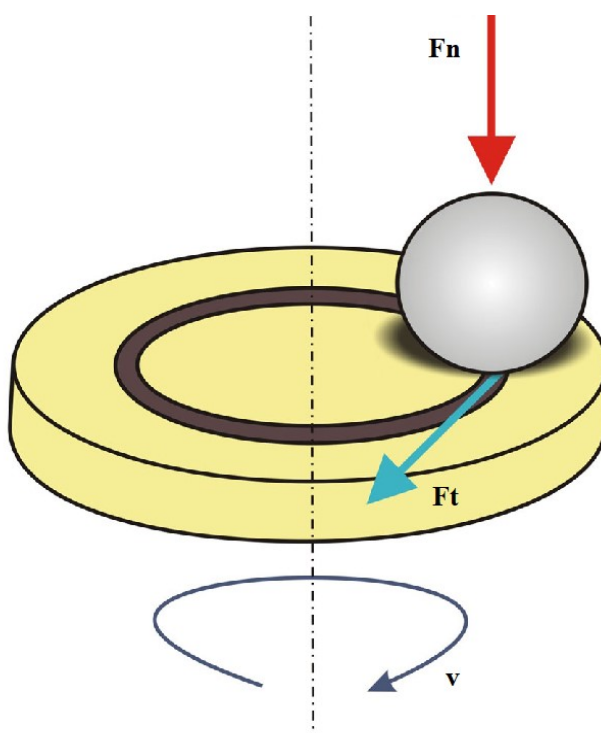
Pin o V block test

Metoda určená pro testování maziv, jak v kapalném, tak i pevném stavu. Při testu je válcová tyčka vložena mezi dva stacionární bloky s V drážkou, přičemž se tyčka otáčí. Zatížení je aplikováno na V bloky pomocí rohatkového mechanismu. Při použití kapalného mazání je celý systém ponořen v mazivu. Výsledkem měření je třecí moment a maximální tlak vyvozený V bloky, při kterém je mazivo stále v kontaktu s válcovou tyčkou a V bloky, než dojde k selhání mazacích vlastností. [28]

2.5.1. Ball-on-disc

Metoda Ball-on-disc je tribologickou zkouškou, která bude využita v experimentální části práce. Principem zkoušky je vtlačování pevně upnutého tělesa ve tvaru kuličky, definovanou silou do zkušebního vzorku ve tvaru disku. Při použití mazací kapaliny je vzorek umístěn do misky. Vzorek je při zkoušce otáčen předem definovanými otáčkami, přičemž začne díky přitlačované kuličce vznikat na povrchu vzorku stopa (rýha). Z profilu a hloubky opotřebení lze následně určit vlastnosti a ořevzdornost vzorku. Tato metoda je využívána i pro zjištění koeficientu tření, který je stanoven z průběhu naměřených sil. [30]

Výsledky získané při zkoušce Ball-on-disc slouží pro definování průběhu koeficientu tření v závislosti na počtu cyklů, nebo uraženou vzdálenost, nebo pro zjištění velikosti opotřebení tělesa (kuličky) a pro zjištění velikosti a charakteru stopy vytvořené tělesem na vzorku. [30]



Obr. 12 - Princip metody Ball-on-disc [29]

Z principu metody Ball-on-disc, schematicky znázorněném na obrázku 12, lze následně vypočítat koeficient tření μ na základě působení přitlačné síly kuličky F_n a odporové síly F_t směřující proti směru otáčení vznikající třením kuličky a zkušební vzorku.

$$\mu = \frac{F_n}{F_t} [-] \quad (16)$$

Kde:

F_n – je normálová síla [N],

F_t – je tečná síla [N].

3. Praktická část

Cílem praktické části bakalářské práce bylo otestovat mechanické a tribologické vlastnosti plazmově nitridovaných dílů, které byly zpracovány za pomoci tváření a 3D tisku z austenitické vysoce legované oceli AISI 316L.

Ocel AISI 316L (1.4404), nebo také ČSN 17 349 podle českého značení je austenitická chrom – nikl – molybdenová korozivzdorná ocel s obsahem uhlíku pod 0.03 %. Jedná se o nemagnetickou ocel. AISI 316L má vynikající odolnost vůči korozi a je také odolná vůči organickým a anorganickým kyselinám. Vzhledem k nízkému obsahu uhlíku je tato ocel poměrně dobře svařitelná. V tabulce 1 je uvedeno chemické složení ocele AISI 316L dle normy EN 10088-3. Tabulka 2 pak obsahuje mechanické vlastnosti naměřené na tvářených a SLM vzorcích při statické zkoušce tahem.

Tab. 1 - Chemické složení ocele AISI 316L dle normy EN 10088-3

Značení ocele		Chemické složení dle EN 10088-3 v [%]						
AISI	DIN	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Ostatní
		max	max	max	min - max	min -max	min - max	max
316L	1.4404	0,03	1,0	2,0	16,5 - 18,5	2,0 - 2,5	11,0 - 14,0	
	1.4432	0,03			16,5 - 18,5	2,5 - 3,0	10,5 - 13,0	
	1.4435	0,03	1,0	2,0	17,0 - 18,5	2,5 - 3,0	12,5 - 15,0	S ≤ 0,025

Tab. 2 - Mechanické vlastnosti AISI 316L pro tvářené a 3D tisknuté vzorky

	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Mez pevnosti R_m [MPa]	Homogenní tažnost A_g [%]	Tažnost A40 [%]
TV-1	603,3	767,2	13,27	29,91
TV-2	603,5	756,3	13,54	30,62
3D-1	473,3	554,7	14,69	16,38
3D-2	487,5	575	23,76	40,2

Ocel AISI 316L má široké spektrum využití. Je známa také pod názvem chirurgická ocel. Velké využití má zejména v chemickém, petrochemickém a energetickém průmyslu pro výrobu armatur, nádrží na chemikálie, výparníky, tlakové nádoby apod. Taktéž je využívána pro výrobu různých šperků a díky své korozní odolnosti v lodním průmyslu. V současné době je velmi populární výroba ve formě prášku pro využití při 3D tisku.

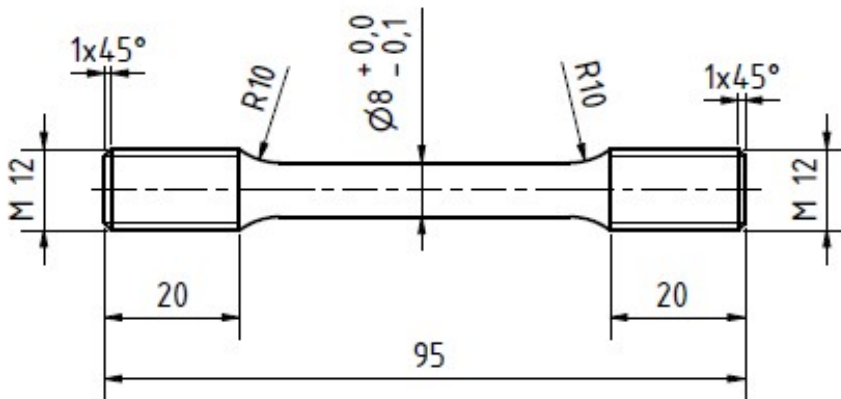
3.1. Plán experimentů a návrh zkušebních vzorků

Na základě zadání bakalářské práce, byl vytvořen plán experimentů. Vzhledem k finanční náročnosti 3D tisknutých dílů vyrobených metodou SLM bylo plánováno a uskutečněno méně testů ve srovnání s tvářenými díly. Plán experimentů byl složen z následujících činností:

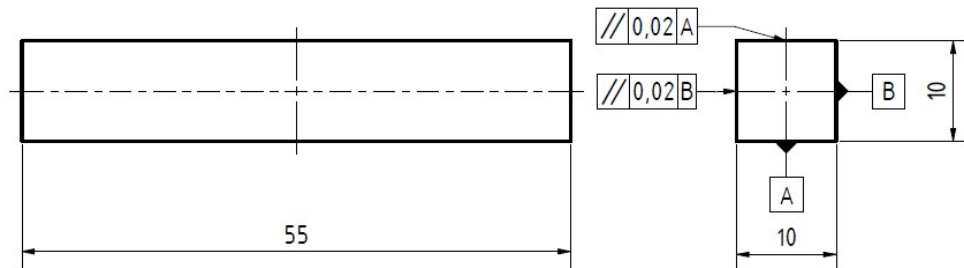
- 1) **Měření tloušťky nitridové vrstvy** na vzorcích nitridovaných při teplotě 550 °C na 20 hodin. Měření proběhlo pro SLM (2ks) a tvářené (2ks) vzorky.
- 2) **Měření tvrdosti HV 0,1** na tvářeném vzorku nitridovaném při teplotě 550 °C na 20 hodin.
- 3) **Statická zkouška tahem** pro tvářené vzorky při RT (2ks bez nitridace a 2ks s nitridací) a při teplotách 200 °C (2 ks); 400 °C (2 ks); 500 °C (2 ks); 600 °C (2 ks) a 800 °C (2 ks) s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.
- 4) **Statická zkouška tahem** pro SLM vzorky při teplotě okolí RT (2 ks bez a 2ks s nitridací) a při 400 °C (2 ks) a 600 °C (2 ks) s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.
- 5) **Rázová zkouška ohybem** pro tvářené vzorky při teplotě okolí RT (4 ks) a při nižších teplotách -30 °C (4 ks) a -50 °C (2 ks) s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.
- 6) **Rázová zkouška ohybem** pro SLM vzorky při teplotě okolí RT (3 ks) a při nižších teplotách -30 °C (3 ks) a -50 °C (2 ks) s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.
- 7) **Stanovení tribologických vlastností** pro tvářené vzorky metodou Ball-on-disc při RT s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin a při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin.
- 8) **Stanovení tribologických vlastností** pro SLM vzorky metodou Ball-on-disc při RT při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.
- 9) **Stanovení tribologických vlastností** pro tvářené vzorky metodou Ball-on-disc při teplotách 400 °C (1 ks); 450 °C (1 ks); 500 °C (1 ks) a 550 °C (1 ks) pro jednotlivé nitridace při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin a při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin.
- 10) **Stanovení tribologických vlastností** pro SLM vzorky metodou Ball-on-disc při teplotách 400 °C (1 ks); 450 °C (1 ks); 500 °C (1 ks) a 550 °C (1 ks) pro jednotlivé

nitridace při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin a při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin.

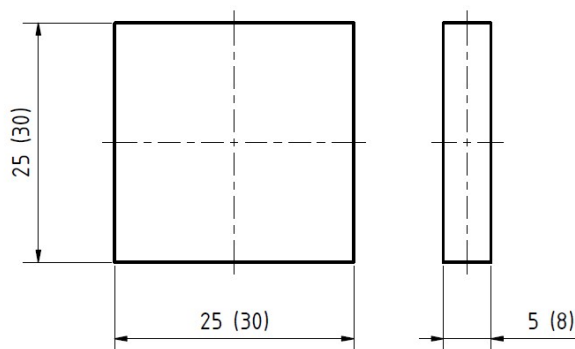
Pro testování mechanických a tribologických vlastností byly z tvářených a 3D tisknutých polotovarů obrobena zkušební vzorky, které se následně plazmově nitridovaly. Jednotlivé použité vzorky jsou ukázány na obrázcích 13 - 15.



Obr. 13 - Zkušební tyčka pro statickou zkoušku tahem



Obr. 14 - Zkušební vzorek pro rázovou zkoušku v ohybu



Obr. 15 - Zkušební vzorek pro tribologické zkoušky

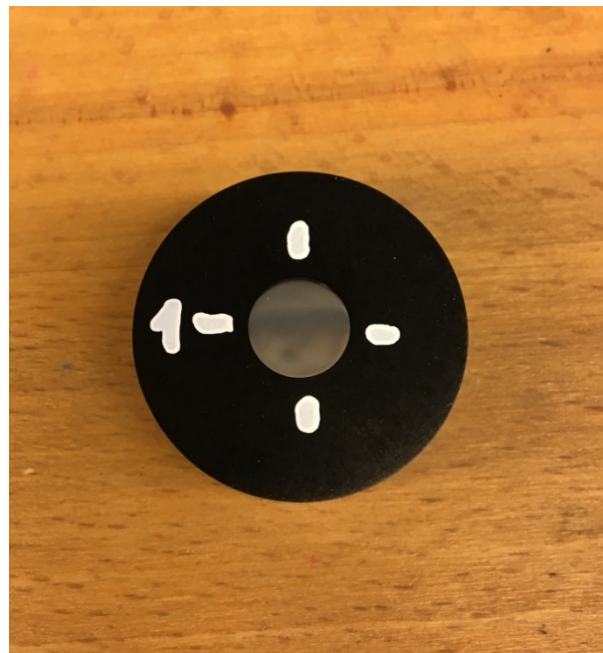
3.2. Metalografie stanovení tloušťky nitridované vrstvy

Tloušťka nitridované vrstvy bývá předepsána a má vliv na vlastnosti výrobku, zejména na odolnost proti opotřebení. Zjišťuje se nejčastěji metalograficky a slouží k potvrzení, zda bylo všude dosaženo požadované tloušťky. Tedy zda byly zvoleny správné procesní parametry nitridace, a jak se případně tloušťka nitridované vrstvy mění v závislosti na tvarové složitosti nitridované součásti.

Měření tloušťky nitridované vrstvy probíhalo za pomoci digitálního mikroskopu Olympus DSX500 (obr. 16). Vzorky pro měření tloušťky nitridované vrstvy byly odebrány ze vzorků využitých pro rázovou zkoušku ohybem a pro statickou zkoušku tahem. Vzorky byly uříznuty na metalografické pile, kolmo na nitridovaný povrch. Vzorek byl vybroušen, vyleštěn a naleptán tak, aby bylo možné opticky zvýraznit nitridovanou vrstvu s následným mikroskopickým vyhodnocením.



Obr. 16 - Digitální mikroskop Olympus DSX500



Obr. 17 - Kruhový vzorek pro měření nitridované vrstvy

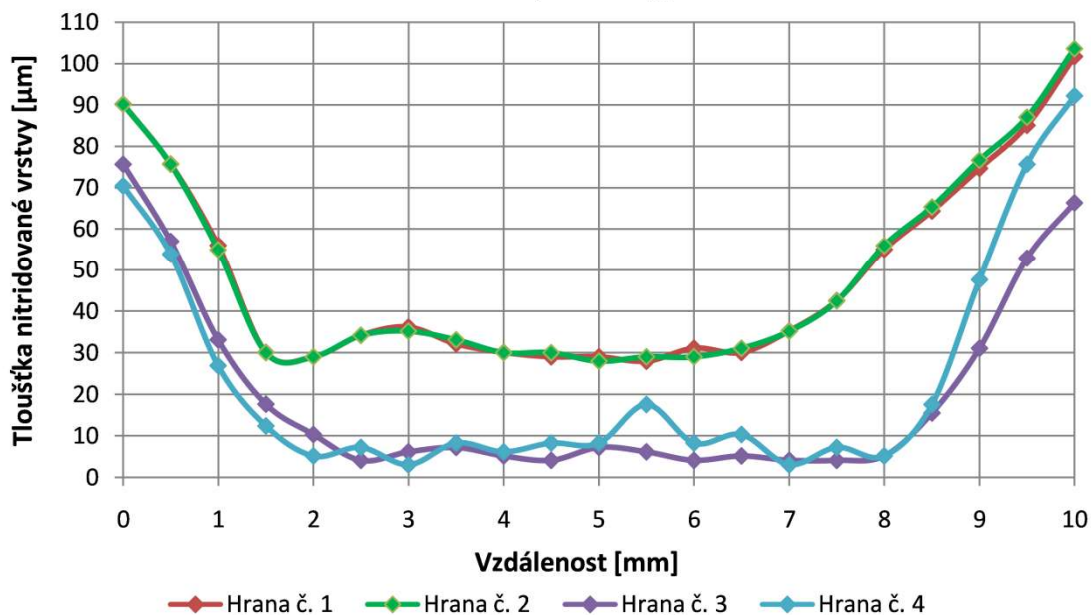
Samotný proces spočíval v nasnímání jednotlivých hran (u čtvercového průřezu), nebo v nasnímání čtvrtkruhů (v případě kruhového průřezu) vzorku. Snímky byly pořízeny při 500 a 600 násobném zvětšení. U vzorků se čtvercovým průřezem probíhalo měření na jednotlivých hranách o délce 10 mm, přičemž tloušťka vrstvy byla změřena každých 0,5 mm. U vzorku kruhového průřezu (viz. obr. 17) o průměru 8 mm byla tloušťka

nitridované vrstvy měřena po 7.5°. V tabulce 3 jsou uvedeny hodnoty změřených tloušťek pro jednotlivé hrany tvářeného vzorku. Grafické vyhodnocení změřených hodnot je na obrázku 18. Vzorek byl nitridován při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.

Tab. 3 - Tloušťka nitridované vrstvy tvářeného vzorku čtvercového průřezu

Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	90,3	75,7	56,0	30,1	29,1	34,2	36,2	32,2	30,1	29,1	29,1
Hrana č. 1	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	28,0	31,1	30,1	35,3	42,5	55,0	64,3	74,7	85,1	101,7	
Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	90,1	75,6	54,9	30,1	29,0	34,2	35,2	33,2	30,1	30,1	28,0
Hrana č. 2	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	29,0	29,0	31,1	35,2	42,5	56,0	65,3	76,7	87,0	103,6	
Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	75,7	57,0	33,2	17,6	10,4	4,2	6,2	7,3	5,2	4,2	7,3
Hrana č. 3	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	6,2	4,2	5,2	4,2	4,2	5,2	15,6	31,1	52,9	66,4	
Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	70,5	53,9	26,9	12,4	5,2	7,3	3,1	8,3	6,2	8,3	8,3
Hrana č. 4	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	17,6	8,3	10,4	3,1	7,3	5,2	17,6	47,7	75,6	92,2	

Tloušťka nitrídané vrstvy vzorku čtvercového průřezu (Tvářený)



Obr. 18 - Tloušťka nitrídané vrstvy čtvercového průřezu - Tvářený

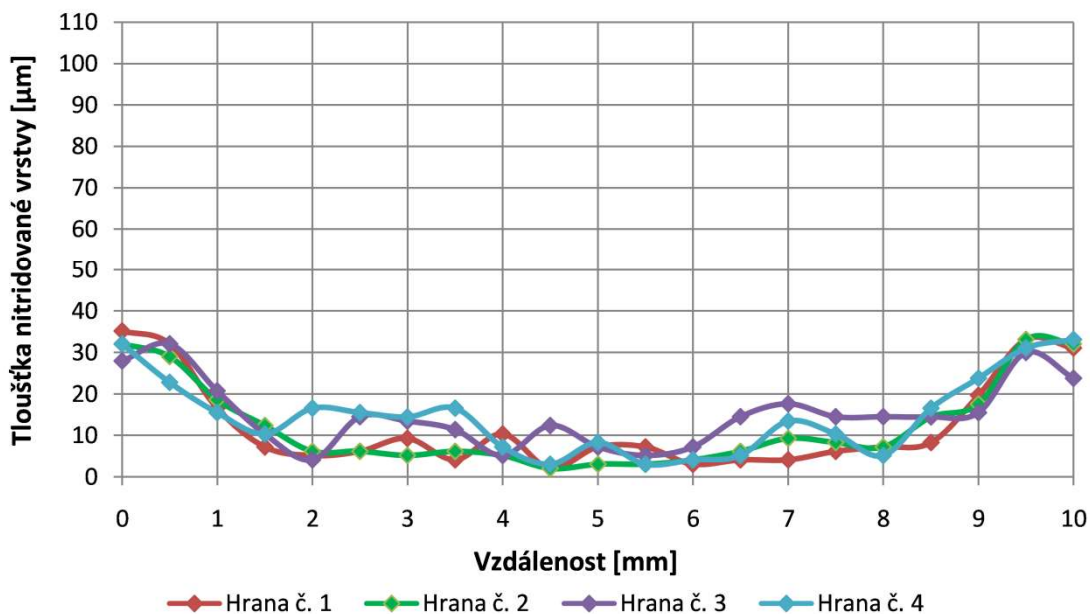
V tabulce 4 jsou uvedeny hodnoty změřených tlouštěk pro jednotlivé hrany 3D tisknutého vzorku. Grafické vyhodnocení změřených hodnot je na obrázku 19. Stejně jako v předchozím případě byl vzorek nitrídaný při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin.

Tab. 4 - Tloušťka nitrídané vrstvy 3D tisknutého vzorku čtvercového průřezu

Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	35,2	32,1	16,6	7,3	5,2	6,2	9,3	4,1	10,4	2,1	7,3
Hrana č. 1	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	7,3	3,1	4,1	4,1	6,2	7,3	8,3	19,7	33,1	31,1	
Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	32,1	29,0	18,7	12,4	6,2	6,2	5,2	6,2	5,2	2,1	3,1
Hrana č. 2	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	3,1	4,1	6,2	9,3	8,3	7,3	14,5	17,6	33,2	32,1	
Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	28,0	32,1	20,7	10,4	4,2	14,5	13,5	11,4	5,2	12,4	7,3
Hrana č. 3	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	
	5,2	7,3	14,5	17,6	14,5	14,5	14,5	15,5	30,1	23,8	
Vzdálenost [mm]	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Tloušťka vrstvy [μm]	32,1	22,8	15,5	10,4	16,6	15,5	14,5	16,6	7,3	3,1	8,3
Hrana č. 4	5,5	6	6,5	7	7,5	8	8,5	9	9,5	10	

	3,1	4,1	5,2	13,5	10,4	5,2	16,6	23,8	31,1	33,2	
--	-----	-----	-----	------	------	-----	------	------	------	------	--

Tloušťka nitrídané vrstvy vzorku čtvercového průřezu (3D tisk)



Obr. 19 - Tloušťka nitrídané vrstvy čtvercového průřezu – 3D tisk

Tabulka 5 obsahuje hodnoty tloušťky nitrídané vrstvy vzorku s kruhovým průřezem, kde je kruh rozdělen do čtvrtkruhů a tloušťka byla měřena každých 7,5°. Jedná se o 3D tisknutý vzorek vyroben metodou SLM s nitrídací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Tabulka 6 obsahuje hodnoty tloušťky nitrídané vrstvy vzorku s kruhovým průřezem tvářeného vzorku.

Tab. 5 - Tloušťka nitrídané vrstvy 3D tisknutého vzorku kruhového průřezu

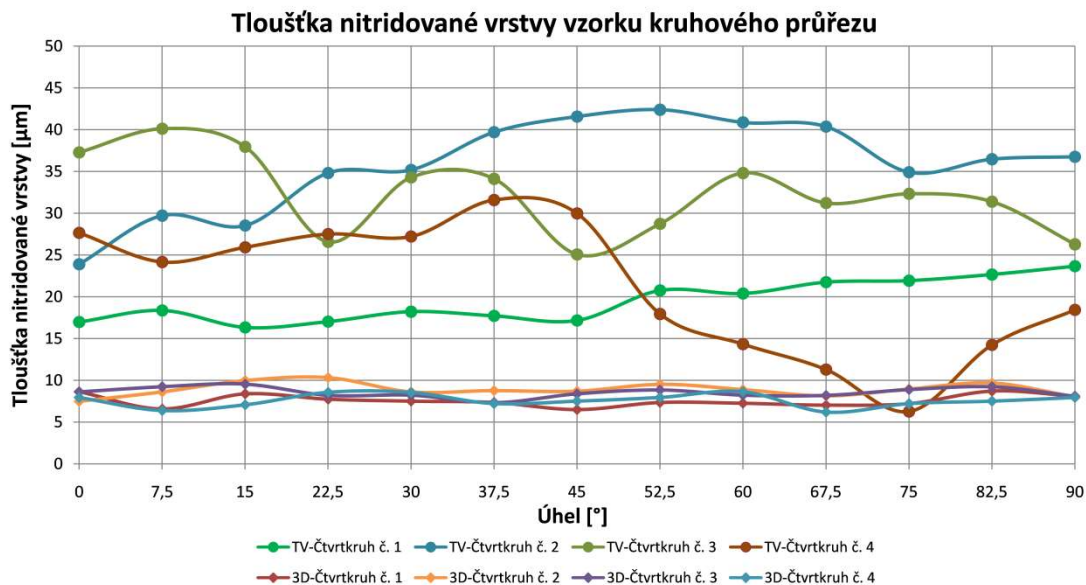
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	8,7	6,6	8,4	7,7	7,5	7,4	6,5
Čtvrtkruh č. 1	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	7,4	7,3	7,0	7,2	8,7	8,1	
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	7,5	8,6	10,0	10,3	8,6	8,8	8,7
Čtvrtkruh č. 2	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	9,5	8,9	8,1	9,0	9,7	8,0	
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	8,6	9,2	9,6	8,2	8,2	7,3	8,4
Čtvrtkruh č. 3	52,5	60	67,5	75	82,5	90	

	8,8	8,2	8,2	8,9	9,2	8,1	
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	8,0	6,4	7,1	8,6	8,6	7,2	7,5
Čtvrtekruh č. 4	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	8,0	8,6	6,2	7,2	7,5	8,0	

Tab. 6 - Tloušťka nitridované vrstvy tvářeného vzorku kruhového průřezu

Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	17,0	18,4	16,3	17,0	18,2	17,7	17,2
Čtvrtekruh č. 1	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	20,8	20,4	21,8	21,9	22,7	23,7	
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	23,9	29,7	28,5	34,8	35,2	39,7	41,6
Čtvrtekruh č. 2	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	42,4	40,9	40,4	34,9	36,5	36,8	
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	37,3	40,1	38,0	26,6	34,3	34,1	25,1
Čtvrtekruh č. 3	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	28,7	34,8	31,2	32,3	31,4	26,3	
Rádus [°]	0	7,5	15	22,5	30	37,5	45
Tloušťka vrstvy [μm]	27,7	24,2	25,9	27,5	27,2	31,6	30,0
Čtvrtekruh č. 4	52,5	60	67,5	75	82,5	90	
	17,9	14,3	11,3	6,3	14,3	18,4	

Graf na obrázku 20 zobrazuje tloušťku nitridovaných vrstev pro tvářený i 3D tisknutý vzorek v jednotlivých čtvrtkruzích. Z grafu je zřejmé, že u tvářených vzorků dochází k vytvoření větší tloušťky nitridované vrstvy, ale zároveň jsou vzorky pravděpodobně náchylnější na způsob umístění v peci, protože u nich dochází k výrazným rozdílům v pronikání dusíku do povrchu. Tloušťka se pohybuje od cca. 6 μm do 43 μm.



Obr. 20 - Tloušťka nitridované vrstvy kruhového průřezu – Tvářený, 3D tisk

3.3. Měření tvrdosti podle Vickerse

Měření tvrdosti bylo provedeno na mikrotvrdoměru Qness Q30A. V tomto případě byla tvrdost nitridované vrstvy měřena při zatížení HV 0,1. Samotné měření bylo realizováno pouze na jednom zkušebním vzorku, plazmově nitridovaném při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Celkově bylo provedeno 10 měření rovnoměrně rozmístěných po obvodu vzorku.

Změřené hodnoty jsou včetně směrodatných odchylek uvedeny v tabulce 7. Zjištěná průměrná hodnota tvrdosti nitridované vrstvy byla 900 HV, což je zhruba čtyřnásobek oproti hodnotám deklarovaným normou pro základní materiál AISI 316L.

Tab. 7 - Tvrdost tvářeného nitridovaného vzorku podle Vickerse

Tvrdost podle Vickerse HV 0,1						Průměrná hodnota
Číslo měření	1	2	3	4	5	
HV	873	902	886	892	909	899,9 ± 24,8
číslo měření	6	7	8	9	10	
HV	881	966	887	911	892	

3.4. Statická zkouška tahem

Ve shodě s plánem experimentů byly statické zkoušky tahem realizovány při teplotě okolí RT i za vyšších teplot. Konkrétně se jednalo o teploty 200, 400, 500, 600 a 800 °C.

3.4.1. Statická zkouška tahem při RT

Statická zkouška tahem při RT probíhala na trhacím stroji TIRA test 2300 (viz. obr. 21). Pro měření prodloužení zkušební vzorku byl použit průtahoměr. Zkušební vzorky (viz. obr. 22) byly vyrobeny ve dvou variantách dle normy ČSN EN ISO 6892-1, přičemž zkušební průměr vzorku činil 8 mm. Měření při RT proběhlo u tvářených i 3D tisknutých vzorků vyrobených metodou SLM. Všechny testované vzorky byly plazmově nitrinovány při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. V tabulce 8 jsou uvedeny hodnoty naměřené při statické zkoušce tahem při RT. Vyjádření smluvního napětí na poměrném prodloužení pro jednotlivé zkoušky je ukázáno v grafu na obrázku 23.



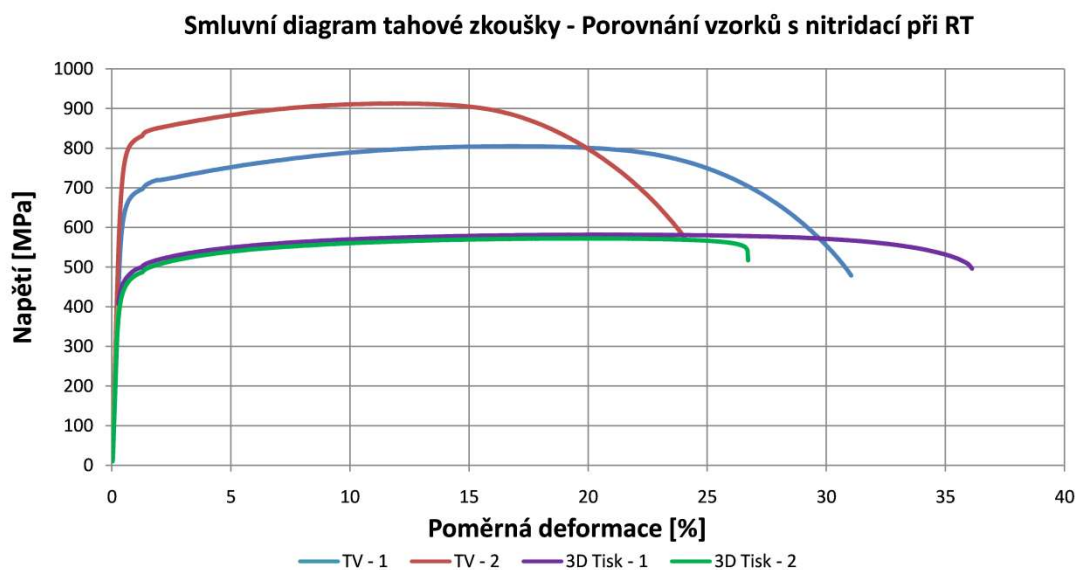
Obr. 21 Trhací stroj TIRA test 2300



Obr. 22 Přetržené vzorky tahové zkoušky při RT

Tab. 8 - Zjištěné mechanické hodnoty nitridovaných tvářených a SLM vzorků při RT

	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Mez pevnosti R_m [MPa]	Homogenní tažnost A_g [%]	Tažnost A40 [%]
TV-1	652,4	805,2	16,23	30,72
TV-2	747,6	912,7	11,43	23,77
3D-1	445,9	572,2	19,29	26,34
3D-2	461,1	583,6	19,82	35,81



Obr. 23 - Smluvní diagram tahové zkoušky - Porovnání vzorků s nitridací při RT

Při plazmové nitridaci dochází k dlouhodobé teplotní expozici materiálu, při které může dojít k odpevnění materiálu. Aby bylo možné posoudit vliv samotné nitridace na změnu mechanických vlastností, byly tvářené i SLM vzorky podrobeny teplotnímu cyklu odpovídajícímu nitridaci, ovšem bez sycení povrchu dusíkem. Teplotní cyklus byl na vzorky aplikován ve vakuové peci s výdrží na teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. V praxi se někdy stává, že nitridovaná vrstva není dostatečná a díly musí být znovu přenitridovány. Proto byly testovány i vzorky, které daný teplotní cyklus absolvovaly dvakrát.

Tab. 9 - Mechanické vlastnosti vzorků po teplotním cyklu při RT

	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Mez pevnosti R_m [MPa]	Homogenní tažnost A_g [%]	Tažnost A40 [%]
550°C-20h-1x-1	487,48	663,95	24,15	46,98
550°C-20h-1x-2	499,42	670,44	24,16	45,8
550°C-20h-2x-1	494,45	670,33	24,46	45,83

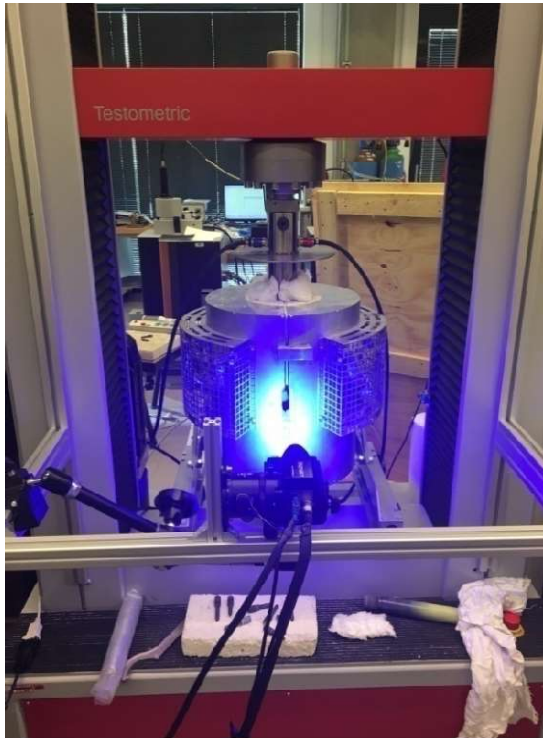
550°C-20h-2x-2	488,29	664,38	24,28	46,41
620°C-2h-1	471,44	653,68	26,05	47,76
620°C-2h-2	464,42	651,59	25,94	48,11

Tabulka 9 obsahuje mechanické vlastnosti tvářených vzorků po teplotním cyklu, který simuluje proces nitridace. Celkově byly provedeny 3 teplotní režimy. Při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin, při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin provedené 2x a při teplotě 620 °C po dobu 2 hodin.

3.4.2. Statická zkouška tahem při vyšších teplotách

Statické zkoušky tahem při vyšších teplotách byly provedeny na trhacím stroji Testometric FS100 CT (obrázek 24). Pro dosažení potřebných teplot je zkušební zařízení vybaveno teplotní komorou umožňující ohřev vzorků až do teploty 1400 °C. Pro testování byly vyrobeny vzorky (viz. obr. 25) se zkušebním průměrem 8 mm a se závity M12 na obou koncích dle normy ČSN EN ISO 6892-1. Pro upnutí testovacích vzorků bylo využito upínacích čelistí z karbidu wolframu, které umožňují zkoušení a zatížení až do vysokých teplot. Testování probíhalo při teplotách od 200 °C do 800 °C. Nitridované SLM vzorky byly testovány při teplotě 400 °C (2ks) a 600 °C (2ks). Tvářené vzorky s totožnou nitridací byly měřeny při teplotě 200 °C (1ks), 400 °C, 500 °C, 600 °C a 800 °C vždy po 2 vzorcích.

Vzhledem k obtížnému použití mechanického průtahoměru za vyšších teplot, bylo využito bezkontaktního optického systému Monet 3D od firmy Sobriety, s.r.o. s podpůrným systémem MercuryRT. Tento systém využívá metodu fotogrammetrie fungující na principu digitální korelace obrazu (DIC). Před samotným měřením bylo nutné zkalibrovat kameru, pomocí které se snímala deformace zkušební vzorku. Proces kalibrace i samotné měření bylo nutné osvětlovat modrým světlem, kvůli eliminaci interference od červených a infračervených paprsků vycházejících ze zkušební vzorku za vyšších teplot. Pro bezkontaktní optické měření bylo nutné na povrch vzorku nanést nahodilý vzor skvrn (pattern). Tento pattern (obrázek 25) se primárně využívá pro optimální provedení korelace snímaného obrazu a pro potlačení odlesku a přesvícení měřeného vzorku. Při experimentu bylo využito nástřiku s kombinací černé a bílé barvy, která je odolná do teploty cca 900 °C.



Obr. 24 - Trhací stroj Testometric FS100 CT



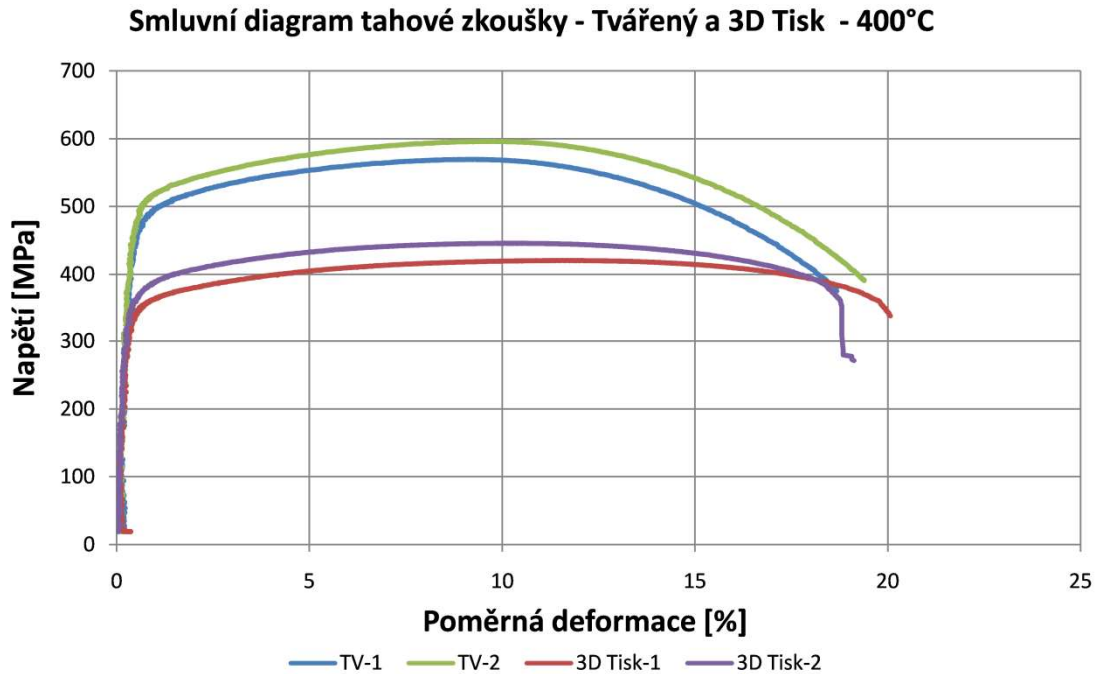
Obr. 25 - Zkušební vzorky tahové zkoušky při vyšších teplotách

V tabulce 10 jsou uvedeny hodnoty mechanických vlastností změřených pro tvářené a 3D tisknuté vzorky při vyšších teplotách. Na grafu v obrázku 26 jsou uvedeny průběhy tahové zkoušky při teplotě 400 °C pro tvářené i 3D tisknuté vzorky. Na obrázku 27 jsou pak uvedeny průběhy tahové zkoušky tvářených vzorků v teplotním rozsahu 200 – 800 °C a na obrázku 28 jsou průběhy tahové zkoušky 3D tisknutých vzorků pro teploty 400 a 600 °C.

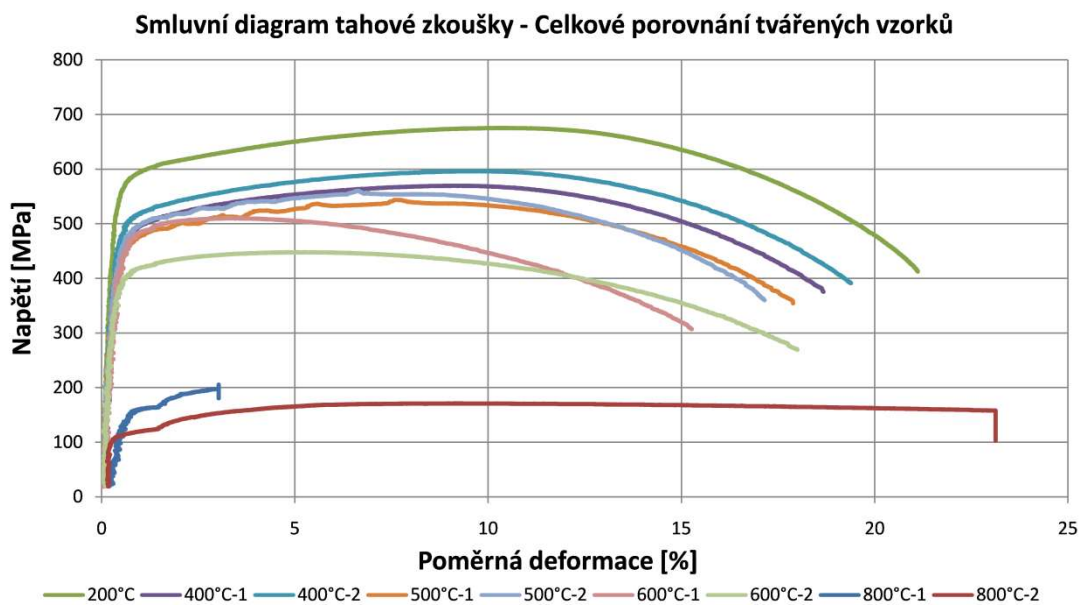
Tab. 10 - Mechanické vlastnosti vzorků testovaných při vyšších teplotách

	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Mez pevnosti R_m [MPa]	Homogenní tažnost A_g [%]	Tažnost A40 [%]
200°C TV	558,13	675,54	10,1	20,89
400°C TV-1	465,02	569,42	8,6	18,35
400°C TV-2	482,36	596,45	9,23	19,09
400°C-3D-1	340,91	420,64	11,16	19,76
400°C-3D-2	359,08	446,05	10,08	18,94
500°C-TV-1	440,59	543,79	7,18	17,6
500°C-TV-2	463,67	560,41	6,17	16,84
600°C-TV-1	453,53	509,93	2,76	14,96
600°C-TV-2	388,14	447,94	4,41	17,96
600°C-3D-1	303,28	350,06	4,4	12,32

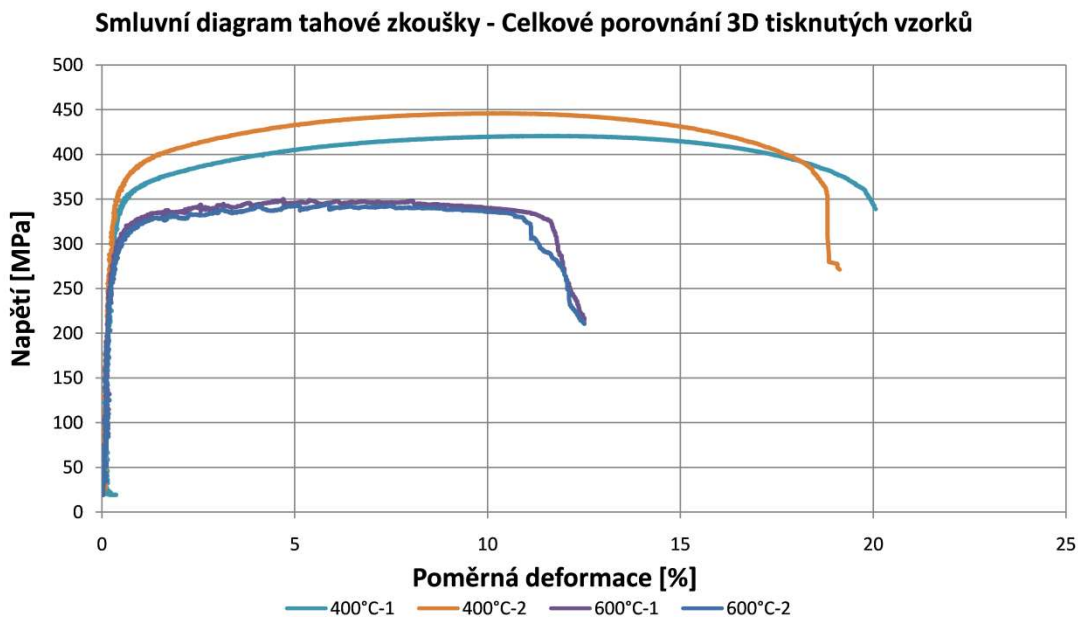
600°C-3D-2	294,92	344,71	5,27	12,08
800°C-TV-1	158,13	205,28	2,08	2,2
800°C-TV-2	111,9	171,38	8,79	22,87



Obr. 26 - Smluvní diagram tahové zkoušky - Tvářený a 3D Tisk - 400 °C



Obr. 27 - Smluvní diagram tahové zkoušky - Celkové porovnání tvářených vzorků



Obr. 28 - Smluvní diagram tahové zkoušky - Celkové porovnání 3D tisknutých vzorků

3.5. Rázová zkouška ohybem

Cílem rázové zkoušky ohybem bylo zjištění potřebné nárazové práce pro přeražení zkušební vzorku. Zároveň se zjišťovala hodnota vrubové houževnatosti jednotlivých vzorků. Měření bylo realizováno na Charpyho kladivu LabTest CHK 450J-I (viz. obr.29), dle normy ČSN EN 10045-1. Zkouška probíhala na vzorcích o velikosti 10 x 10 x 55 mm s vrubem ve tvaru V s hloubkou 2 mm. Testovány byly opět vzorky vyrobené tvářením a 3D tiskem metodou SLM, přičemž všechny vzorky byly plazmově nitridovány při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Samotná zkouška pak u tvářených vzorků probíhala při teplotě RT (4ks), -30 °C (4ks) a -50 °C (4ks). U SLM vzorků pak při teplotě RT (3ks), -30 °C (3ks) a při teplotě -50°C (2ks). Na obrázku 30 jsou ukázány tvářené vzorky po přeražení realizovaném při teplotě -50 °C.

V tabulce 11 jsou uvedeny hodnoty nárazové práce jednotlivých tvářených vzorků, včetně průměrné hodnoty a směrodatné odchylky. Dále tabulka obsahuje hodnoty rázové houževnatosti KCV, taktéž včetně průměrné hodnoty a směrodatné odchylky.



Obr. 29 - Rázové kladivo LabTest CHK 450J-I

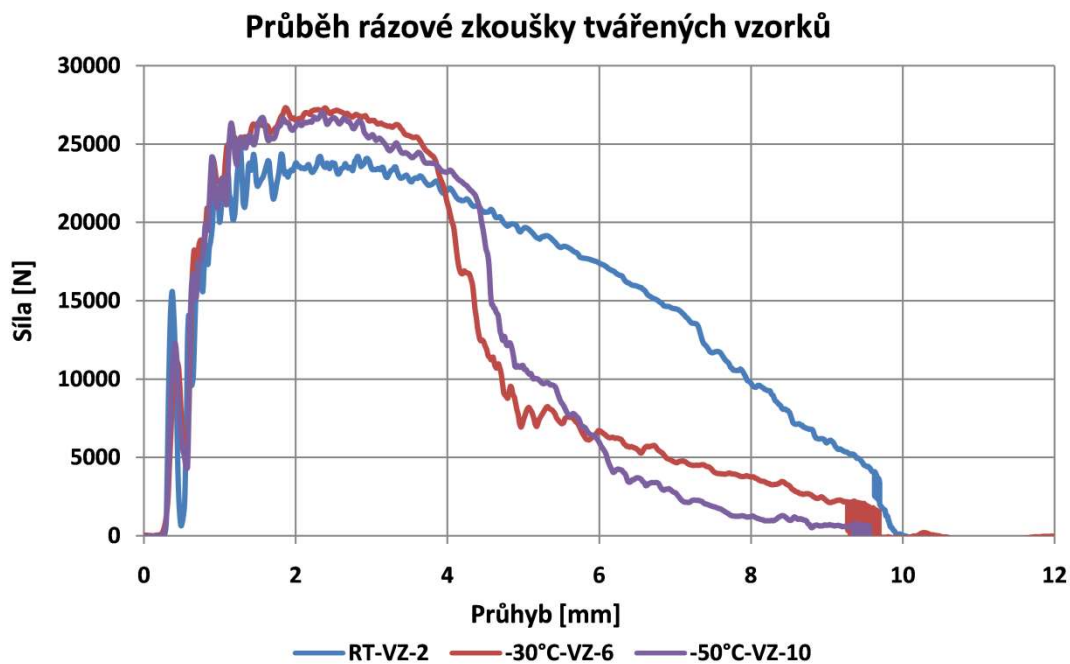


Obr. 30 - Tvářené vzorky zkoušené při teplotě -50 °C

Tab. 11 - Vlastnosti tvářeného materiálu při rázové zkoušce ohybem

Vzorek	Teplota [°C]	Vrub	KV ₂ [J]	KV ₂ [J]	KCV [J·cm ⁻²]	KCV [J·cm ⁻²]
1_1	20	V	111,20	120,44 ± 18,36	139,00	150,54 ± 22,95
1_2	20	V	147,80		184,75	
1_3	20	V	124,61		155,76	
1_4	20	V	98,14		122,67	
1_5	-30	V	104,26	116,44 ± 18,38	130,32	145,55 ± 22,85
1_6	-30	V	113,09		141,36	
1_7	-30	V	147,18		183,98	
1_8	-30	V	101,22		126,52	
1_9	-50	V	93,60	110,24 ± 23,37	117,00	137,80 ± 29,21
1_10	-50	V	119,38		149,22	
1_11	-50	V	143,95		179,94	
1_12	-50	V	84,03		105,04	

Zkouška byla provedena na stroji s impaktovaným břitem, takže bylo možné znázornit závislost změny síly na dráze břitu při přerážení vzorku. Na obrázku 31 jsou ukázány závislosti změny síly na dráze břitu pro tvářené vzorky, realizované pro teplotu RT, -30 °C a -50 °C. Lze si povšimnout, že s klesající teplotou roste potřebná síla k přerážení, ale zároveň výrazně klesá průhyb vzorku.



Obr. 31 - Průběh rázové zkoušky ohybem tvářených vzorků

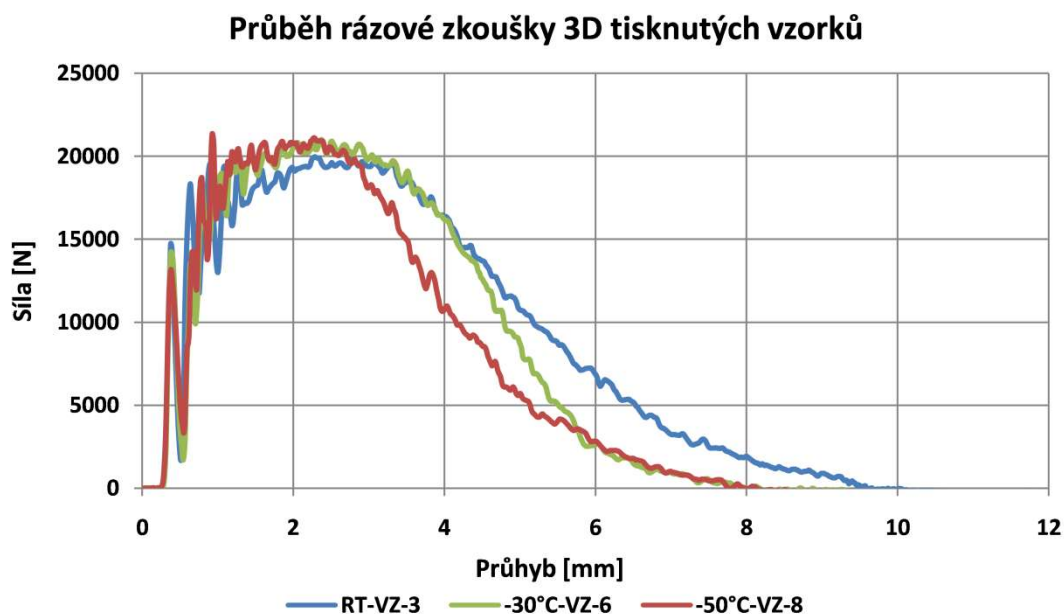
V tabulce 12 jsou uvedeny hodnoty nárazové práce jednotlivých 3D tisknutých vzorků, včetně průměrné hodnoty a směrodatné odchylky. Dále tabulka obsahuje hodnoty rázové houževnatosti KCV, taktéž včetně průměrné hodnoty a směrodatné odchylky. Lze si povšimnout, že při poklesu teploty na $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ dojde k poklesu nárazové práce a rázové houževnatosti, avšak u $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ již není tento pokles tak výrazný, jako u vzorků tvářených.

Tab. 12 - Vlastnosti 3D tisknutého materiálu při rázové zkoušce ohybem

Vzorek	Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	Vrub	KV_2 [J]	KV_2 [J]	KCV [$\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$]	KCV [$\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$]
2_1	20	V	91,13	$101,36 \pm 11,92$	113,91	$126,70 \pm 14,90$
2_2	20	V	118,08		147,60	
2_3	20	V	94,88		118,60	
2_4	-30	V	79,98	$88,77 \pm 8,07$	99,98	$110,96 \pm 10,08$
2_5	-30	V	99,46		124,32	
2_6	-30	V	86,86		108,57	
2_7	-50	V	92,11	$88,37 \pm 3,75$	115,14	$110,46 \pm 4,68$
2_8	-50	V	84,63		105,79	

Na obrázku 32 se nachází graf s průběhem impaktované rázové zkoušky 3D tisknutých vzorků pro jednotlivé teploty. Graf obsahuje vždy křivku jednoho vzorku ze série při dané teplotě. Z grafu vyplývá, že při snížené teplotě dochází ke snížení průhybu vzorku a k

mírnému navýšení síly, podobně jako u tvářených vzorků. V porovnání s tvářenými vzorky je k přeražení 3D vzorků potřeba síla menší přibližně o 5000 N.



Obr. 32 - Průběh rázové zkoušky ohybem 3D tisknutých vzorků

3.6. Tribologická zkouška metodou Ball-on-disc

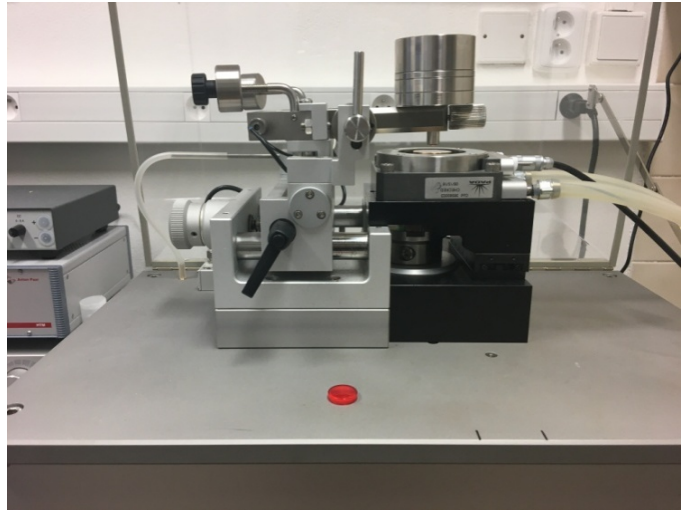
Tribologické zkoušení probíhalo za pomoci metody ball-on-disc, což je metoda, při které je těleso (kulička) vtlačováno do zkušební vzorku za rotačního pohybu kuličky. Za pomoci této metody se zjišťuje koeficient tření a opotřebení třecí dvojice. V tomto experimentu byla použita keramická kulička z materiálu Si_3N_4 o průměru 6 mm.

Pro zkoušení byly využity dva zkušební přístroje a to CENTRUNI Multi-Specimen Test System – Tribometr (obr. 33) pro zkoušení za vysokých teplot a Tribometr pro suché i kapalné prostředí (obr. 34). Testování probíhalo celkově na 4 sériích vzorků (obr. 36). Jednalo se o tvářené a 3D tisknuté vzorky, které byly plazmově nitridovány při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin a při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Samotné měření se uskutečnilo při teplotě 22 °C, 400 °C, 450 °C, 500 °C a 550 °C.

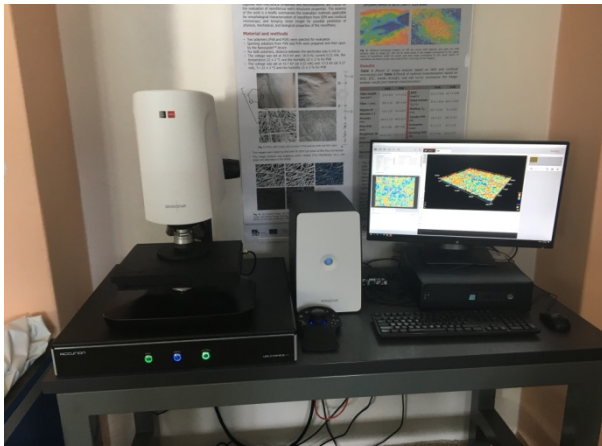
Veškeré zkušební vzorky pak byly vyhodnoceny pomocí konfokálního mikroskopu SENSO FAR S Neox (obr. 35), pomocí kterého se měřila drsnost povrchu vzorků, hloubka a šířka profilu stopy opotřebení na testovaném vzorku, a také opotřebení na kuličce.



Obr. 33 - Tribometr CENTRUM Multi-Specimen Test System-Tribometr



Obr. 34 - Tribometr pro suché i kapalně prostředí



Obr. 35 - Konfokální mikroskop SENSOFAR S Neox



Obr. 36 - Tvářený nitridovaný vzorek zkoušen při teplotě 450 °C

3.6.1. Koeficient tření tvářených a 3D tisknutých vzorků

Vyhodnocení koeficientu tření probíhalo přímo při tribologickém zkoušení vzorků. Zatímco u většiny strojních součástí a sestav je vyžadováno, aby byl koeficient tření co nejnižší, v tomto případě bylo testováno, zda má plazmová nitridace vliv na koeficient tření a případně jaký je tento vliv.

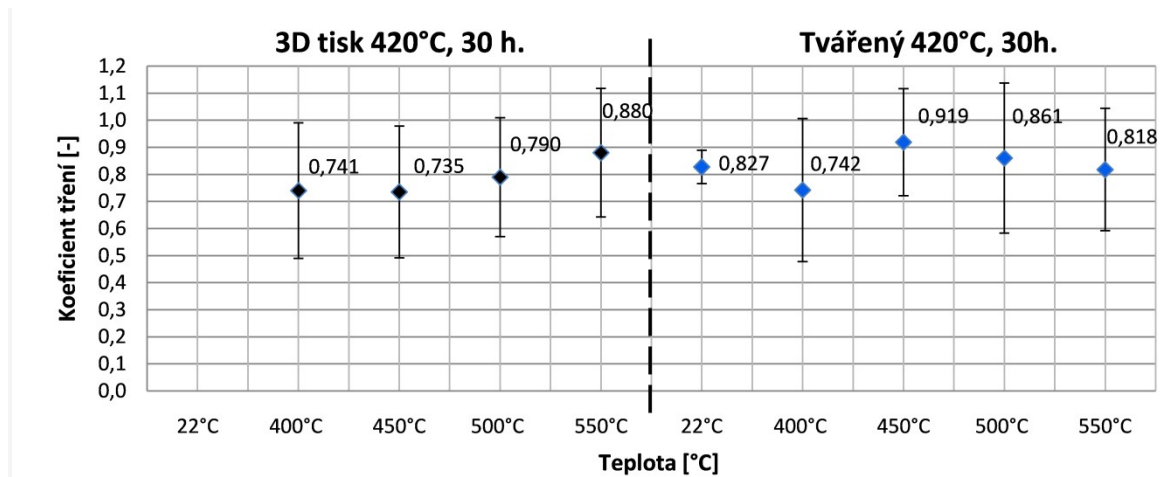
Vyhodnocení koeficientu tření proběhlo celkem na 19 vzorcích, jejichž hodnoty jsou uvedeny v tabulce 13. Z důvodu absence 3D tisknutých vzorků s nitridací při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin, nebylo uskutečněno testování při teplotě okolí RT. Na obrázcích 37 a 38 je grafické shrnutí hodnot koeficientu tření za různých teplot, včetně směrodatných odchylek. Na obrázku 39 je pak samotný záznam hodnoty koeficientu tření v závislosti na

čase, pro tvářené vzorky plazmově nitridované při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin a při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Zkouška proběhla při teplotě okolí RT.

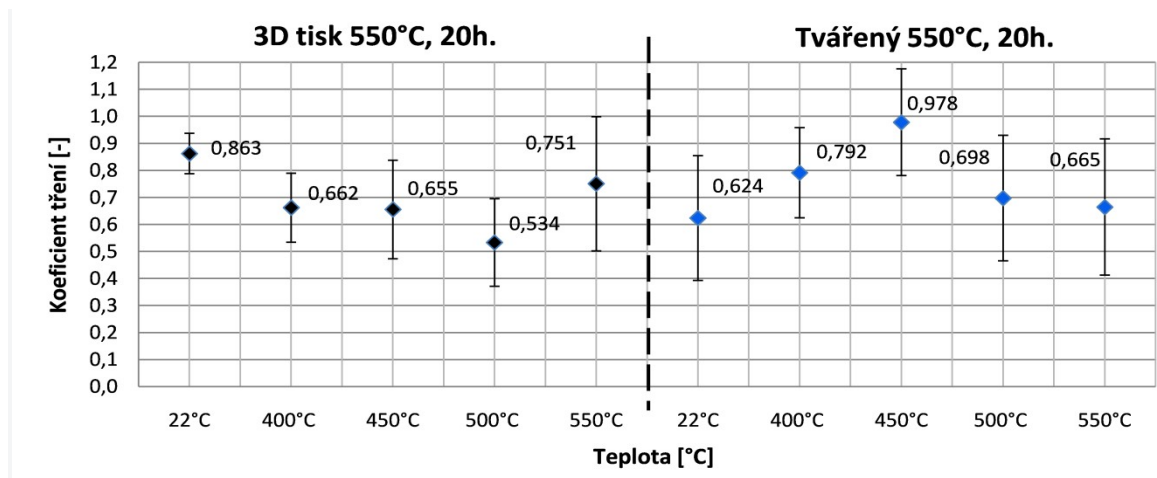
Tab. 13 - Koeficient tření pro veškeré vzorky

3DTisk (420°C-30h)						Tvářený (420°C-30h)				
Teplota [°C]	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
CoF [-]	-	0,741	0,735	0,790	0,880	0,827	0,742	0,919	0,861	0,818
Odchylka	-	0,250	0,243	0,220	0,237	0,062	0,264	0,198	0,277	0,226

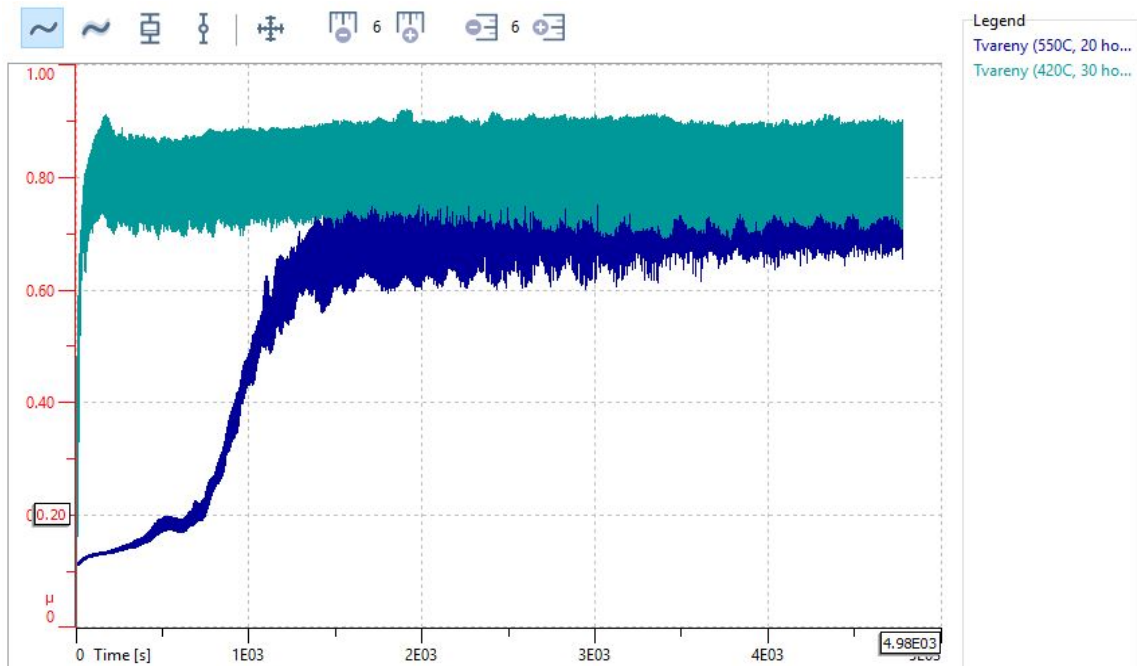
3DTisk (550°C-20h)						Tvářený (550°C-20h)				
Teplota [°C]	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
CoF [-]	0,863	0,662	0,655	0,534	0,751	0,624	0,792	0,978	0,698	0,665
Odchylka	0,075	0,127	0,182	0,162	0,248	0,231	0,167	0,197	0,233	0,252



Obr. 37 - Koeficient tření vzorků nitridovaných při teplotě 420 °C pod dobu 30 hodin



Obr. 38 - Koeficient tření vzorků nitridovaných při teplotě 550 °C pod dobu 20 hodin



Obr. 39 - Průběh testu koeficientu tření pro tvářené vzorky při teplotě 22 °C

3.6.2. Drsnost povrchu tvářených a 3D tisknutých vzorků

Drsnost povrchu byla vyhodnocována na vzorcích zkoušených při teplotě 22 °C (RT). Vyhodnocení bylo provedeno dle normy ISO 25178, kde velikost zkoumané plochy byla 1700,16 x 1418,64 μm. Na každém zkoumaném vzorku se pak provedlo 5 měření, které jsou spolu s průměrnou hodnotou umístěny v tabulce 14. Ve všech případech byla drsnost měřena na obrobených vzorcích po plazmové nitridaci.

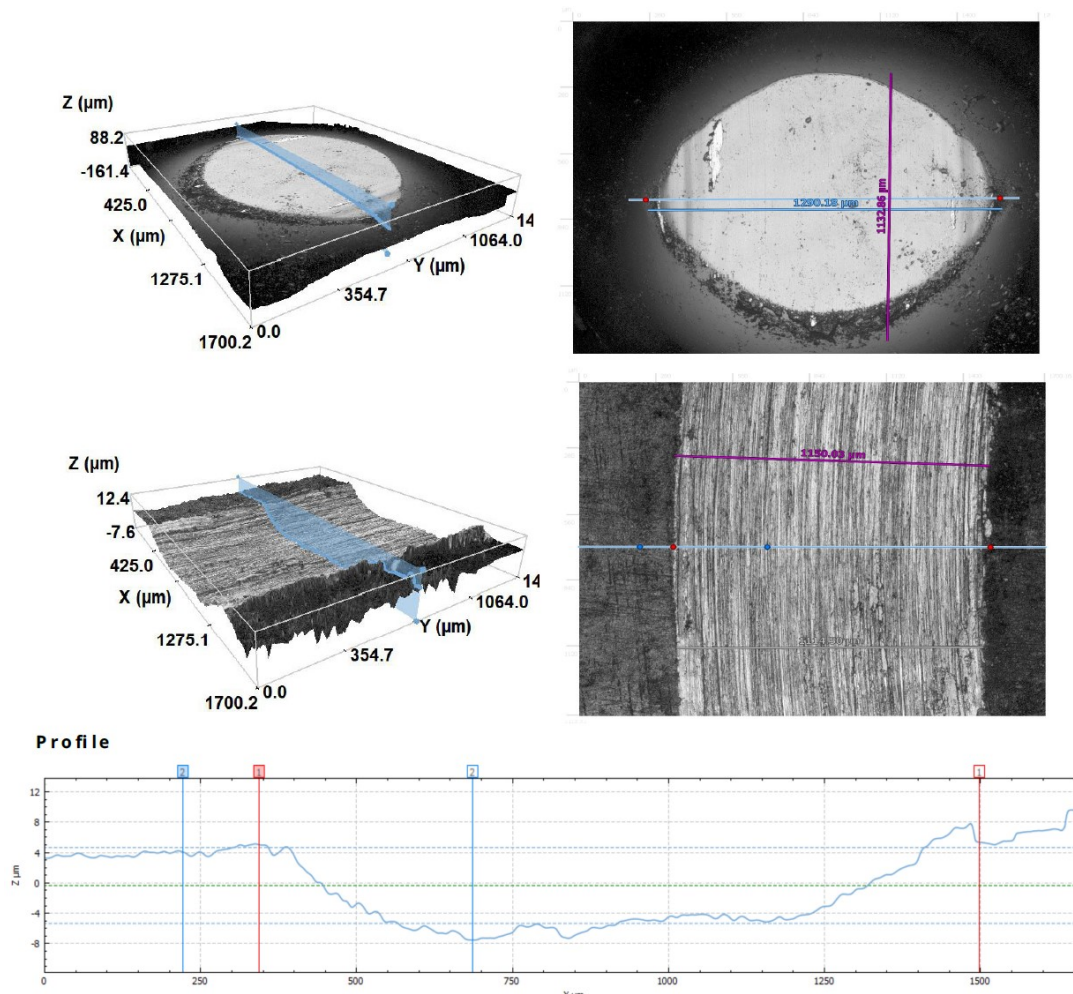
Tab. 14 - Vyhodnocení drsnosti povrchu vzorků zkoušených při teplotě 22 °C

měření	parametry	Ocel tvářená (550°C, 20h.)	Ocel 3D tisk (550°C, 20h.)	Ocel tvářená (420°C, 30h.)
1	<i>Sa</i> [μm]	0,51	0,48	0,47
2		0,50	0,55	0,47
3		0,50	0,55	0,50
4		0,49	0,50	0,46
5		0,55	0,54	0,49
Průměr		0,51	0,52	0,48
<i>Smodch.</i>		0,02	0,03	0,01
1	<i>Sz</i> [μm]	3,30	3,74	3,05
2		3,29	4,22	3,18
3		3,36	4,05	3,56
4		3,26	4,32	3,86

5		3,54	4,43	3,74
Průměr		3,35	4,15	3,48
Smodch.		0,10	0,24	0,31

3.6.3. Opotřebení třecí dvojice (kulička Si_3N_4 – ocel AISI 316L) pro tvářené a 3D tisknuté vzorky

Během tribologické zkoušky metodou ball-on-disc dochází při relativním pohybu mezi kuličkou a diskem ke tření a opotřebení (obr. 40). To se pak projevuje na obou tělesech a lze tak vyhodnotit poškození, které při zkoušce vzniklo. V tomto případě vznikla na disku i kuličce třecí stopa, která byla následně využita pro vyhodnocení míry opotřebení. Výsledkem je šířka a hloubka profilu vzniklá na disku a objem opotřebeného materiálu na kuličce.



Obr. 40 - Opotřebení třecí dvojice (kulička Si_3N_4 - ocel AISI 316L) pro vzorek zkoušený při teplotě 550 °C

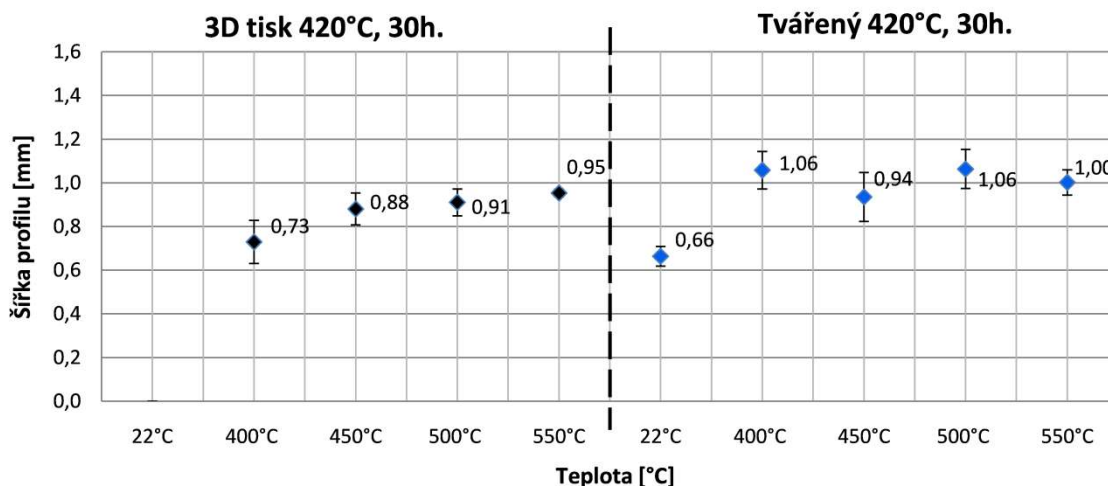
3.6.3.1. Vyhodnocení třecí stopy na nitridovaných materiálech

Opotřebení disku bylo měřeno u každého vzorku na čtyřech různých místech, přičemž v každém místě byla změřena 1x hloubka profilu a 3x šířka profilu. Měření probíhalo za pomoci konfokálního mikroskopu.

V tabulce 15 jsou uvedeny zjištěné hodnoty šířky stopy (průměrná hodnota ze třech měření) a v tabulce 16 jsou uvedeny zjištěné hodnoty hloubky stopy pro vzorky nitridované při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin. Na obrázcích 41 a 42 je grafické shrnutí průměrných hodnot šířky (obr. 41) a hloubky (obr. 42), včetně směrodatných odchylek.

Tab. 15 - Šířka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin

Šířka profilu [mm]	3D tisk 420°C, 30h.					Tvářený 420°C, 30h.				
	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
měření 1	-	0,83	0,85	1,00	0,97	0,59	1,16	1,02	0,95	1,06
měření 2	-	0,60	0,78	0,84	0,96	0,69	0,93	0,98	1,13	0,95
měření 3	-	0,67	0,92	0,94	0,95	0,70	1,03	1,01	1,00	0,93
měření 4	-	0,82	0,97	0,87	0,93	0,68	1,12	0,74	1,17	1,06
Průměr	-	0,73	0,88	0,91	0,95	0,66	1,06	0,94	1,06	1,00
<i>Smodch.</i>	-	0,10	0,07	0,06	0,02	0,04	0,09	0,11	0,09	0,06

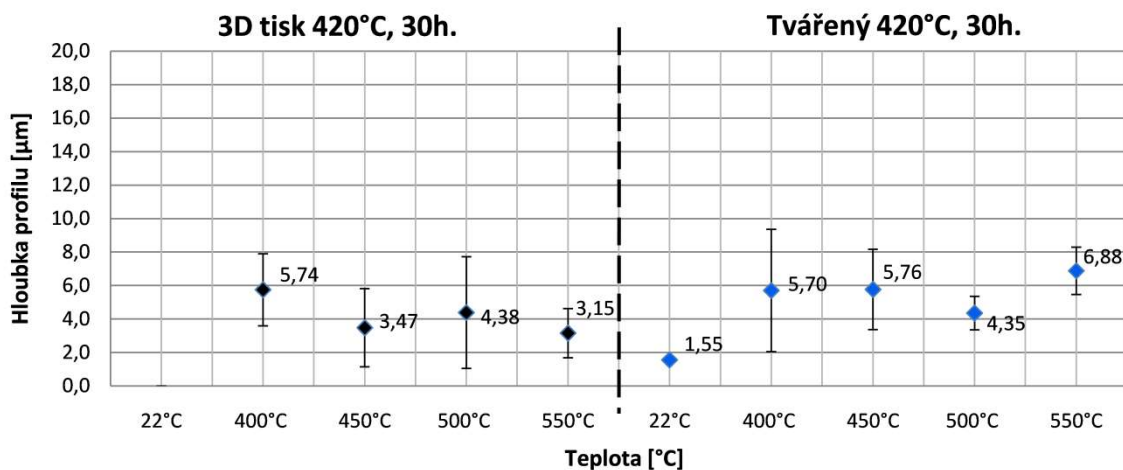


Obr. 41 - Šířka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin

Tab. 16 - Hloubka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin

Hloubka profilu [μm]	3D tisk 420°C, 30h.					Tvářený 420°C, 30h.				
	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C

měření 1	-	3,58	1,03	2,56	1,59	1,26	3,88	9,06	5,06	5,19
měření 2	-	9,30	2,90	2,22	1,94	1,72	2,66	3,93	5,08	8,77
měření 3	-	4,79	7,32	2,59	3,87	1,63	11,95	3,06	4,60	5,91
měření 4	-	5,29	2,64	10,17	5,22	1,62	4,31	6,97	2,65	7,63
Průměr	-	5,74	3,47	4,38	3,15	1,55	5,70	5,76	4,35	6,88
Smodch.	-	2,15	2,33	3,34	1,47	0,17	3,66	2,40	1,00	1,41

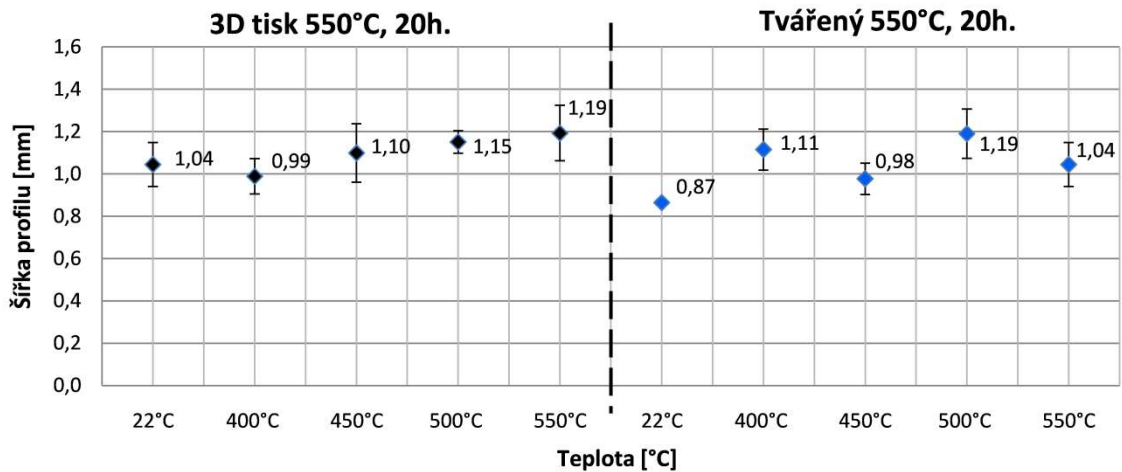


Obr. 42 - Hloubka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin

V tabulce 17 jsou uvedeny zjištěné hodnoty šířky stopy (průměrná hodnota ze třech měření) a v tabulce 18 jsou uvedeny zjištěné hodnoty hloubky stopy pro vzorky nitridované při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Na obrázcích 43 a 44 je grafické shrnutí průměrných hodnot šířky (obr. 43) a hloubky (obr. 44), včetně směrodatných odchylek.

Tab. 17 - Šířka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin

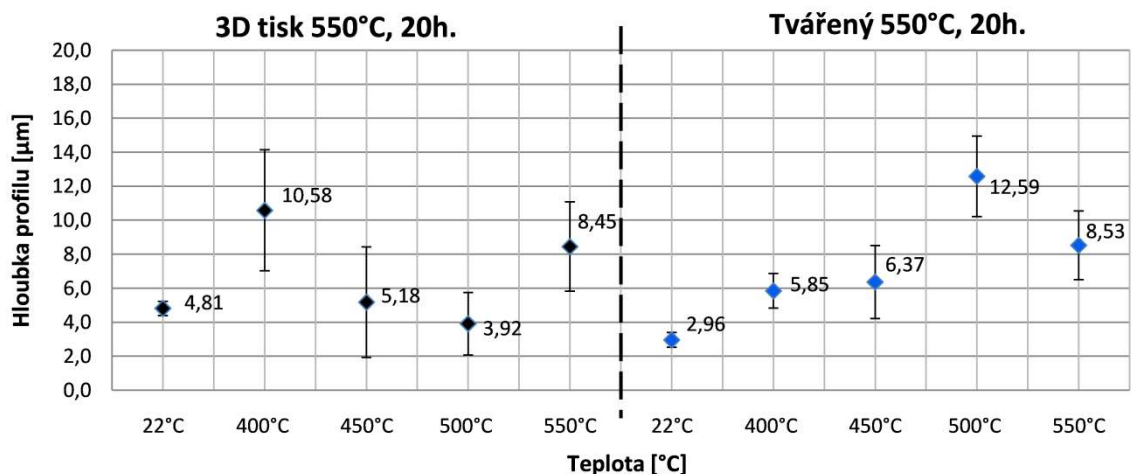
Šířka profilu [mm]	3D tisk 550°C, 20h.					Tvářený 550°C, 20h.				
	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
měření 1	1,14	0,93	1,20	1,24	1,37	0,88	1,06	1,10	1,39	1,14
měření 2	0,88	0,89	1,22	1,14	1,09	0,84	1,27	0,95	1,16	0,88
měření 3	1,12	1,04	1,10	1,10	1,26	0,88	1,01	0,94	1,11	1,12
měření 4	1,03	1,10	0,87	1,13	1,05	0,86	1,13	0,92	1,10	1,03
Průměr	1,04	0,99	1,10	1,15	1,19	0,87	1,11	0,98	1,19	1,04
Smodch.	0,10	0,08	0,14	0,05	0,13	0,01	0,10	0,07	0,12	0,10



Obr. 43 - Šířka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin

Tab. 18 - Hloubka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin

Hloubka profilu [μm]	3D tisk 550°C, 20h.					Tvářený 550°C, 20h.				
	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
měření 1	5,43	8,47	10,59	7,08	11,37	2,70	4,88	8,89	14,17	11,56
měření 2	4,76	9,16	2,34	2,73	10,43	3,69	6,46	4,79	9,27	5,89
měření 3	4,82	16,72	4,85	3,25	4,72	2,56	4,86	8,03	15,39	8,04
měření 4	4,24	7,99	2,95	2,61	7,29	2,89	7,20	3,75	11,53	8,62
Průměr	4,81	10,58	5,18	3,92	8,45	2,96	5,85	6,37	12,59	8,53
Smodch.	0,42	3,56	3,26	1,84	2,63	0,43	1,02	2,15	2,37	2,03



Obr. 44 - Hloubka profilu pro nitridované vzorky při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin

3.6.3.2. Stanovení opotřebení kuličky Si_3N_4 po jednotlivých testech

Opotřebení kuličky bylo vyhodnoceno v souladu s normou ČSN EN 1071-13. Před výpočtem objemu opotřebení bylo nutné změřit na konfokálním mikroskopu nejmenší průměr brusné stopy A a rozměr stopy kolmý na nejmenší průměr. Objem opotřebení kuličky byl následně vypočten dle rovnice (17)

$$V_{pin} = \frac{\pi \cdot A^3 \cdot B}{32 \cdot D} \text{ [mm}^3\text{]} \quad (17)$$

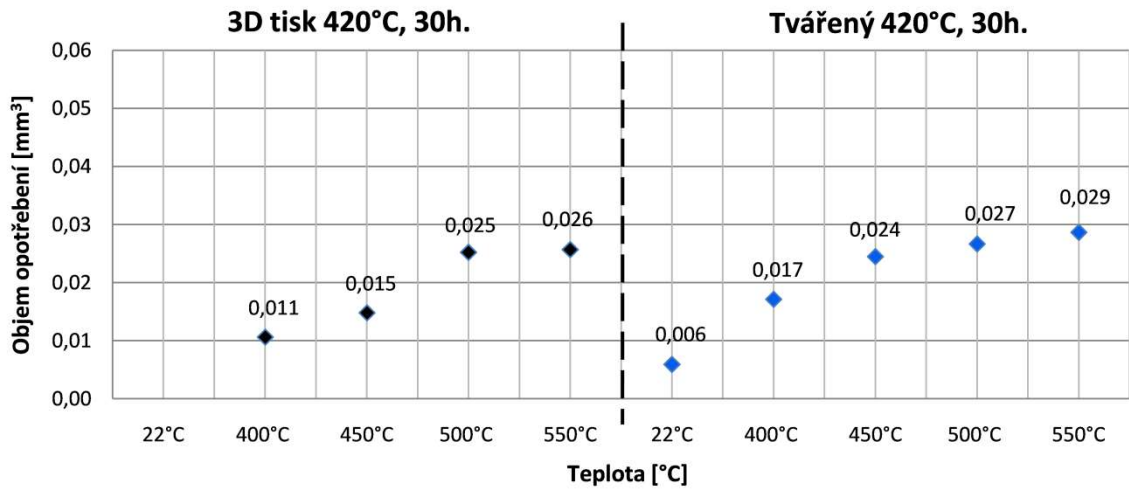
Kde:

- A – nejmenší průměr brusné stopy [mm],
- B – je rozměr stopy kolmý na nejmenší průměr [mm],
- D – průměr kuličky [mm].

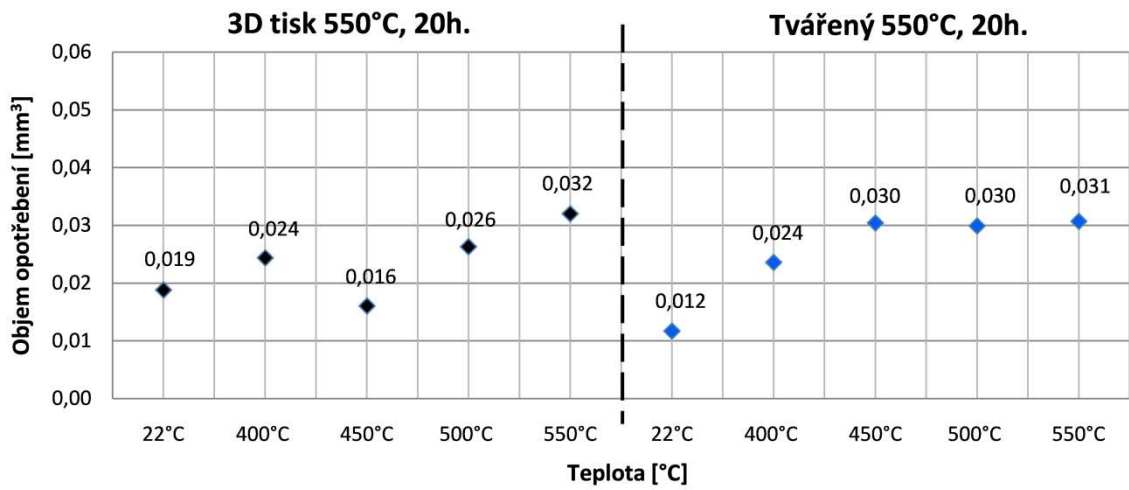
V tabulce 19 jsou uvedeny hodnoty objemu opotřebení pro teploty, při kterých byla zkouška provedena. Na obrázcích 45 a 46 je grafické shrnutí hodnot objemu opotřebení kuličky, pro dané série vzorků.

Tab. 19 - Opotřebení kuliček pro všechny zkoušky

	3D tisk [550°C-20h]					Tvářený [550°C-20h]				
Teplota [°C]	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
$V_{\text{opotřebení}} \text{ [mm}^3\text{]}$	0,019	0,024	0,016	0,026	0,032	0,012	0,024	0,030	0,030	0,031
	3D tisk [420°C-30h]					Tvářený [420°C-30h]				
Teplota [°C]	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C	22°C	400°C	450°C	500°C	550°C
$V_{\text{opotřebení}} \text{ [mm}^3\text{]}$	-	0,011	0,015	0,025	0,026	0,006	0,017	0,024	0,027	0,029



Obr. 45 - Objem opotřebení pro vzorky nitridované při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin



Obr. 46 - Objem opotřebení pro vzorky nitridované při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin

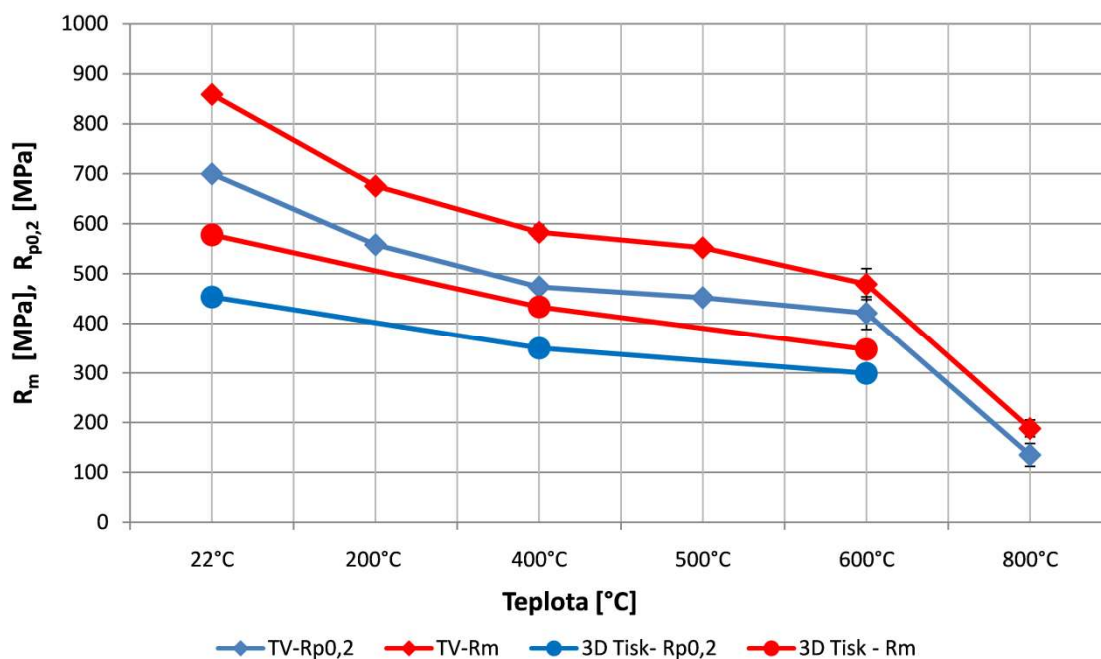
3.7. Diskuze dosažených výsledků

V rámci experimentální části bakalářské práce bylo provedeno porovnání tloušťky nitridované vrstvy pro tvářené a 3D tisknuté vzorky metodou SLM z ocele AISI 316L, které byly nitridovány při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Pro tento typ vzorků bylo dále provedeno měření mechanických a křehkolomových vlastností za okolní teploty RT i za teplot zvýšených nebo snížených. Rovněž bylo provedeno měření tvrdosti nitridované vrstvy a měření tribologických vlastností, které proběhlo na tvářených a SLM vzorcích s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin a navíc také u vzorků s nitridací při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin.

Při měření nitridované vrstvy u vzorků čtvercového průřezu bylo zjištěno, že tloušťka nitridované vrstvy na rozích vzorků je několikanásobně větší, než na zbytku vzorku. U tvářených vzorků byly na rozích naměřeny hodnoty až 103,61 μm. Tento jev je obecně známý a je způsoben tím, že je daný objem materiálu sycen větší plochou povrchu (dvě strany), než u zbytku dílu. To, co překvapilo je fakt, že tloušťka nitridované vrstvy se na jednotlivých hranách čtvercového průřezu výrazně lišila. Konkrétně se pohybovala od 3,11 μm do 36,21 μm, přičemž dvě hrany tohoto vzorku měly výrazně větší nitridační vrstvu než dvě zbývající hrany. To bylo pravděpodobně způsobeno natočením vzorku v peci při plazmové nitridaci. Zajímavé ale je, že SLM vzorky, které byly nitridovány současně s tvářenými vzorky dosahovaly mnohem rovnoměrnější vrstvy, bez ohledu na natočení vzorku. Zatímco u tvářených vzorků se tloušťka nitridované vrstvy v ustálené části pohybovala u prvních dvou hran mezi 29 – 35 μm a druhých dvou hran v rozmezí od 5 do 16 μm, u SLM vzorků se tloušťka nitridované vrstvy v ustálené části pohybovala u všech hran mezi 5 – 16 μm. Obdobné to bylo u vzorků kruhového průřezu, kde se tloušťka nitridované vrstvy tvářených vzorků pohybovala od 6 do 37 μm a SLM vzorků pouze od 6 do 10 μm. Z uvedených hodnot je zřejmé, že vzorky vyrobené metodou SLM mají výrazněji menší nitridovanou vrstvu oproti vzorkům tvářeným. To může být zapříčiněno samotnou metodou výroby, kde je kvůli vzniklé struktuře omezeno pronikání dusíku do vrchní vrstvy ocele při procesu plazmové nitridace.

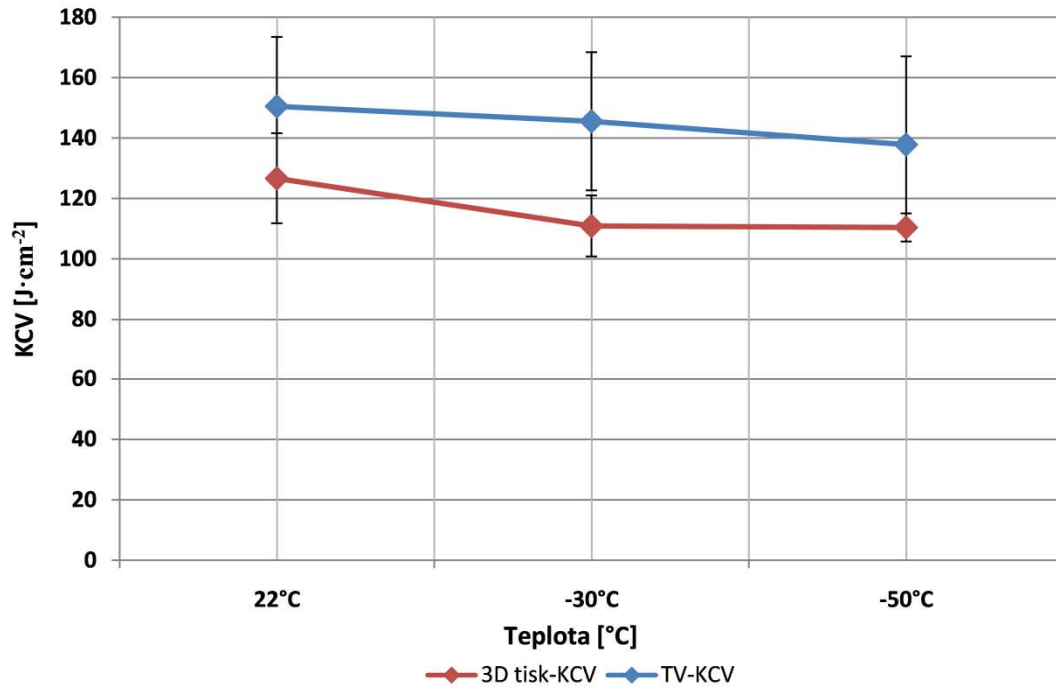
Měření tvrdosti proběhlo na tvářeném vzorku nitridovaném při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Vzorek byl zkoušen při zatížení HV 0,1 a celkem proběhlo 10 měření rovnoměrně rozmístěných po celé délce vzorku. Průměrná naměřená hodnota byla $899,9 \pm 24,8$.

Na obrázku 47 jsou uvedeny průměrné hodnoty meze kluzu $R_{p0,2}$ a meze pevnosti R_m v závislosti na teplotě, při které bylo měření provedeno. Z grafu je zjevný rozdíl mechanických vlastností tvářených a SLM vzorků. Tvářené vzorky dosahují při $R_{p0,2}$ teplotě okolí RT o 35 % vyšší hodnotu meze kluzu a o 32 % vyšší hodnotu meze pevnosti R_m . S rostoucí teplotou tento rozdíl postupně klesá a při teplotě 600 °C je rozdíl meze kluzu $R_{p0,2}$ cca 29 % a meze pevnosti cca 27 %.



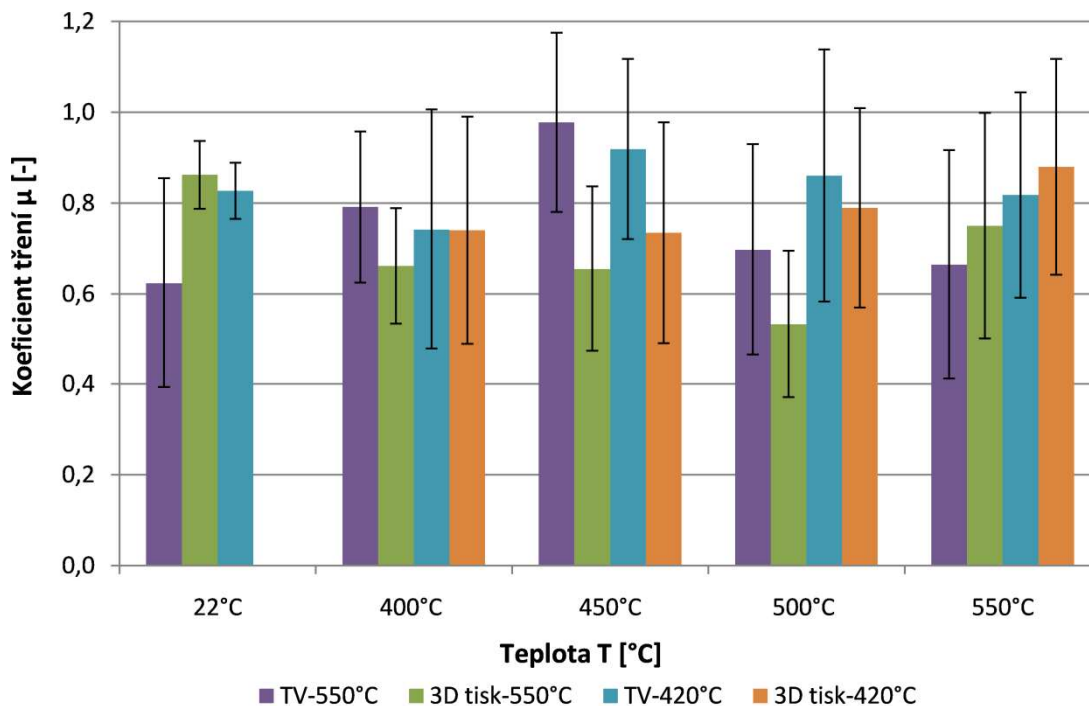
Obr. 47 - Změna meze kluzu a meze pevnosti v závislosti na teplotě tvářených a SLM vzorků

Vrubová houževnatost je další hodnocenou vlastností zkoušenou na tvářených a SLM vzorcích. Testování bylo provedeno při teplotě okolí RT a při snížených teplotách -30 °C a -50 °C. Graf na obrázku 48 ukazuje závislost vrubové houževnatosti (KCV) na teplotě pro oba typy nitridovaných vzorků. Z grafu je zřejmé, že hodnoty KCV dosažené u tvářené oceli jsou při teplotě RT vyšší o 16 %, při teplotě -30 °C stoupne tento rozdíl až na 24 % a při teplotě -50 °C je hodnota KCV tvářené ocele vyšší o 20 %.



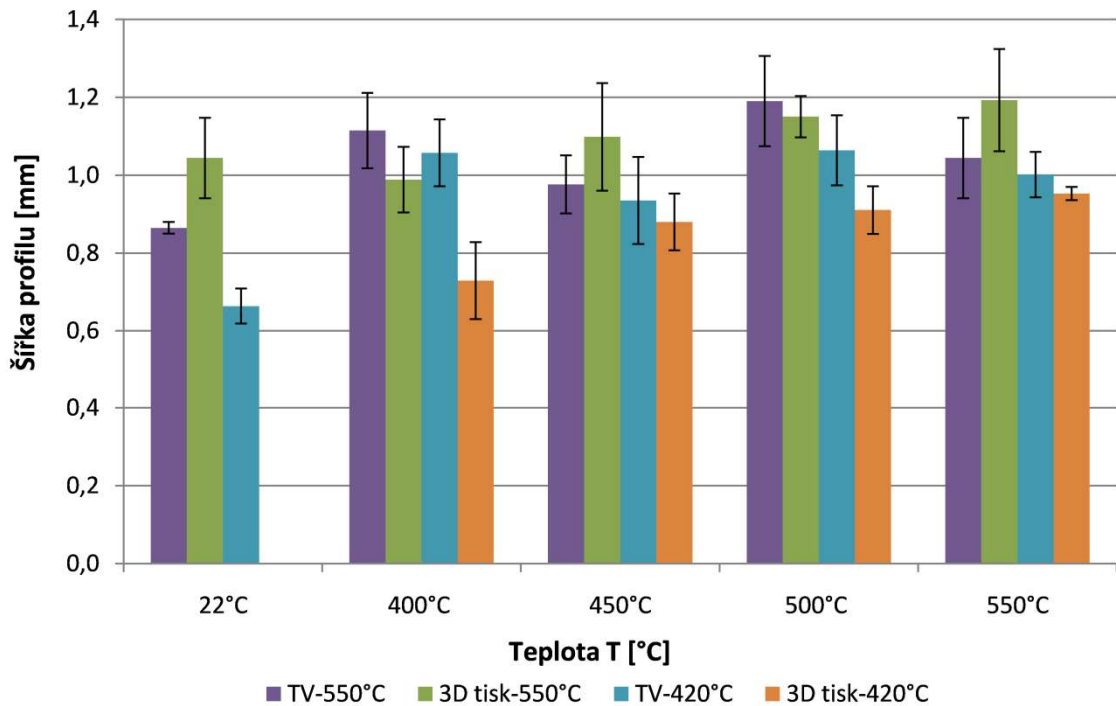
Obr. 48 - Změna vrubové houževnatosti v závislosti na zkušební teplotu tvářených a SLM vzorků

V poslední části byla provedena tribologická zkouška pro zjištění třecích vlastností povrchu. Testovány byly tvářené a SLM vzorky, nitridované při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin, a také vzorky nitridované při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin. Zkouška byla provedena při teplotě okolí RT a za vyšších teplot 400, 450, 500 a 550 °C. Hodnocen byl koeficient tření, třecí stopa na nitridovaném povrchu a velikost opotřebení Si₃N₄ kuličky. Graf na obrázku 49 ukazuje dosažené hodnoty koeficientu tření pro jednotlivé vzorky při dané teplotě zkoušky. Při teplotě okolí RT dosahuje nejnižší hodnoty koeficientu tření tvářená ocel s nitridací při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Za vyšších teplot 400, 450 a 500 °C dosahovala nejlepších výsledků 3D tisknutá ocel s nitridací při teplotě 550 °C. Za teplot 500 a 550 °C dopadly hůře vzorky s povrchem nitridovaným při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin a to jak tvářený, tak také SLM vzorek.

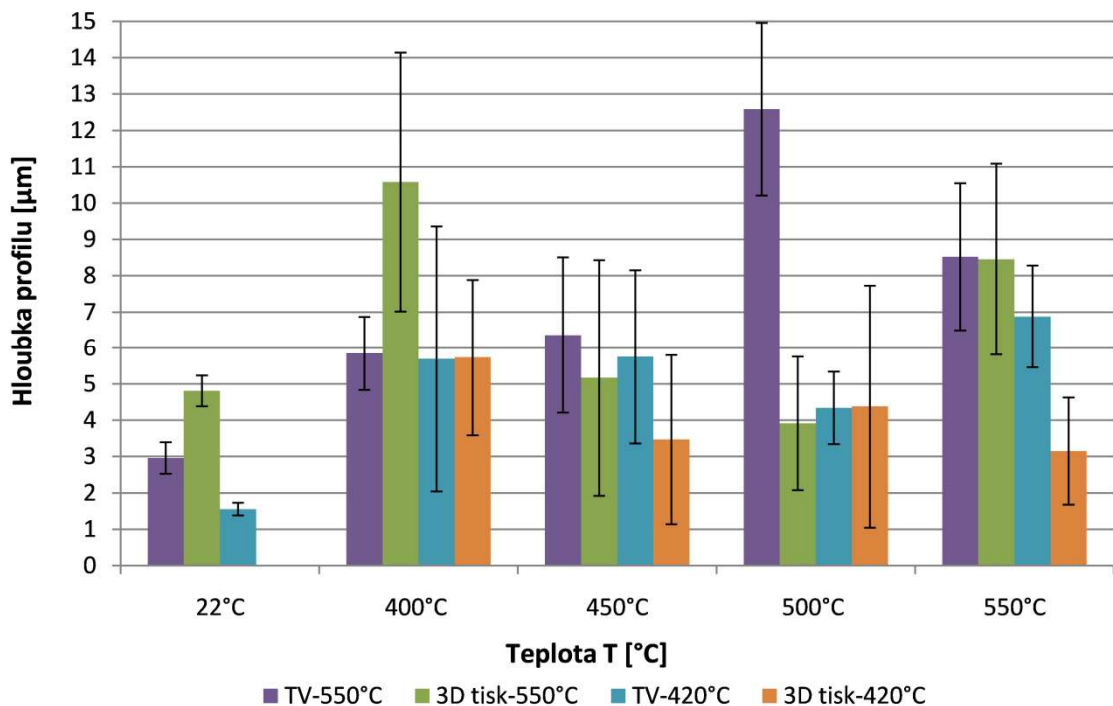


Obr. 49 - Změna koeficientu tření v závislosti na zkušební teplotu tvářených a SLM vzorků

V grafech na obrázcích 50 a 51 jsou uvedeny hodnoty šířky a hloubky stopy opotřebení, pro jednotlivé skupiny vzorků při dané teplotě zkoušky. Nejmenší stopa opotřebení u vzorků testovaných při teplotě RT byla dosažena u tvářeného vzorku s nitridací při teplotě 420 °C. V porovnání s tvářeným vzorkem s nitridací při teplotě 550 °C byla šířka stopy opotřebení menší o cca 24 % a hloubka stopy opotřebení byla menší dokonce o 48 %. Při vyšších teplotách bylo dosaženo nejmenšího opotřebení povrchu u SLM vzorků s nitridací při teplotě 420 °C. Druhý nejlepší výsledek pak byl dosažen u tvářených vzorků nitridovaných při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin a to pro zkoušky při teplotách 450, 500 a 550 °C. Oba typy vzorků nitridovaných při teplotě 550 °C dosahují vyšších hodnot opotřebení, oproti vzorkům nitridovaným za nižší teploty.



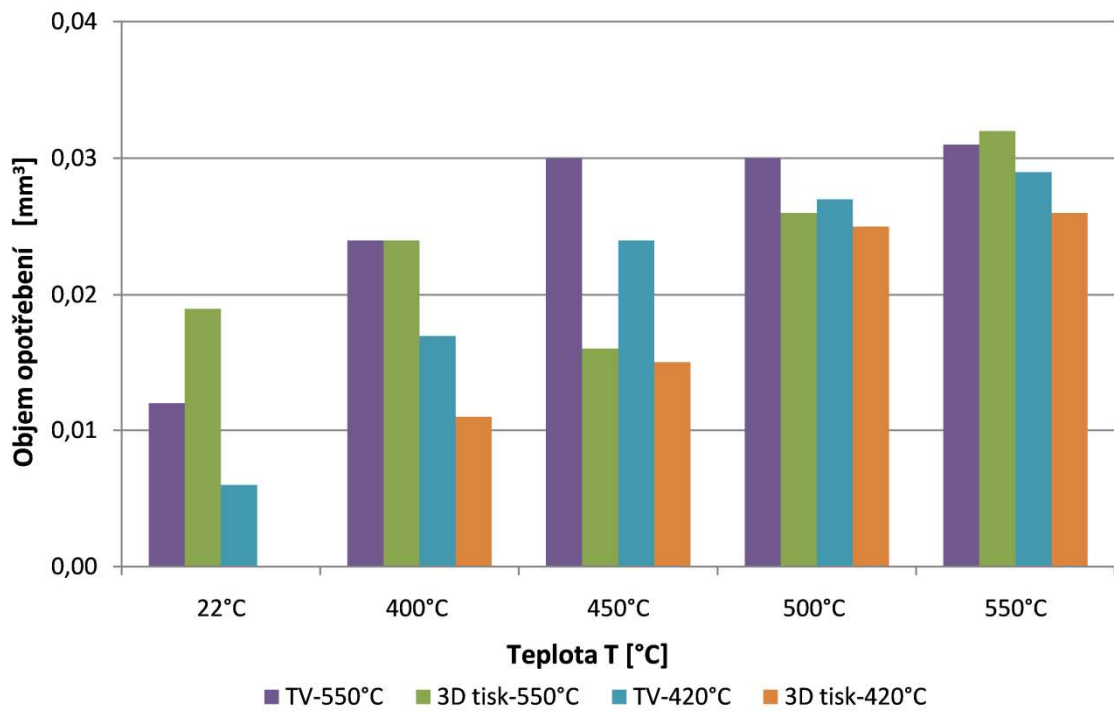
Obr. 50 - Změna šířky profilu v závislosti na zkušební teplotu tvářených a SLM vzorků



Obr. 51 - Změna hloubky profilu v závislosti na zkušební teplotu tvářených a SLM vzorků

Poslední hodnocenou tribologickou veličinou bylo opotřebení Si_3N_4 kuličky. Graf na obrázku 52 zobrazuje závislost velikosti opotřebení zkušební kuličky na zkušební teplotě.

Stejně jako u stopy opotřebení, bylo nejmenšího opotřebení dosaženo u vzorků nitrídaných při 420 °C po dobu 30 hodin a to jak při teplotě okolí RT, tak za zvýšených teplot.



Obr. 52 - Změna objemu opotřebení v závislosti na zkušební teplotu tvářených a SLM vzorků

4. Závěr

Bakalářská práce je věnována posouzení mechanických a tribologických vlastností vysokolegované korozivzdorné austenitické oceli AISI 316L (DIN 1.4404), která byla navíc plazmově nitrídovaná. Teoretická část práce popisuje podstatu 3D tisku kovů se zaměřením na metodu SLM a dále je věnována nitrídaci se zřetelem na nitrídaci plazmovou. V neposlední řadě byly charakterizovány a popsány jednotlivé mechanické a tribologické zkoušky.

Praktická část práce byla rozdělena celkem do pěti sekcí věnovaných metalografickému stanovení tloušťky nitrídované vrstvy, měření tvrdosti této vrstvy, stanovení mechanických vlastností nitrídovaných vzorků při statické zkoušce tahem a hodnot KV a KCV při rázové zkoušce ohybem. Poslední sekce byla věnována definování tribologických vlastností nitrídovaných povrchů. Všechny výše uvedené zkoušky byly realizovány na tvářených a 3D tisknutých vzorcích vyrobených metodou SLM, které byly plazmově nitrídovány při teplotě 550 °C po dobu 20 hodin. Tribologické zkoušky byly navíc provedeny také pro vzorky plazmově nitrídované při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin. Získané poznatky lze shrnout v následujících bodech:

- U tvářených vzorků bylo při stejných podmínkách plazmové nitrídace dosaženo větších tlouštěk nitrídované vrstvy, než u 3D tisknutých vzorků a to pro čtvercový i kruhový průřez. U SLM vzorků však bylo dosaženo mnohem rovnoměrnější vrstvy.
- Plazmovou nitrídací při teplotě 500 °C po dobu 20 hodin byla získána vrstva s průměrnou hodnotou tvrdosti 900 HV a to pro tvářené i 3D tisknuté vzorky.
- Mechanické vlastnosti tvářených plazmově nitrídovaných vzorků jsou při RT u meze kluzu $R_{p0,2}$ vyšší o 35 % a u meze pevnosti R_m vyšší o 32 % než u SLM vzorků. S rostoucí teplotou tento rozdíl mírně klesá a při teplotě 600 °C je rozdíl 29 % respektive 27 %.
- Hodnoty KV a KCV naměřené pomocí rázové zkoušky ohybem byly u plazmově nitrídovaných vzorků z tvářené oceli při teplotě okolí RT vyšší o 16 %, při teplotě -30 °C stoupl rozdíl až na 24 % a při teplotě -50 °C byl vyšší o 20 %.
- Tribologickými testy bylo zjištěno, že nejnižších hodnot opotřebení bylo dosaženo u vzorků plazmově nitrídovaných při teplotě 420 °C po dobu 30 hodin a to při teplotě okolí RT i za vyšších teplot. SLM vzorky pak vykazují vyšší odolnost proti opotřebení než vzorky tvářené.

Použitá literatura

- [1] GIBSON, I., D. W. ROSEN a B. STUCKER. *Additive manufacturing technologies: 3D printing, rapid prototyping, and direct digital manufacturing*. Second edition. New York: Springer, [2015]. ISBN 978-1-4939-2112-6.
- [2] GONZALEZ-GUTIERREZ, Joamin, Florian ARBEITER, Thomas SCHLAUF, Christian KUKLA a Clemens HOLZER. Tensile properties of sintered 17-4PH stainless steel fabricated by material extrusion additive manufacturing. In: *Materials Letters* [online]. 2019, s. 165-168 [cit. 2020-06-20]. DOI: 10.1016/j.matlet.2019.04.024. ISSN 0167577X. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X19305749>
- [3] Metal Binder Jetting. *DigitalAlloys* [online]. Burlington, 2019 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://www.digitalalloys.com/blog/binder-jetting/>
- [4] Metal Additive Manufacturing (AM) Processes - Binder Jetting. *3DEO* [online]. Gardena [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://news.3deo.co/metal-additive-manufacturing-am-processes-binder-jetting>
- [5] Metal 3D Printing: What is Direct Energy Deposition? *AMFG* [online]. London, 2018 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://amfg.ai/2018/09/27/metal-3d-printing-what-is-direct-energy-deposition/>
- [6] BOURNIAS-VAROTSIS, Alkaios, Ross J. FRIEL, Russell A. HARRIS, Daniel S. ENGSTRØM a S. S. BABU. Ultrasonic Additive Manufacturing as a form-then-bond process for embedding electronic circuitry into a metal matrix. In: *Journal of Manufacturing Processes* [online]. 2018, s. 664-675 [cit. 2020-06-20]. DOI: 10.1016/j.jmapro.2018.03.027. ISSN 15266125. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1526612518301403>
- [7] DMLS vs SLM 3D Printing for Metal Manufacturing. In: *Element* [online]. Castells, 2016 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://www.element.com/nucleus/2016/06/29/dmls-vs-slm-3d-printing-for-metal-manufacturing>

- [8] Selective Laser Melting (SLM) – 3D Printing Simply Explained. In: *All3dp* [online]. Murphy, 2019 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: https://i.all3dp.com/cdn-cgi/image/fit=cover,w=1000,gravity=0.5x0.5,format=auto/wp-content/uploads/2019/03/25232420/diagram-showing-how-slm-3d-printing-works-spilasers-190319_download.jpg
- [9] Selective Laser Melting (SLM) – 3D Printing Simply Explained. In: *All3dp* [online]. Murphy, 2019 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://all3dp.com/2/selective-laser-melting-slm-3d-printing-simply-explained/>
- [10] Selective Laser Melting. *Sciencedirect* [online]. 2019 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/selective-laser-melting>
- [11] 7 Issues to Look Out for in Metal 3D Printing. *Engineering.com* [online]. Milotch-Hou, 2017 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://www.engineering.com/3DPrinting/3DPrintingArticles/ArticleID/15202/7-Issues-to-Look-Out-for-in-Metal-3D-Printing.aspx>
- [12] ZETKOVA, Ivana. *Problematika výroby strojních kovových součástí 3D tiskem* [online]. Plzeň, 2017 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://dspace5.zcu.cz/bitstream/11025/28412/1/Zetkova.pdf>. Disertační práce. ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI FAKULTA STROJNÍ.
- [13] KRAUS, CSC., Ing. V. TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ A SLINOVÁNÍ PŘEDNÁŠKY. *Docplayer* [online]. [cit. 2020-06-24]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/18081046-Tepelne-zpracovani-a-slinovani-prednasky.html>
- [14] PYE, David. *Practical NITRIDING and Ferritic Nitrocarburizing*. Ohio: ASM International, 2003. ISBN 0-87170-791-8.
- [15] NITRIDACE PŘÍRUČKA. *AZ PROKAL* [online]. Brno, c2020 [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://azprokal.cz/cs/prehled-sortimentu/chemicke-pripravky/nitridacni-a-boridovaci-prasky/>
- [16] Anomální doutnavý výboj. In: *Docplayer* [online]. Král, 2019 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: <http://docplayer.cz/109981174-Anomalni-doutnavy-vyboj.html>

- [17] IONTOVÁ NITRIDACE. *Teoli* [online]. Žďár nad Sázavou [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: <http://www.teoli.eu/index.php?sekce=3-nitridace>
- [18] LI, Yang, Zhuo WANG a Liang WANG. Surface properties of nitrided layer on AISI 316L austenitic stainless steel produced by high temperature plasma nitriding in short time. In: *Applied Surface Science* [online]. 2014, s. 243-250 [cit. 2020-06-21]. DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.01.177. ISSN 01694332. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433214002438> [19] SAMES,
- [19] W. J., F. A. LIST, S. PANNALA, R. R. DEHOFF a S. S. BABU. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. In: *International Materials Reviews* [online]. 2016, s. 315-360 [cit. 2020-06-21]. DOI: 10.1080/09506608.2015.1116649. ISSN 0950-6608. Dostupné z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/09506608.2015.1116649>
- [20] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I. 2.*, opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-720-4283-1.
- [21] *Mechanické zkoušení kovových materiálů* [online]. In: . Praha: VŠCHT [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: <http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Mechanick%C3%A9%20zkou%C5%A1en%C3%AD%20kovov%C3%BDch%20materi%C3%A1l%C5%AF.pdf?redirected>
- [22] FOLTA, Jiří. *Využití analýzy obrazu pro zkoušku tahem na plochých vzorcích* [online]. Pardubice, 2010 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: https://dk.upce.cz/bitstream/handle/10195/36739/FoltaJ_Vyuziti%20analyzy_PS_2010.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Diplomová práce. UNIVERZITA PARDUBICE DOPRAVNÍ FAKULTA JANA PERNERA.
- [23] ČIŽMÁROVÁ, Elena a Jana SOBOTOVÁ. *Nauka o materiálu I. a II.: cvičení*. V Praze: České vysoké učení technické, 2014. ISBN 978-80-01-05550-2.
- [24] Zkoušky tvrdosti. In: *Oddělení povrchového inženýrství* [online]. Plzeň [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf
- [25] *COATINGS TRIBOLOGY: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Second Edition. Sheffield: The University of Sheffield, 2009. ISBN 978-0-444-52750-9.

- [26] KUIRY, Suresh. *Advanced Scratch Testing Applications* [online]. In: . BRUKER, 13 June 2013 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/TMT/Webinars/Tribology_101_3-Advanced_Scratch_Testing_Applications-06182013.pdf
- [27] SMAZALOVÁ, Eva, Šárka HOUDKOVÁ a Michal SVANTER. Tribological effects of discontinuous Block-on-Ring test. In: *23rd International Conference on Metallurgy and Materials* [online]. METAL, 2014, s. 1004-1010 [cit. 2020-06-21].
- [28] Pin on Vee Block Tester. *Ducom* [online]. c2020 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: <https://ducom.com/test-instruments/lubricant-testers/pin-on-vee-block-tester/>
- [29] IWONA, Sulima. *Schematic of the ball-on-disk wear test system* [online]. In: . 2014 [cit. 2020-06-21]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/figure/Schematic-of-the-ball-on-disk-wear-test-system-25_fig1_269109028
- [30] BAKALOVA, Totka, Petr LOUDA, Lukáš VOLESKÝ a Lucie KŘIKLAVOVÁ. *The impact of natural nanoadditiv on the tribological and chemical properties of process fluids* [online]. In: . Sinaia: Petroleum-Gas University of Ploiesti Publishing House, 2014, 30thOct.-1stNov.2014, s. 143-148 [cit. 2020-06-21]. ISBN 978-973-719-570-8. Dostupné z: https://cxi.tul.cz/files/pages/other/V%C3%BDzkumn%C3%A9%20projekty/Preseed/Envitech/05_The%20impact%20of%20natural%20nanoadditiv%20on%20the%20tribological%20and%20chemical%20properties%20of%20.pdf
- [31] LI, Y., L. WANG, J. XU a D. ZHANG. Plasma nitriding of AISI 316L austenitic stainless steels at anodic potential. In: *Surface and Coatings Technology* [online]. 2012, s. 2430-2437 [cit. 2020-06-21]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.10.045. ISSN 02578972. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S025789721101111X>