



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV KONSTRUOVÁNÍ

INSTITUTE OF MACHINE AND INDUSTRIAL DESIGN

NEREZOVÉ OCELI PRO KRYOGENICKÉ APLIKACE ZPRACOVANÉ 3D TISKEM

STAINLESS STEELS FOR CRYOGENIC APPLICATIONS PROCESSED BY 3D PRINTING

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Filip Grygar

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D.

BRNO 2021

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav konstruování
Student:	Bc. Filip Grygar
Studijní program:	Strojní inženýrství
Studijní obor:	Konstrukční inženýrství
Vedoucí práce:	doc. Ing. Daniel Koutný, Ph.D.
Akademický rok:	2020/21

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

Nerezové oceli pro kryogenické aplikace zpracované 3D tiskem

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Během procesu kryogenního temperování prochází ocel fázovou změnou, která transformuje strukturu krystalové mřížky z kubické prostorově středěné (BCC) na kubickou plošně středěnou (FCC). Kubická plošně středěná struktura vede k pevnějšímu a odolnějšímu materiálu, který má pak za nízkých teplot lepší vlastnosti než za pokojové teploty. Vlastnosti nerezových austenitických ocelí procházejících touto fázovou přeměnou dosud nebyly pro aditivně zpracovaný materiál technologií SLM detailně prozkoumány a nejsou známe limity pro jejich použití v kryogenických aplikacích.

Typ práce: výzkumná

Výstup práce: publikační výsledek (J, D)

Projekt: GAČR

Cíle diplomové práce:

Hlavním cílem je stanovit mechanické vlastnosti nerezových ocelí vyrobených technologií SLM za velmi nízkých teplot

Dílčí cíle diplomové práce:

- vypracovat přehled kovových materiálů vhodných pro kryogenické aplikace s ohledem na 3D tisk,
- navrhnout kombinaci procesních parametrů zajišťující nízkou porozitu vzorků,
- experimentálně stanovit mechanické vlastnosti nerezové oceli 304L za teplot cca $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- porovnat chování materiálu z pohledu mechanických vlastností a mikrostruktury s jinými nerezovými ocelemi.

Požadované výstupy: průvodní zpráva, digitální data.

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

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

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

Seznam doporučené literatury:

YANG, J., WANG, Y., LI, F., HUANG, W., JING, G., WANG, Z., ZENG, X. Weldability, microstructure and mechanical properties of laser-welded selective laser melted 304 stainless steel joints. *Journal of Materials Science and Technology*. 2019, vol. 35, no. 9, 1817–1824. ISSN 10050302.

GUAN, K., WANG, Z., GAO, M., LI, X., ZENG, X. Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel. *Materials & Design*. 2013, vol. 50, 581–586. ISSN 02613069.

DING, H., WU, Y., LU, Q., WANG, Y., ZHENG, J., XU, P. A modified stress-strain relation for austenitic stainless steels at cryogenic temperatures. *Cryogenics*. 2019, vol. 101, 89–100. ISSN 00112275.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2020/21

V Brně, dne

L. S.

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

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

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá vlastnostmi austenitické nerezové oceli 304L zpracované technologií SLM a testované za pokojových i kryogenních teplot. Výsledkem je popis mechanických vlastností a mikrostruktury. Prvním krokem bylo vyvinutí procesní parametrů, díky kterým klesla pórovitost výtisků pod 0,01 %. Následná tahová zkouška vykazala vyšší mez kluzu i pevnosti než konvenčně vyráběné díly, a to i za teploty -80 °C, ale za cenu snížení tažnosti. Vlivem deformace i snížení teploty došlo k transformaci austenitu na martenzit. K této transformaci ovšem došlo i při testech houževnatosti podle Charpyho, což mělo za následek tranzitní chování oceli.

KLÍČOVÁ SLOVA

304L, kryogenika, SLM, 3D tisk, re-melting

ABSTRACT

This thesis deals with properties of austenitic stainless steel 304L processed by SLM technology and tested at room and cryogenics temperatures. Result is description of mechanical properties and microstructure. First step was to develop processing parameters to achieve porosity of prints fell below 0,01 %. Following tensile test showed higher yield and ultimate tensile strength than conventionally fabricated parts, even at temperature -80 °C, but at cost of reduced ductility. Due to deformation and low temperature austenite transformed into martensite. This transformation also occurred in Charpy toughness test, that resulted in ductile to brittle behaviour.

KEYWORDS

304L, cryogenics, SLM, 3D printing, re-melting

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

GRYGAR, Filip. *Nerezové oceli pro kryogenické aplikace zpracované 3D tiskem*. Brno, 2021, 101 s. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav konstruování. Vedoucí práce doc. Ing. Daniel Koutný, Ph. D.

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Danielovi Koutnému, Ph. D. za jeho trpělivost, odborné vedení, cenné rady a připomínky. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Miroslavovi Šmídovi, Ph. D. za spoustu rad a ochotu při vyhodnocování mikrostruktury. A nakonec by jsem chtěl poděkovat také své rodině a všem, kteří mi byli nápomocní, jak při vypracovávání této diplomové práce, tak i v průběhu svého dosavadního studia.

PROHLÁŠENÍ AUTORA O PŮVODNOSTI PRÁCE

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

.....

Podpis autora

OBSAH

1	ÚVOD	13
2	PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ	14
2.1	Koroze	14
2.1.1	Chemická koroze	14
2.1.2	Elektrochemická koroze	14
2.2	Korozivzdorné oceli	16
2.2.1	Feritické korozivzdorné oceli	18
2.2.2	Martenzitické korozivzdorné oceli	19
2.2.3	Austenitické korozivzdorné oceli	19
2.2.4	Duplexní korozivzdorné oceli	20
2.3	Selective laser melting	21
2.4	Procesní parametry	22
2.4.1	Vliv skenovací strategie	23
2.4.2	Vliv proudění inertní atmosféry a pozice vzorku	24
2.5	Hustota a pórovitost výtisku	27
2.5.1	Měření hustoty materiálu	27
2.6	Mechanické vlastnosti tištěných dílů v závislosti na procesních parametrech	29
2.6.1	Zbytkové napětí	33
2.6.2	Únavové vlastnosti	33
2.6.3	Drsnost povrchu a re-melting	34
2.6.4	Mikrostruktura	35
2.7	Chování austenitických nerezových ocelí za nízkých až kryogenních teplot	39
2.7.1	Houževnatost	39
2.7.2	Tvrдость	41
2.7.3	Tahová zkouška	42
2.7.4	Tvorba Martenzitu	44
3	ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE	46
3.1	Analýza problému	46
3.2	Analýza a zhodnocení řešerše	46
3.3	Podstata a cíl diplomové práce	48
4	MATERIÁL A METODY	49
4.1	Použité stroje	49
4.1.1	SLM tiskárna	49
4.1.2	Optický mikroskop	50
4.1.3	Elektronový mikroskop	50

4.2	Nerezová ocel	51
4.3	Metodika a podmínky řešení	51
4.3.1	Určení procesních parametrů	51
4.3.2	Tahová zkouška	52
4.3.3	Charpyho nárazová práce	52
4.3.4	Testování za nízkých teplot	52
5	VÝSLEDKY	53
5.1	Oceli pro kryogenické teploty zpracované technologií SLM	53
5.2	Pórovitost testovacích krychlí	53
5.3	Vliv pozice a dmyhadla	56
5.4	Podpovrchová porozita	59
5.5	Tahová tělesa	63
5.6	Mikrostruktura	65
5.6.1	Fáze	65
5.6.2	Směrovost zrn	67
5.6.3	Mikrostruktura	71
5.7	Tahová zkouška	73
5.7.1	Mikrostruktura tahových vzorků	73
5.8	Charpyho nárazová práce	83
5.8.1	Mikrostruktura Charpyho těles	84
6	DISKUZE	86
7	ZÁVĚR	89
8	BIBLIOGRAFIE	91
9	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN	96
9.1	Příklady použitých fyzikálních veličin	96
9.2	Seznam použitých zkratk	96
10	SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ	97
11	SEZNAM TABULEK	100
12	SEZNAM PŘÍLOH	101

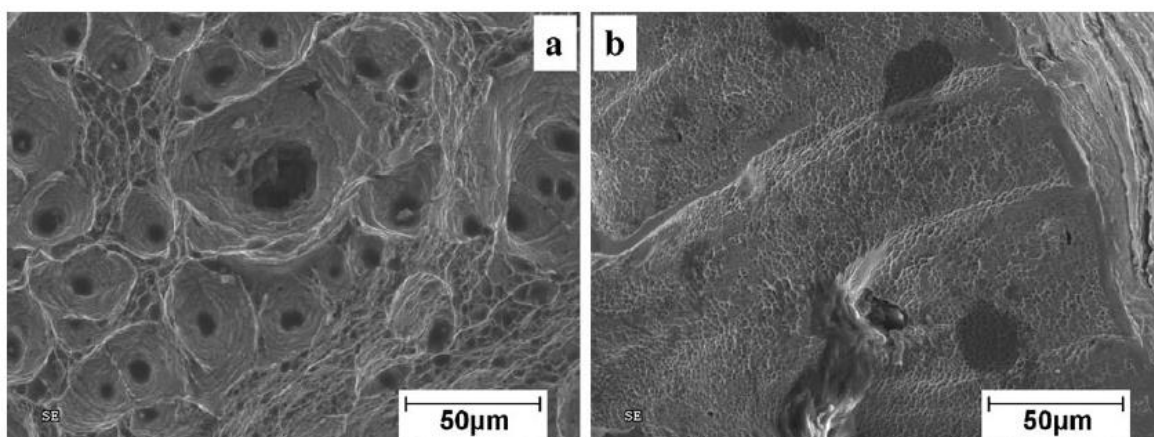
1 ÚVOD

Produkce nerezových ocelí stále stoupá, a to dokonce rychleji než produkce plastů [1]. I když jsou nerezové oceli známy již od první poloviny 20. století, tak jsou stále předmětem výzkumu, a to především díky nástupu nových technologií zpracování materiálu jako je selective laser melting (SLM) nebo jejich použití za stále extrémnějších podmínek např. za kryogenních teplot. Kombinace těchto dvou vlivů dosud nebyla pro nerezové oceli testována. Běžné nerezové oceli se používají jako nádoby pro různé kapaliny nebo pro rozvod chladiva. V extrémních případech se používají jako konstrukční materiál v kosmonautice nebo v aplikacích, se supravodivostí.

Technologie SLM spočívá ve spékání jemného kovového prášku pomocí laseru. Prášek je nanesen v tenkých vrstvách, které jsou poté taveny laserem a spojovány k sobě. Dráha laseru je generována na základě 3D dat. Tato technologie se uplatňuje především v oblasti prototypování nebo při výrobě tvarově složitých dílů. Úpravou procesních parametrů jako změnou drah laseru lze upravovat mikrostrukturu a tím pádem i mechanické vlastnosti.

Většina nerezových ocelí trpí nízkou tažností a houževnatostí při teplotách pod bodem mrazu. Tento nedostatek lze vyřešit použitím austenitických nerezových ocelí. Mezi jejichž hlavní přísady patří chrom, který je zodpovědný za korozivzdornost a nikl s manganem, jakožto austenitotvorné prvky. U těchto ocelí dochází při kryogenních podmínkách vlivem deformací k přeměně austenitu na martenzit, čímž dochází k zvýšení meze kluzu i pevnosti. Tento jev je výraznější se snižující se teplotou.

Cílem této práce je vytvořit tiskový profil oceli AISI 304L pro technologii SLM. Poté vytisknout vzorky z této oceli, a ty otestovat za pokojových teplot, a také za teplot -80 °C a -196 °C . Výsledné mechanické vlastnosti a mikrostruktura se poté porovná s konvenčně vyráběnými vzorky, přičemž se předpokládá zlepšení mechanických vlastností jako je mez kluzu i pevnosti bez výrazného snížení tažnosti.



Obr. 1-1 Mikrostruktura austenitické oceli v oblasti utržení krčku po tahové zkoušce při a) 293 K b) při 77 K [2].

2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

2.1 Koroze

Koroze je samovolné chemické nebo elektrochemické porušování kovů vlivem okolního prostředí, a to především kapalnými a plynnými látkami. Kovy podléhají korozi různou mírou a některé kovy zaujaly vzhledem ke korozi zvláštního chování. Koroze může vést k zhoršení vlastnosti součásti nebo až k její poruše, která vylučuje její funkčnost [3, 4].

Principem koroze je přechod kovů do oxidovaného stavu, který je charakterizován snížením volné entalpie ΔG . Volná entalpie závisí na teplotě a to [3]

$$\Delta G = \Delta H - T \cdot \Delta S \quad (1)$$

Kde ΔH je změna entalpie, ΔS je změna entropie a T je termodynamická teplota.

Podle rovnice (1) je patrné, že s narůstající teplotou je snižována volná entalpie tudíž může koroze probíhat za zvýšených teplot rychleji.

2.1.1 Chemická koroze

Jedná se o chemickou reakci, která probíhá mezi povrchem ocelí a elektricky nevodivým prostředím. Probíhá za normálních, ale především za vysokých teplot. Příkladem takové reakce je tvorba okují při kování oceli [5].

2.1.2 Elektrochemická koroze

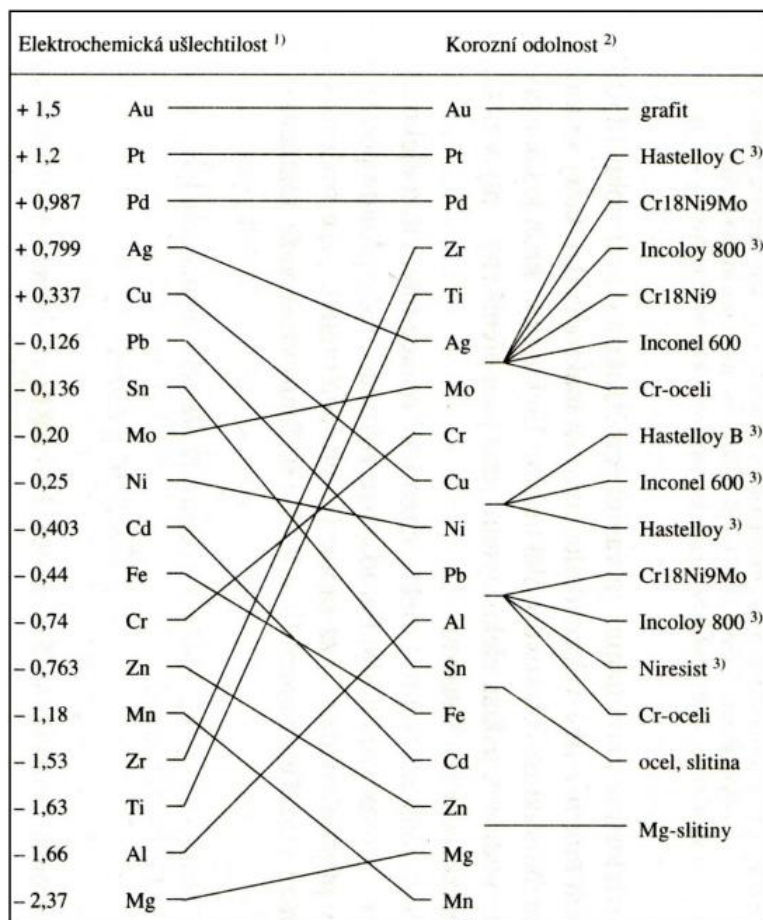
Elektrochemická koroze probíhá ve vodivých prostředích neboli v elektrolytech (voda, půda, kyseliny a jiné). Kov se v elektrolytu chová jako elektroda. Rychlost koroze je opět dána změnou volné entalpie, a to podle rovnice [3]

$$-\Delta G = z \cdot F \cdot V \quad (2)$$

Kde F je Faradayův náboj (což je konstanta), z je počet vyměněných elementárních nábojů neboli oxidační číslo vznikajícího kovového iontu a V je elektrochemický potenciál daného prvku.

Podle rovnice (2) lze pozorovat, že velký vliv na rychlost koroze má elektrochemický potenciál. S jeho snižováním roste rychlost korozního napadení.

Na Obr. 2-1 můžeme vidět, že ačkoliv mají některé prvky nižší elektrochemický potenciál, tak vykazují vyšší korozní odolnost než prvek s vyšším elektrochemickým potenciálem. To je způsobeno jevem známým jako pasivita [3].



Obr. 2-1 Srovnání elektrochemické ušlechtilosti kovů a jejich průměrné korozní odolnosti [3].

Pasivita je zodpovědná za korozní odolnost korozivzdorných ocelí. Kov nebo slitina reaguje s okolním prostředím a pokrývá svůj povrch tenkou vrstvou oxidů, která má mnohem vyšší korozní odolnost než prvek samotný. Příkladem prvku, u kterého se pasivita nastává je chrom Cr. Chrom má sice větší tendenci reagovat s okolním prostředím než železo Fe, ale výsledkem této reakce je vznik pasivační vrstvy. Navíc díky větší tendenci chromu, než železa, reagovat s okolím se pasivační vrstva vytvoří velmi rychle. Proto je na obr. 2-1 chrom zobrazen s vyšší korozní odolností než železo [3].

U korozivzdorných ocelí pasivita funguje díky příměsi chromu. Železo dosahuje pasivity odevzdáním jednoho elektronu, zatímco chrom je schopen přijmout 5 elektronů do své valenční vrstvy. Takto je jeden atom chromu schopen pasivovat 5 atomů železa. Z tohoto také vychází minimální požadavek hmotnostního obsahu chromu pro pasivaci železa[3].

Ten se spočítá jako:

$$\text{Cr} = 11,74\% + 14,5\% C \quad (3)$$

Příčemž C vyjadřuje hmotnostní obsahu uhlíku. Jak můžeme vidět z rovnice (3), tak nejen chrom ovlivňuje korozivzdornost slitiny, ale i obsah uhlíku upravuje potřebný obsah chromu. Mezi pozitivně působící prvky se řadí hliník Al a křemík Si.

2.2 Korozivzdorné oceli

Název korozivzdorné nebo také nerezové oceli může být zavádějící. Takovéto oceli podléhají chemické i elektrochemické korozi, ovšem mají proti ní zvýšenou odolnost. Zvýšené odolnosti se dosahuje pomocí legur, proto patří korozivzdorné oceli mezi vysocelegované oceli [3].

Pokud se korozivzdorné oceli nacházejí ve vysocekorozivním prostředí (například v roztoku kyseliny sírové) mohou oceli podléhat korozi, i když je splněna podmínka popsaná v rovnici (3), proto jsou přidávány další prvky [6].

Základními prvky korozivzdorných ocelí je železo a uhlík. Mimo to obsahují velké množství přísadových prvků, a to zejména chrom, nikl, mangan a další. Chrom má mimo pasivace vliv i na fázové složení výsledné slitiny, potlačuje totiž vznik austenitické fáze. Podobné vlastnosti mají i další přísadové prvky. Podle jejich vlivu na slitinu je lze rozdělit do dvou základních skupin a to na [3]:

a) Austenitotvorné prvky

Tyto prvky stabilizují fázi Austenitu i při pokojových teplotách. Hlavním austenitotvorným prvkem je nikl, mezi další prvky patří uhlík, dusík, mangan nebo měď.

b) Feritotvorné prvky

Tyto prvky stabilizují a zvětšují fázi feritu. Hlavní feritotvorný prvek je chrom, dále také molybden, křemík, titan, hliník a další.

Úskalím těchto prvků, je snižující se rozpustnost se snižující se teplotou, což vede k tvorbě intermediálních fází, které mohou mít nepříznivý vliv na vlastnosti oceli [3].

Podle výsledné struktury dělíme korozivzdorné oceli na

- a) Feritické
- b) Martenzitické
- c) Austenitické
- d) Duplexní

Pro odhad výsledné struktury se používá Shafflerův diagram, který můžeme vidět na Obr. 2-2. Na ose x je vynesena chromový ekvivalent, který udává vliv feritotvorných prvků na stabilizaci feritu. Na ose y je vynesena niklový ekvivalent, který udává vliv austenitotvorných prvků na stabilizaci austenitu. A značí oblast austenitických ocelí, F značí oblast feritických ocelí a M značí oblast martenzitických ocelí. Oblasti mezi nimi jsou vyhrazeny pro duplexní neboli dvoufázové oceli [3]. Pokud u dané oceli známe chemické složení, můžeme vypočítat ekvivalenty a odhadnout strukturu výsledné oceli.

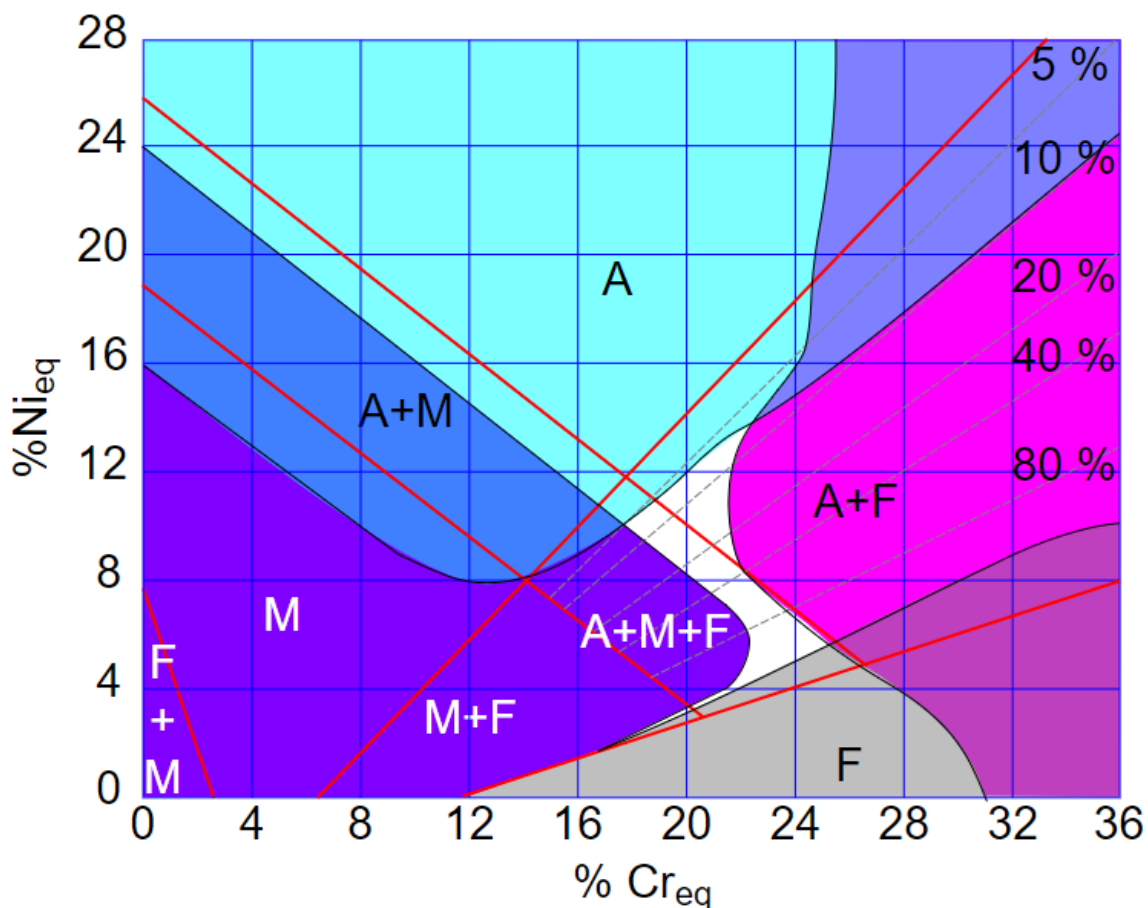
Pro chromový ekvivalent platí [7]:

$$\% Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5 \cdot \%Si + 1,5 \cdot \%Ni \quad (4)$$

A pro niklový ekvivalent platí [7]:

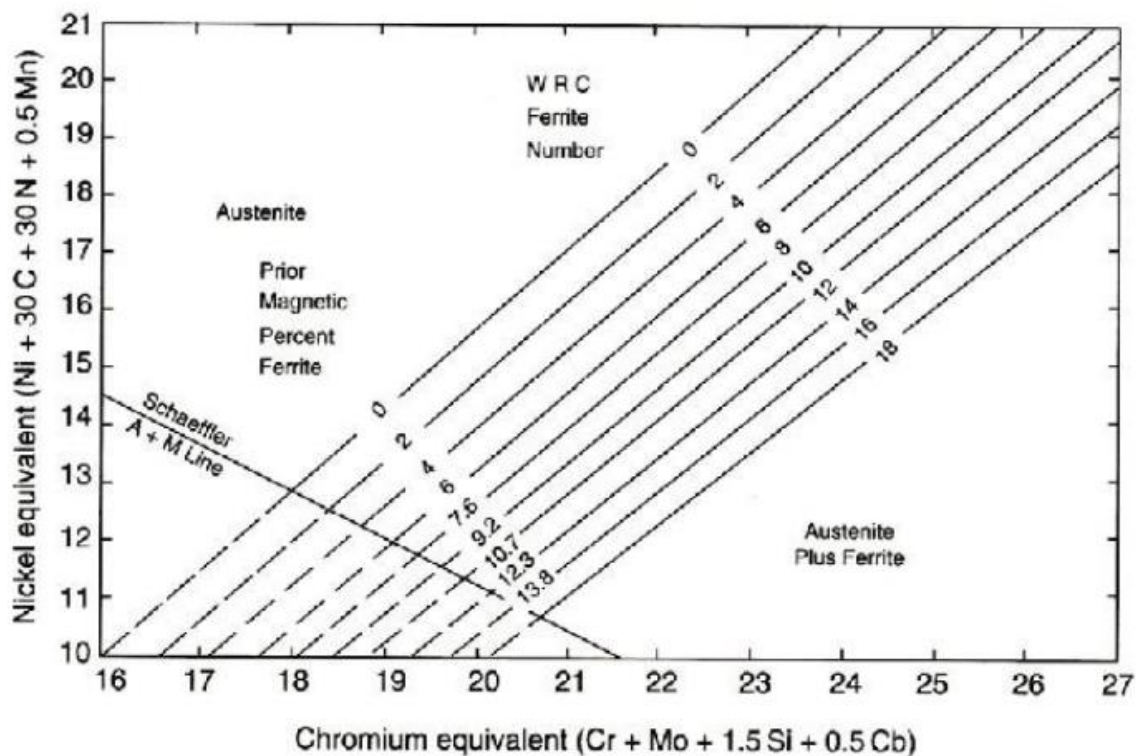
$$\% Ni_{eq} = \%Ni + 30 \cdot \%C + 0,5 \cdot \%Mn \quad (5)$$

Kde Cr je chrom, Mo molybden, Si křemík, Ni nikl, C uhlík a Mn mangan.



Obr. 2-2 Schafflerův diagram [8]

Ovšem v případě příměsi dusíku se musí rovnice (4) a (5) upravit, protože dusík je výrazně austenitotvorný prvek. Pro tuto úpravu je vhodnější výslednou fázi zobrazit na Delongově diagramu jako na Obr. 2-3, kde můžeme vidět i pozměněné rovnice pro výpočet niklového a chromového ekvivalentu. Delongův diagram je vlastně jen výřez Schfflerova diagramu s přepočítanými ekvivalenty [9].



Obr. 2-3 Delongův diagram [9]

2.2.1 Feritické korozivzdorné oceli

Feritické oceli obsahují 12 % - 30 % chromu, žádný nikl a obsah uhlíku je nízký, a to pod 0,1 %. Pokud je uhlík zastoupen větším procentem může tvořit karbidy, které mohou způsobit křehnutí oceli [5]. α ferit představuje primární fázi a díky velkému množství feritotvorných prvků nedochází při ohřátí na vyšší teploty k tvorbě austenitické fáze, a tudíž ochlazením nelze získat martenzit a není možné pomocí tepelných úprav zvyšovat jejich pevnost [3].

Mezi jejich výhody patří vysoká žáruvzdornost (až 1100 °C), dobrá korozivzdornost i odolnost proti korozi pod napětím. Jejich cena je nízká. Mezi hlavní nevýhody patří nízká mez kluzu a tranzitní chování.

Mezi typické představitele patří oceli 409 a 430 podle AISI [10].

2.2.2 Martenzitické korozivzdorné oceli

Martenzitické oceli obsahují 12 % - 18 % chromu a až 1,5 % uhlíku. Díky tomuto složení je možné při kalení na vzduchu dosáhnout struktury martenzitu. Díky této struktuře ocel dosahuje vysoké meze kluzu i pevnosti (i 2000 MPa). Cenou za mechanické vlastnosti je snížení korozní odolnost, a proto není vhodné používat tyto oceli v agresivních prostředích. Oceli jsou feromagnetické a při nízkém obsahu uhlíku těžko svařitelné [3].

Velkou výhodou těchto ocelí je možnost ovlivnit jejich vlastností tepelným zpracováním. Takto lze dosáhnout široké oblasti pevnostních hodnot. Cena je vyšší než u feritických ocelí, ale stále je přijatelná. Nevýhodou těchto ocelí je sklon k křehkosti a nízká korozní odolnost [3].

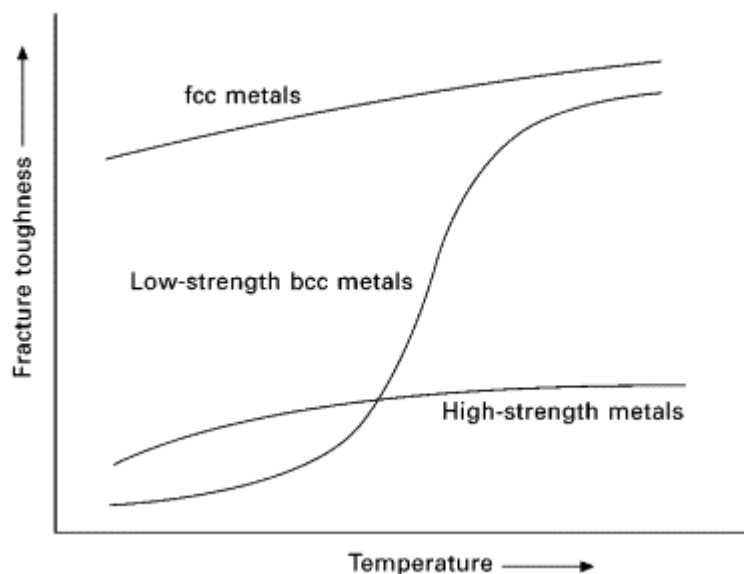
Nejběžnější je ocel 410 popřípadě 420 podle AISI [10].

2.2.3 Austenitické korozivzdorné oceli

Austenitické oceli obsahují velké množství přísad chromu, niklu a manganu. Díky velkému množství austenitotvorných prvků jako je nikl a mangan si udržují austenitickou strukturu za pokojových teplot. Tuto strukturu jsou si schopny udržet i za velmi nízkých teplot. Díky stabilní fázi austenitu nedochází k fázovým přeměnám při změně teploty. Austenitické oceli obsahují 17-25 % chromu, 8-20 % niklu, až 14 % manganu a uhlíku jen maximálně okolo 0,1 % [3].

Feritické oceli mají BCC krystalovou mřížku, která vykazuje ztrátu houževnatosti se snižující se teplotou. Při pokojových a vyšších teplotách dochází ke tvárnému lomu. Ten je charakteristický vysokou houževnatostí. Ovšem jakmile ocel dosáhne své přechodové (tranzitní) teploty (což je krátký interval teplot), dochází k rapidnímu snížení houževnatosti a lom přechází z tvárného na křehký, který je charakteristický nízkou houževnatostí, tj. stačí málo energie, aby došlo k porušení součásti. Tranzitní teplota u takových kovů se pohybuje okolo 0 °C. Běžnou závislost houževnatosti na teplotě můžeme vidět na Obr. 2-4 [11].

Austenit má oproti feritu FCC krystalovou mřížku. FCC mřížka nevykazuje křehký přechod, jak je možno vidět na Obr. 2-4. To je způsobeno tím, že FCC mřížka má více skluzových systémů, a proto může docházet k tvárnému lomu i za nízkých teplot [11]. Kvůli chemickému složení i výše popsanému chování austenitické oceli disponují vysokou tažností a houževnatostí [3].



Obr. 2-4 Závislost houževnatosti na teplotě pro oceli s rozdílnou krystalickou mřížkou [11]

Tyto oceli jsou díky austenitu nemagnetické, tato vlastnost nabízí zajímavá použití, například v oblastech, kde se pracuje s magnetickým polem jako jsou elektromagnety, protože zůstane neovlivněna [12]. Ve struktuře ovšem může zůstat ferit. Podíl už okolo 10 % může oceli navrátit magnetické vlastnosti a také může zapříčinit křehké chování [3].

Ocel 304 patří mezi nejběžnější austenitické oceli. Ocel 316 je oceli 304 velmi podobná, nabízí ovšem vyšší korozní odolnost a vylepšené mechanické vlastnosti [10].

2.2.4 Duplexní korozivzdorné oceli

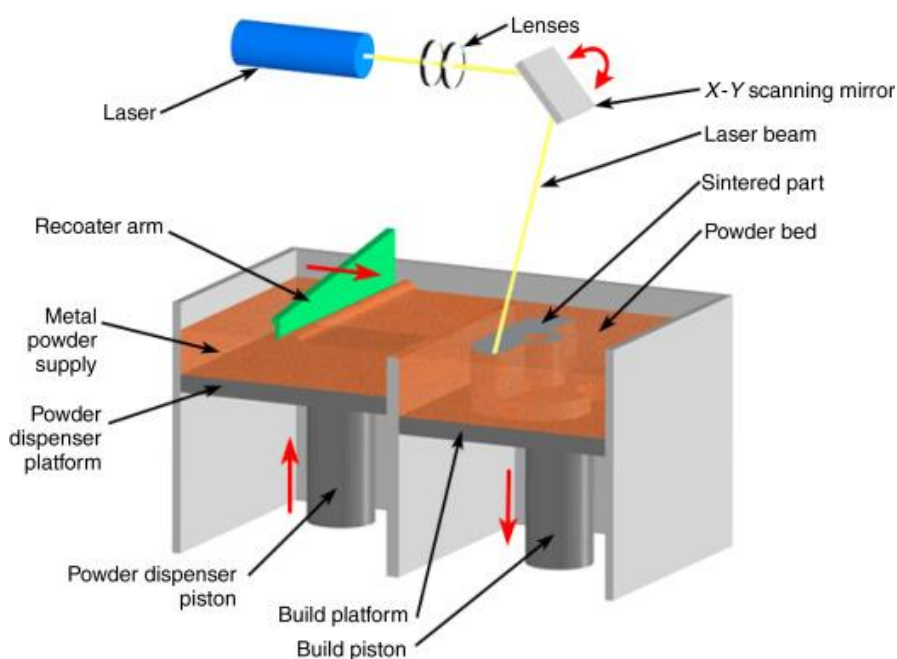
Duplexní nebo také dvoufázové oceli kombinuje některé ze dvou druhé přechozích ocelí. Nejčastější jsou austeniticko-feritické duplexní oceli. Vyznačují se vysokým obsahem chromu 20-30 %. Mezi další přísadové prvky patří molybden a nikl [5].

Tyto oceli není vhodné používat za vyšších teplot než 700 °C, jelikož mají sklon ke křehnutí. Díky austenitické fázi disponují dobrou houževnatostí [5]. Mohou dosahovat vysoké meze kluzu a jsou lépe obrobitelné než austenitické. Jejich cena je vyšší, ale ne tak jako u austenitických ocelí [3].

Mezi typické duplexní oceli patří ocel S32550 nebo S31803 [10].

2.3 Selective laser melting

Selective laser melting (SLM) je aditivní technologie sloužící k výrobě kovových součástí [13]. Oproti standartním obráběcím metodám, kdy je materiál ubírán, zde je materiál přidáván. To vede ke snížení objemu odpadu. Proces výroby nové součásti probíhá vrstvu po vrstvě, jak je znázorněno na Obr. 2-5. První vrstva je nanесena na podkladovou desku (base plate) a pomocí laseru roztavena a spojena dohromady. Laser se pohybuje po dráhách vygenerovaných na základě 3D dat. Jakmile laser dokončí pohyb v dané vrstvě, tak základní deska poklesne o výšku vrstvy. Nanese se další vrstva kovového prášku, který je následně opět roztaven lasem. Tento proces se stále opakuje, dokud není součást hotová.



Obr. 2-5 Princip funkce SLM tiskárny [14]

Pro tisk dílů s přesahy se používají podpory, které jsou vytvořeny podobně jako díl samotný. Podpory mohou mít podobu plných objemů nebo se vytiskne jen odlehčená struktura. Tyto podpory je potřeba po dokončení dílu během post processingu odstranit. Pro tisk se používá inertní atmosféra, aby se zabránilo reakci kovu a vzniku oxidů. Běžná je argonová nebo dusíková atmosféra [14].

2.4 Procesní parametry

Na výsledné vlastnosti vytisknutých součástí a dobu tisku má velký vliv nastavení procesních parametrů jako je výška vrstvy, rychlost laseru, výkon laseru, vzdálenost jednotlivých laserových drah a šířka dráhy laseru [15]. Ta se často volí tak, aby se jednotlivé dráhy aspoň z části překrývaly, protože laserový paprsek může mít větší koncentraci energie ve středu a po okrajích paprsku by nemuselo dojít k úplnému roztavení kovového prášku. Energie laseru je koncentrována do malé oblasti a v rámci přenosu tepla dochází k opětovnému tepelnému ovlivnění již předtím roztavené části [13].

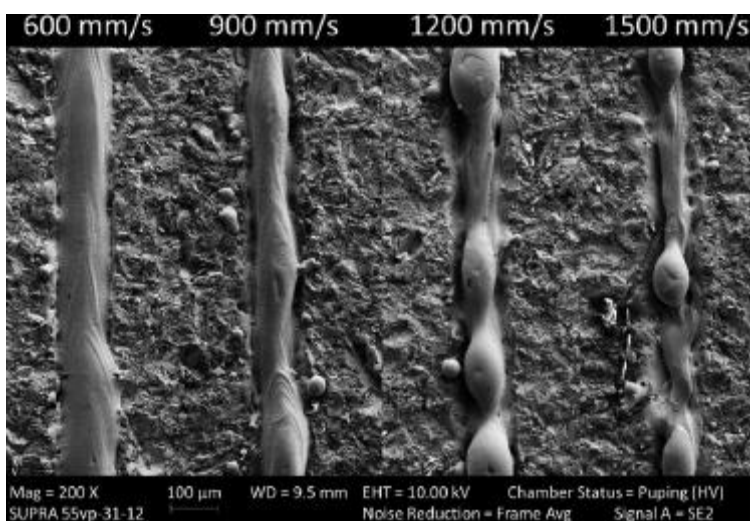
Celkový vliv procesních parametrů lze souhrnně posuzovat pomocí množství energie přivedené do místa tavení kovového prášku tzv. melt pool a je popsána rovnicí:

$$E = \frac{P}{v_s \cdot h_s \cdot t_t} \quad (6)$$

Kde E je hustota přivedené energie, P je výkon laseru, v_s je rychlost pohybu laseru, h_s je vzdálenost drah laseru a t_t je výška vrstvy.

Stále je třeba vhodně zvolit jednotlivé procesní parametry, protože přivedená energie je jen orientační hodnota. Výkon laseru musí být volen tak, aby došlo ke kompletnímu roztavení kovového prášku, avšak nesmí být však příliš vysoký, aby nedocházelo k varu taveniny a jejímu následnému odpařování. Pokud nebude prášek kompletně roztaven hrozí nedokonalé spojení části, a tudíž narušení celistvosti výtisku [16].

Pokud není prášku dodaná dostatečná energie, dochází k nedokonalému roztavení prášku a tavenina se shlukuje do kapek viz. Obr. 2-6. Povrchové napětí kapky překoná smáčivost k okolním povrchům a tavenina se shlukuje do kapek. Toto se nazývá balling efekt a může nastávat i pokud je energie dodána příliš [16].



Obr. 2-6 Detail oblastí roztavených lasem. S rostoucí rychlostí pohybu laseru lze sledovat stále výraznější balling efekt [17]

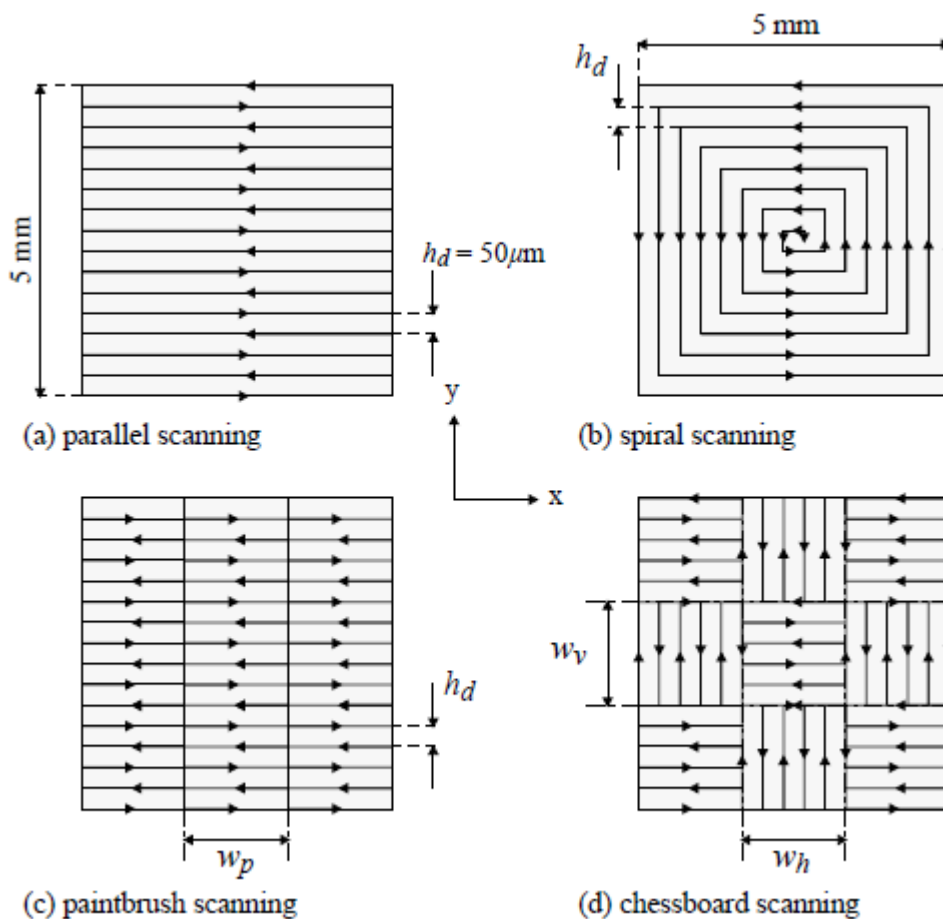
Vedle výkonu laseru je třeba vhodně zvolit také výšku vrstvy. Ta je závislá na rozložení velikosti částic kovového prášku. Proto je vhodné provést analýzu prášku. Navíc výrazně ovlivňuje výslednou drsnost povrchu [16]. Významnou roli hraje i rychlost pohybu laseru neboli skenovací rychlost. Ta se musí volit tak, aby se prášku dodalo dostatečné množství energie, ale také, aby nedocházelo ke zbytečnému prodlužování doby tisku. Skenovací rychlost má společně s výškou vrstvy zásadní vliv na dobu tisku součásti. Ukazuje se, že změnou výšky vrstvy lze dosáhnout výraznějšího zkrácení doby tisku součásti, než změnou skenovací rychlosti [18]. Poměr vlivu těchto parametrů nelze snadno učít, jelikož pro každý tisk může být jiná obsazenost základní desky.

Pro správné spojení sousedních drah laseru je třeba volit jejich vzdálenost (šrafovací vzdálenost) a míru překrytí drah laseru. Tyto parametry mohou také ovlivnit dobu tisku součásti a výslednou kvalitu výtisku. Pokud bude šrafovací vzdálenost příliš velká, nedojde k správnému spojení sousedních drah a mohou mezi nimi vznikat trhliny a póry, což vede ke snížení mechanických vlastností [19].

2.4.1 Vliv skenovací strategie

Na výsledné vlastnosti výtisku má vliv i skenovací strategie neboli uspořádání drah laseru. Skenovací strategie může snížit zbytkové napětí ve výtisku, které může mít negativní vliv na mechanické vlastnosti. V krajním případě může dojít ke vzniku trhlin, a to dokonce již v průběhu tisku [20].

Jhabvala ve své studii popisuje 4 skenovací strategie, viz. Obr. 2-7. Paralelní strategie, nazývaná také meandr strategie vede na velké teplotní gradienty. Ty lze snížit zvýšením skenovací rychlosti, ovšem tím klesá energie dodaná prášku. To se kompenzuje zvýšením energie laseru, která ale lze zvyšovat jen do maximálního výkonu laseru. Další nevýhodou je přehřívání výtisku na okrajích výtisku. To lze zamezit použitím spirál strategie. Ta snižuje teplotní gradienty po okrajích, ale její zásadní problém je vysoká energetická hustota ve středu. Zde je teplota příliš vysoká a hrozí iniciace balling efektu a vniku pórů. Úpravou paralelní strategie může být dosáhnuta paintbrush strategie (stripe strategie). Ta spočívá v rozdělení skenovací oblastí do sloupců. To vede ke snížení teplotních gradientů a k zamezení přehřívání. Ovšem je třeba experimentálně nalézt optimální šíři sloupce, protože může docházet k nedokonalému spojení vrstev. Chessboard strategie opět upravuje paralelní strategii. Celou oblast rozděluje na malá podoblasti, které se řídí paralelní strategií. Navíc směr skenování mezi jednotlivými podoblastmi je otočen o 90°. To vede ke snížení teplotních gradientů i omezení anizotropie výtisku [20].



Obr. 2-7 Znárodnění jednotlivých skenovacích strategií [20]

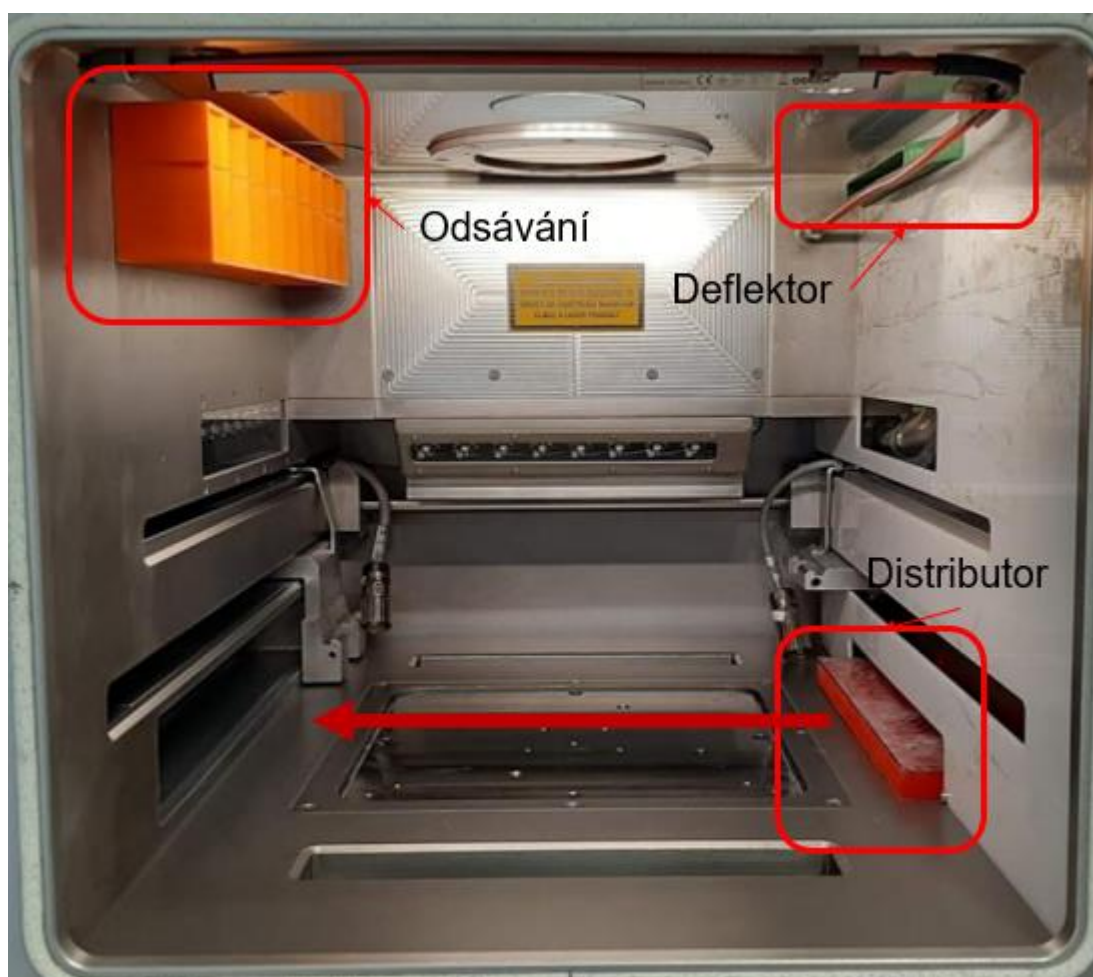
Huang použil prostou paralelní strategii, kterou upravil tak, že po každém dokončení vrstvy se směr otočil o 90° . Výhoda je snížení teplotního gradientu [21]. Navíc tak lze snížit pórovitost výtisku [22].

2.4.2 Vliv proudění inertní atmosféry a pozice vzorku

Při procesu tvorby dílů technologií SLM je ve stavební komoře udržována inertní atmosféra. Ta je nejčastěji tvořena dusíkem nebo argonem. Úkolem inertní atmosféry je zabránění iniciace a průběhu chemických reakcí jako je oxidace. Mezi její další úkoly patří odvod svařovacího oblaku a vedlejších produktů svařování. Ty mohou absorbovat část energie laseru nad svařovanou oblastí, a také laserový paprsek rozptýlit. Takto dochází ke snížení přiváděné hustoty energie do tavné oblasti, která může poklesnout natolik, že dojde k balling efektu, a tudíž ke zvýšení porozity. Odstranění těchto nežádoucích efektů je zajištěno prouděním inertní atmosféry ve stavební komoře [23].

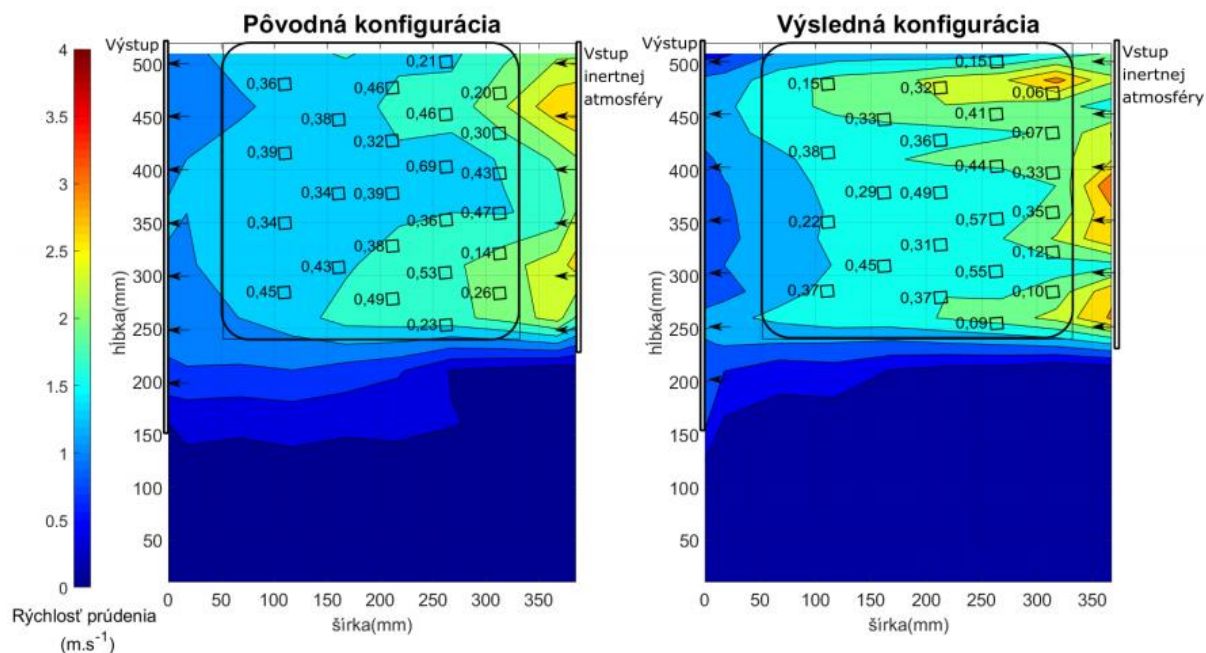
Ladewig ve své studii potvrzuje vliv proudění inertní atmosféry na pórovitost a doporučuje proudění optimalizovat. To lze zajistit několika způsoby. Proudění inertní atmosféry by mělo být homogenní na celé stavební ploše, a to nejen v ve směru proudění ale také v rychlosti proudění. Samotná rychlost proudění by měla být co nejvyšší, ale je potřeba dbát, aby příliš vysoká rychlost neunášela nanesenou vrstvu kovového prášku [23].

Těchto poznatků využil Somora a ve své práci navrhl úpravu tiskárny SLM 280HL. Úpravy lze vidět na Obr. 2-8. Upravené díly jsou zvýrazněny. Atmosféra proudí ve směru rudé šipky. O homogenní proudění se stará distributor. Pro zamezení rotace atmosféry a také kvůli proudění atmosféry okolo laserového zdroje byl navržen deflektor a přidáno odsávání navíc v horní části komory. Navíc byla připojena výkonnější pumpa zajišťující cirkulaci atmosféry. Její zatížení na 30 % odpovídá zatížení původní pumpy na 95 %. Při výkonu nové pumpy na 40 % dochází k zvýšení rychlosti proudění atmosféry v komoře o 44 %, přičemž stále nedochází k poškození nanesené vrstvy prášku [24].



Obr. 2-8 Upravená stavební komora tiskárny SLM 280^{HL} [24]

Díky těmto úpravám opravdu došlo k homogenizaci proudění a porozita se snížila průměrně o 0,08 % (přičemž jak v konfiguraci před úpravami, tak po nich nepřesahovala 0,5 %). K snížení porozity ovšem nedošlo rovnoměrně po celé ploše. K výraznému snížení porozity došlo u vzorků poblíž distributoru. V centrální části stavěcí plochy byla porozita nižší o 0,12 % a v krajních oblastech o 0,15 %. Tyto výsledky jsou zdůvodňovány tak, že vlivem homogenizace proudění atmosféry došlo ke změně rychlosti atmosféry převážně v krajních oblastech a vliv distributoru je nejvýznamnější právě v jeho blízkosti. Rozložení vzorků a rychlosti proudění atmosféry lze pozorovat na Obr. 2-9 [24].



Obr. 2-9 Vliv rychlosti proudění atmosféry a pozice na porozitu [24]

2.5 Hustota a pórovitost výtisku

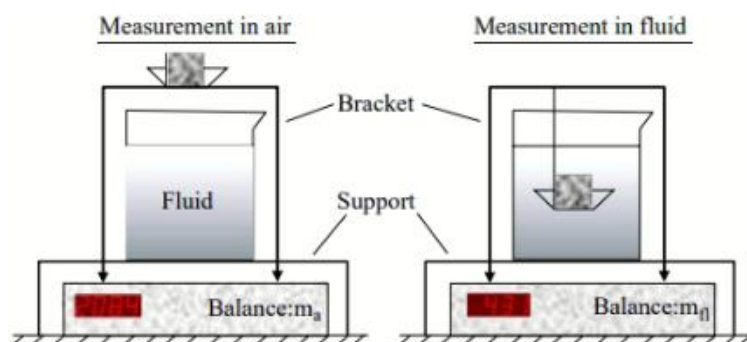
Procesní parametry, a tudíž i hustota přiváděné energie zásadně ovlivňují hustotu výsledného dílu jakož i jeho mechanické vlastnosti. Pokud je do tzv. melt poolu, což je roztavená oblast kovového prášku, přivedeno málo energie nemusí se roztavit všechny kovové částice, což má za následek zhoršení mechanických vlastností [15]. Při tisku na součást nepůsobí žádný významný vnější tlak, jako třeba na odlévané součásti vlivem gravitace taveniny v nálitku. Během tuhnutí mohou v melt poolu uvíznout plyny. Navíc při tuhnutí dochází ke smršťování. Toto vše může mít za následek tvorbu pórů ve výtisku. Při nedokonalém spojení jednotlivých vrstev nebo jednotlivých návarových stop mohou vznikat trhliny, které také mohou ovlivnit hustotu a mechanické vlastnosti výtisku [22].

Při nízkých hustotách výtisku může dojít ke spojování pórů ve větší, což se výrazně projeví na mechanických vlastnostech. Póry se chovají jako koncentrátoři napětí a v jejich ostrých hranách může dojít ke vzniku únavové trhliny [22].

Kurth dokázal snížit pórovitost tak, že už jednou roztavenou vrstvu opět přetavil (re-melting). Z pórovitosti 0,77 % se dokázal pomocí znovu roztavení re-meltingu dostat až na hodnotu 0,036 %. Navíc došlo ke zjemnění zrn. To vše ale za cenu prodloužení výrobní doby [25].

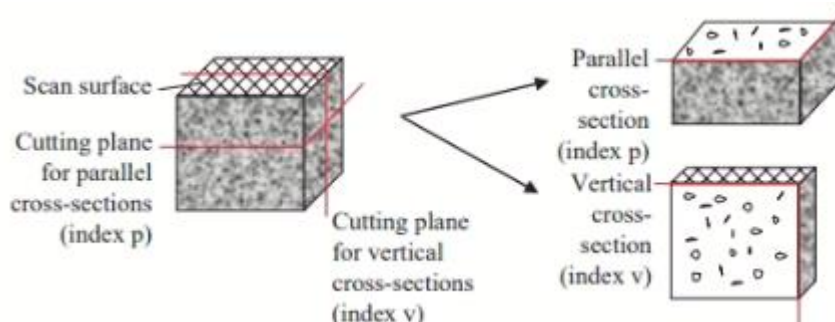
2.5.1 Měření hustoty materiálu

Existuje několik způsobů, jak měřit hustotu součásti. Jednou z těchto metod je Archimédova metoda. Jak je zobrazeno na Obr. 2-10 daná součást se zváží přesnou váhou (přesnost na mg) na vzduchu a v kapalině, pro kterou známe hustotu. Jestliže známe objem dílu, tak ze zvážené hmotnosti lze dopočítat hustotu materiálu. Je nutné zavést korekci, která zahrnuje vztlakové síly způsobené vzduchem uzavřeným v pórech. Pokud ze součásti po ponoření do kapaliny unikají vzduchové bubliny, je třeba na její povrch nanést lak o známé hustotě. Přidanou hmotnost laku je třeba vzít v potaz při výpočtu. Výsledek je tím přesnější, čím větší je rozdíl hustoty měřeného dílu a kapaliny. Tato metoda není vhodná pro výtisky s nízkou pórovitostí. Nedosahuje totiž dostatečné přesnosti [26].



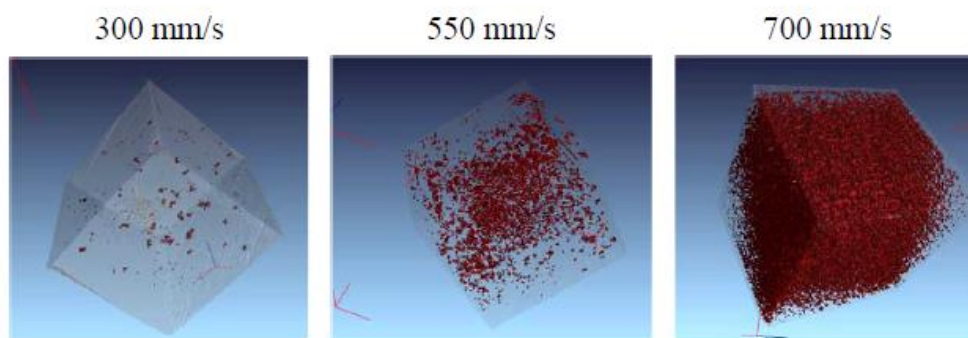
Obr. 2-10 Schéma měření hustoty pomocí Archimédovi metody [26]

Další možností je mikroskopicky prozkoumat vnitřní plochy dvou kolmých řezů výtisku, jak je zobrazeno na Obr. 2-11. Plochy je třeba před měřením vyleštit kvůli zvýraznění vad. Takový povrch je vyfotografován a následně softwarově vyhodnocen. Póry mají totiž jiný kontrast než vyleštěný povrch. Problémem této metody je možné neodhalení náhodných bublin či vměstků a také to, že metoda je destruktivní. Jelikož výtisky běžně mají vysokou drsnost povrchu, dalším problémem může být určení pórovitosti na hranicích výtisku, proto se tato oblast nevyhodnocuje. Metodu lze zpřesnit vyhodnocením více řezů [26].



Obr. 2-11 Schéma měření hustoty pomocí metody mikroskopického zkoumání [26]

Poslední metodou je stanovení hustoty pomocí rentgenového záření. Na snímcích lze odlišit místa vyplněná plynem od kovu viz Obr. 2-12. Výsledky skenování jsou poté softwarově vyhodnoceny. Problémem této metody je dlouhá doba nutná k vyhodnocení a nutnost kalibračního vzorku pro daný materiál. Výsledkem je znalost komplexní struktury výtisku a umístění pórů [26].

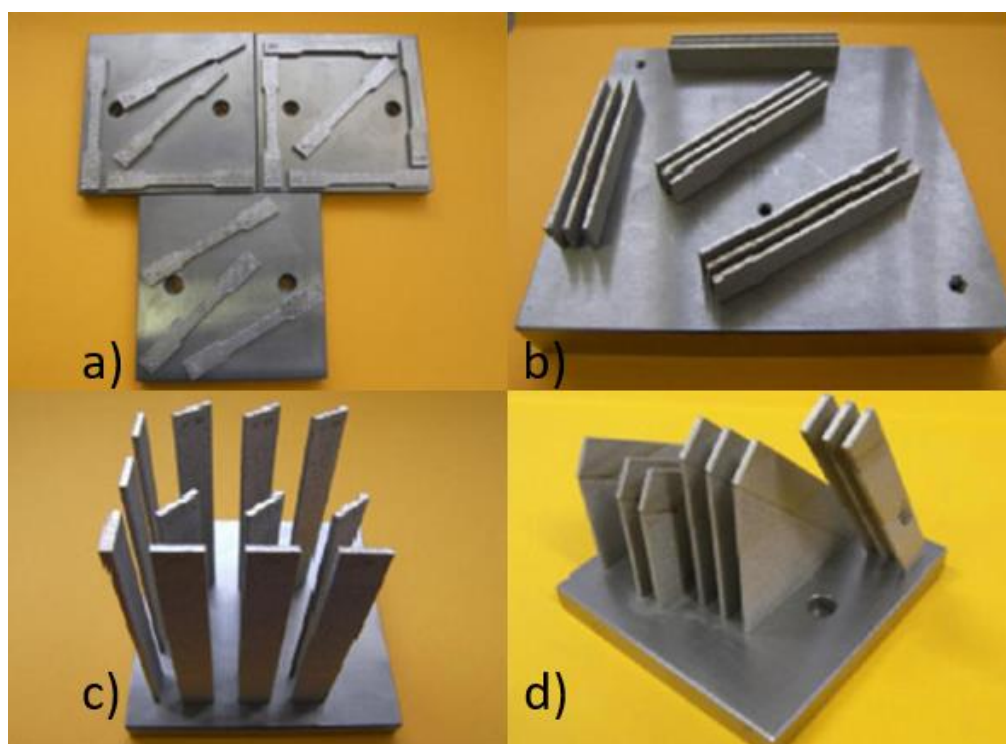


Obr. 2-12 Ukázka výtisků vyhodnocených pomocí rentgenového záření za různých rychlostí tisku [26]

2.6 Mechanické vlastnosti tištěných dílů v závislosti na procesních parametrech

Obecně je možné říci, že mechanické vlastnosti vytištěných součástí jsou lepší než vlastnosti konvenčně vyrobených součástí. Především mez kluzu, která se zvyšuje i dvojnásobě a blíží se mezi pevnosti. Lze dosáhnout poměru mezi mezí pevnosti a mezí kluzu 0,9. Přičemž u konvenčně vyráběných součástí se poměr pohybuje okolo 0,4. Bohužel nárůst meze kluzu je často spojený se snížením tažnosti z 45 % místy až na 25 %. Výsledné mechanické vlastnosti tištěných dílů mimo pórovitost ovlivňuje i orientace stavby [27]. Nerezová ocel 316 a její různé verze jsou častěji předmětem vědeckých studií než ocel 304. Vzhledem k jejich podobnosti, lze předpokládat i podobné chování, a proto jsou některé jevy vysvětleny na oceli 316.

Mezi jednotlivými dráhami laseru se obvykle nachází více defektů než mezi jednotlivými vrstvami. To je způsobeno tím, že laser je koncentrován a často dochází k průvaru více vrstvami, zatímco mezi jednotlivými dráhami záleží na vzdálenosti drah laseru a celá plocha nemusí být roztavena přímo laserem, ale jen díky šíření tepla. Výše popsané vede k významné anizotropii [28].



Obr. 2-13 Znázornění různých orientací dílu při tisku a) rovina X-Y b) přechod z roviny Z-X do Z-Y c) rovina Z d) se změnou úhlu k rovině Z [27]

Proto záleží na směru tisku součástí. Na Obr. 2-13 jsou znázorněny různé orientace tisku součástí při tisku. Tolosa zkoumal tento jev pro nerezovou oceli 316L (která je podobná oceli 304), u které bylo dosaženo pórovitosti vyšší než 99,9 %. Tisk probíhal laserem o výkonu 200 W s výškou vrstvy 50 μm přičemž rychlost stavby byla $50 \text{ cm}^3\text{h}^{-1}$. Ve studii byly v každém směru vytisknuty vzorky navíc ještě s různým natočením (zpravidla $30^\circ, 45^\circ$ a rovnoběžné s osami). Použity byly 3 vzorky pro každý směr stavby a natočení vzorku. Jelikož jsou výsledky pro různá natočení se stejným směrem tisku velmi homogenní, lze usoudit, že natočení v dané rovině má na mechanické vlastnosti minimální vliv [27]. V tab. 2-1 jsou uvedeny průměrné hodnoty pro každý směr. Směry v tab. 2-1 odpovídají směrům z Obr. 2-13. Můžeme vidět, že odchylka je malá.

tab. 2-1 Porovnání meze pevnosti R_m , meze kluzu R_e a tažnosti A tisknutých součástí a konvenčně vyrobených součástí z oceli 316L. Roviny tisku viz. Obr. 2-13 [27]

Roviny Tisku	R_m Mpa	R_e Mpa	A %
X-Y	$687 \pm 2,1$	$669 \pm 6,5$	$30 \pm 2,5$
Z-X a Z-Y	$668 \pm 3,8$	$628 \pm 13,1$	$31 \pm 1,3$
Z	$582 \pm 8,3$	$540 \pm 11,3$	$43 \pm 0,8$
Úhel k Z	$662 \pm 8,0$	$638 \pm 7,6$	$36 \pm 0,7$
Konvenční	520-680	220-270	40-45

V tab. 2-1 lze vidět, že tisknuté díly dosahují horní hranice meze pevnosti běžně vyrobených součástí. Mez kluzu je u tisknutých dílů více než dvojnásobná, ovšem došlo ke snížení tažnosti, a to až o 15 %. Tisk v rovinách X-Y, Z-X a Z-Y a pod úhlem k rovině Z mají vysokou mez kluzu i pevnosti, ale nižší tažnost, která je pod hranicí pro běžně vyrobené součásti. Tisk v rovině Z má nejnižší mez pevnosti i kluzu, ale nejvyšší tažnost, která je srovnatelná s běžnou součástí, přičemž mez pevnosti neklesá pod hodnoty typické pro běžnou součást. Kompromisem se jeví tisknout pod úhlem vzhledem k rovině Z, kdy meze pevnosti a kluzu jsou pořád srovnatelné se nejvyššími hodnotami, přičemž hodnota tažnosti je podstatně vyšší.

K podobným výsledkům dospěl i Guan, který testoval ocel 304. Procesní parametry byly: výkon laseru 200 W, skenovací rychlost 1500 mm/s, výška vrstvy 20 μm a překrytí drah laseru bylo 40 %. Tisk probíhal v rovinách X-Y, Z a pod úhlem 45° vzhledem k Z viz. Obr. 2-13. Výsledky lze vidět v tab. 2-2, přičemž standard značí běžně vyrobený díl [19].

tab. 2-2 Mechanické vlastnosti oceli 304 v závislosti na směru tisku [19]

Směr	Mez kluzu MPa	Mez pevnosti MPa	Tažnost %
X-Y	525	650	38
Z	380	550	25
45° k Z	450	600	58
Standard	>205	>520	>40

Ještě lepších výsledků dosáhl Hou. Pro ocel 304L dosáhl hustoty 99,9 % a to za výkonu laseru 200 W, skenovací rychlosti 1100 mm/s, výšky vrstvy 40 μm a vzdálenosti drah 80 μm . Při stavbě tahových těles horizontálně (rovina Z) dosáhl meze pevnosti 610 MPa, meze kluzu 408 MPa a tažnosti 72 %. Pro vertikální stavbu dosahovala mez pevnosti až 655 MPa, mez kluzu 455 MPa a tažnost se snížila na 68 % [29].

Abd-Elghany zkoumal podobné vlastnosti u austenitické nerezové oceli 304L za různých rychlostí laseru a výšek vrstev. Bohužel dosahoval nízkých hustot součástí a to od 85 % do 93 %, což se projevilo na výsledných vlastnostech. Při výkonu laseru 95 W, průměru zaostření laseru 0,2 mm a vzdálenosti laserových drah 0,12 mm bylo dosaženo nejlepších vlastností a nejvyšší hustoty při výšce vrstvy 30 μm a rychlosti laseru 70 mm/s viz. tab. 2-3. Ocel 304L vyrobená konvenčním způsobem dosahuje hodnot meze kluzu 170 MPa, meze pevnosti 480 MPa a tažnosti 40 % [30].

tab. 2-3 Mechanické vlastnosti oceli 304L vytisknuté za různých rychlostech laseru a výšky vrstvy [30]

Výška vrstvy Rychlost laseru	μm mm/s	30		50		70	
Mez pevnosti	MPa	70	90	70	90	70	90
Mez kluzu	MPa	393	389	383	377	334	316
Tažnost	%	182	156	146	142	139	132
Hustota	%	25,9	22,1	10,9	11,2	8,6	4,2
		93	91	90	87	89	85

Guan použil ocelový prášek z oceli 304, s průměrnou velikostí částice 20 μm . Po tisk zvolil výkon laseru 200 W a rychlost laseru 1500 mm/min. Vytiskované díly byly před tahovou zkouškou obráběny. Jako první zkoumal vliv výšky vrstvy. Zvoleny byly výšky 20, 30 a 40 μm , zatímco míra překrytí drah laseru byla zvolena 40 %. Byla použita paralelní skenovací strategie, po každém dokončení vrstvy se směr otočil o 90° viz. kapitola 2.4.1. Výsledky lze vidět v tab. 2-4. Standard značí vzorky vyrobeny běžným způsobem. Zvolené výšky vrstev mají na mechanické vlastnosti minimální vliv, stejně tak mikrostruktura byla bez znatelných rozdílů. Zkoušena byla i výška vrstvy 50 μm , ale tehdy nastával balling efekt a docházelo k nedokonalým spojům vrstev v takové míře, že výsledný výtisk byl nepoužitelný. Nedocházelo totiž ke kompletnímu roztavení vrstvy [19].

tab. 2-4 Mechanické vlastnosti oceli 304 v závislosti na výšce vrstvy [19]

Výška vrstvy μm	Mez kluzu MPa	Mez pevnosti MPa	Tažnost %
20	530-551	696-713	32,4-33,6
30	519-533	666-687	40,8-41,8
40	541-545	694-703	39,0-42,3
Standard	>205	>520	>40

Za stejných parametrů jako výše a výšce vrstvy 20 μm byla měněna míra překrytí drah laseru. A to na hodnoty 0 %, 10 %, 20 %, 30 %, 40 % a 50 %. Nebyla zjištěna výrazná změna mechanických vlastností. Tudíž lze předpokládat, že docházelo ke kompletnímu roztavení prášku a přiváděná energie byla dostatečná i bez překrytí drah [19].

V tab. 2-5 je vyhotoven přehled prací zabývajících se ocelmi 304, 316 a jejich variantami. Proškrtnutá pole představují neznámé informace. Energetická hustota je vypočtena z uvedených procesních parametrů.

tab. 2-5 Přehled procesních parametrů prací zabývajících se tiskem austenitických nerezových ocelí

Autor	Ocel	Výkon laseru [W]	Rychlost laseru [mm/s]	Vzdálenost drah [mm]	Tloušťka vrstvy [mm]	Energetická hustota [J/mm ³]	Pórovitost %
Yasa [31]	316L	105	380	0,125	0,03	74	0,8
Tolosa [32]	316L	200	-	-	0,05	-	0,01
Guan [33]	304	200	1500	0,08	0,02	83	-
Abd-Elghany [34]	304L	95	70	0,12	0,03	377	-
Hanzl [35]	304	300	500	-	-	-	-
Hou [29]	304L	200	1100	0,08	0,04	57	0,01
Polatidis [36]	304L	175	1200	-	-	-	2
Yu [37]	304	200	800	0,1	0,02	125	0,02

2.6.1 Zbytkové napětí

Při tisku součásti v ní vzniká zbytkové napětí způsobené tepelným namáháním, a to především kvůli rychlému zahřátí a následnému ochlazení během tisku. Toto zbytkové napětí způsobuje deformace tělesa, a navíc snižuje únavové vlastnosti součásti. Zbytkové napětí lze zredukovat několika způsoby. První možností je předehřát základní desku, na kterou se nanáší první vrstva. Při zahřátí na 160 °C došlo ke snížení vnitřního napětí o 40 % oproti nepředehřáté desce. Další možností je součást znovu roztavit laserem v průběhu tisku v každé vrstvě (tzv. re-melting). Platí, že s narůstající energetickou hustotou se zbytkové napětí snižuje více. Tímto způsobem lze vnitřní napětí zredukovat až o 55 %, ale za cenu prodloužení doby tisku. Další možností je tepelné zpracování výtisku. Při ohřevu na teplotu 600 °C i 700 °C po dobu 1 h došlo ke snížení zbytkového napětí o 70 % v obou případech [38]. Snížit zbytkové napětí lze i volbou vhodné skenovací strategie, jak bylo zmíněno v kapitole 2.4.1.

2.6.2 Únavové vlastnosti

Vzhledem k výskytu pórů v součásti a velké drsnosti povrchu je součást náchylná k brzké inicializaci únavového lomu a k jeho rychlému šíření. Jak lze vidět v tab. 2-6 neupravená součást vytisknutá z oceli 316L má mez únavy pouhých 108 MPa. Mez únavy lze vylepšit opracováním povrchu součásti. Tím vylepšíme drsnost a odstraníme některé koncentrátoři napětí. Takto lze dosáhnout na meze únavy až 267 MPa, což je výrazné zlepšení. Mez únavy lze ještě více vylepšit tepelným zpracováním součásti. Pokud součást zahřejeme na 650 °C po dobu 2 h lze se dostat průměrně až na 294 MPa. Při tepelném zpracování HIP (1150 °C po dobu 4 h a pod tlakem 1000 bar) dosahuje součást nejvyšší meze únavy a to 317 MPa. Konvenčně vyráběná ocel dosahuje hodnot meze únavy 240 – 380 MPa [39].

tab. 2-6 Únavové vlastnosti oceli 316L [39]

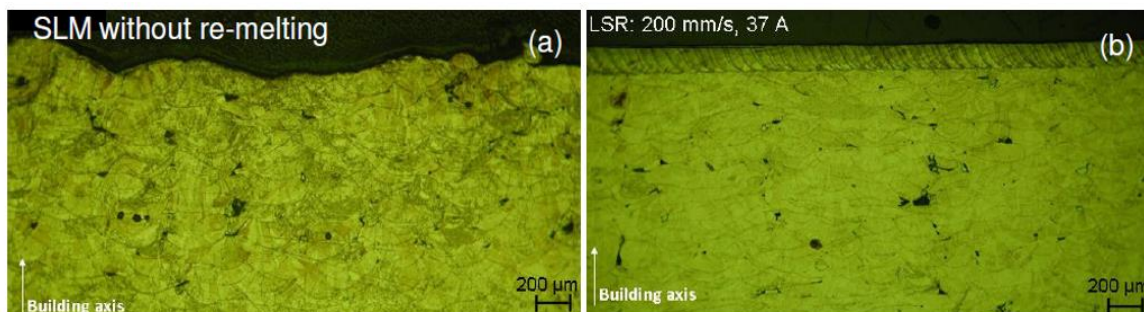
Podmínka	Mez únavy MPa	Interval s 95% jistotou MPa
vytisknuto / neobrobena	108	98-118
vytisknuto / obrobena	267	235-299
650 °C / obrobena	294	234-354
HIP / obrobena	317	310-324
Konvenční	240-380	-

Velký vliv na šíření únavové trhliny má i směr šíření vzhledem ke směru tvorby součásti. Šíření trhliny je snazší, pokud k němu dochází vodorovně ke směru tvorby dílu. Pokud se trhlina šíří kolmo na směr stavby, tak se šíření zpomalí o cca 40 %, což lze vysvětlit na makroskopické úrovni viz. kapitola 2.6.4 [39].

Dále byl zkoumán vliv vnitřního pnutí na únavové vlastnosti. Největší vnitřní pnutí bylo zjištěno ve směru stavby součásti. Pro snížení vnitřního pnutí byla součást podrobena tepelnému zpracování, a to zahřátí na teplotu 650 °C po dobu 2 h. Což vedlo ke snížení vnitřního pnutí přibližně o polovinu. Na takto upravených dílech byly provedeny únavové zkoušky, ale výsledky se oproti tepelně nezpracovanému dílu prakticky nelišily. Z toho lze usoudit, že vnitřní pnutí nemá na únavové zkoušky vliv. Toto zjištění neplatí obecně a u jiných materiálů vliv mít může. Tepelné zpracování metodou HIP už vliv mělo a vedlo ke změně chování součásti [39]. Tuto problematiku je třeba vysvětlit až vzhledem ke změně mikrostruktury a bude popsána v kapitole 2.6.4.

2.6.3 Drsnost povrchu a re-melting

Jelikož kvůli vysoké drsnosti povrchu může docházet k dřívější inicializaci únavových trhlin a také by mohli působit jako koncentrátoři napětí, je potřeba povrch součásti vyrovnat. Toho je možné dosáhnout obráběním ale také je toho možné docílit už při tisku. A to pomocí re-meltingu. Tím se sice prodlužuje doba tisku součásti, ale pro zlepšení povrchu stačí opětovně roztavit jen oblasti vnějšího povrchu. Navíc odpadá nutnost součást opětovně upínat, čímž může dojít k nepřesnostem, a také k časové proluce. Průměrná drsnost povrchu vytisknuté součásti bez další úpravy R_a je 12 μm . Po opětovném roztavení může drsnost klesnout až na 1,5 μm . Na Obr. 2-14 jsou oba povrchy zobrazeny pro porovnání. Pro opětovné přetavení je výhodné využít vyšší energetické hustoty laseru [22].



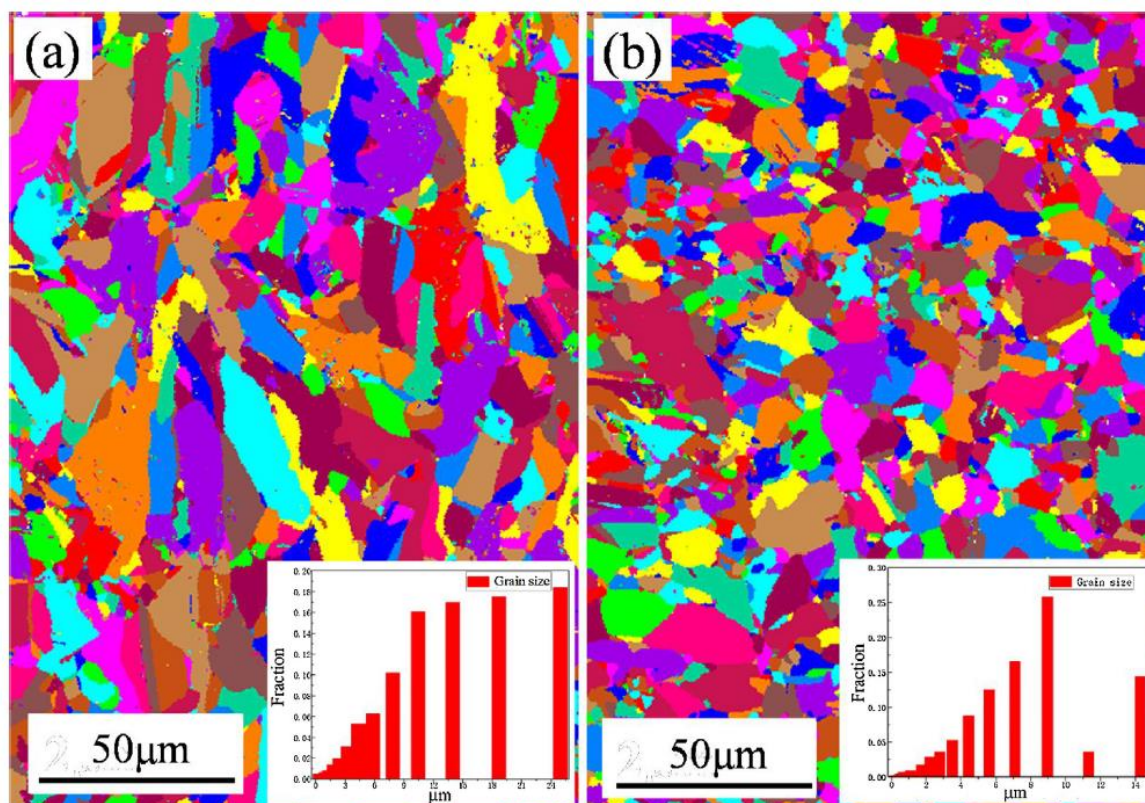
Obr. 2-14 Porovnání a) povrchu neobrobeného b) povrchu opětovně roztaveného [22]

Díky re-meltingu lze také dosáhnout nižší porozity vzorků. Kruth u nere-meltovaných vzorků dosahoval porozity 0,77 %. Poté co pro každou vrstvu použil re-melting se porozita snížila až na 0,036 %. Po aplikaci 3 re-meltingů dosáhl porozity 0,032 % [40].

2.6.4 Mikrostruktura

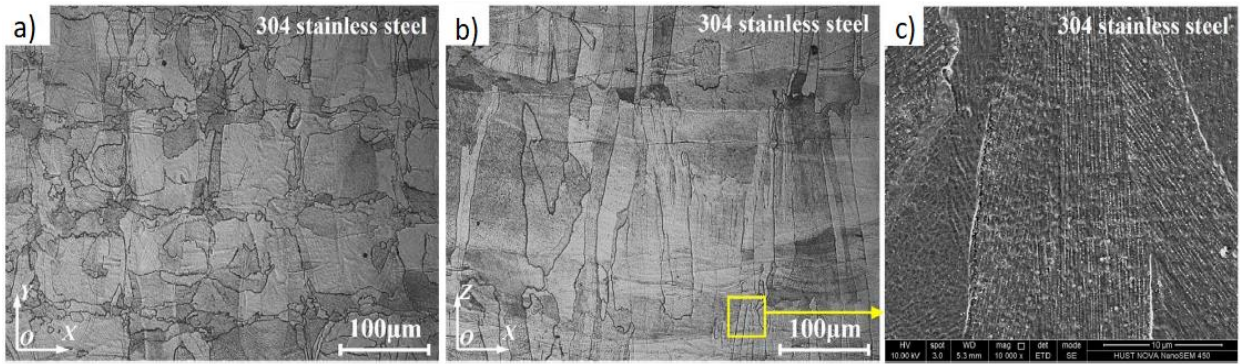
Jelikož nerezové oceli obvykle obsahují velké množství přísadových prvků, hrozí vznik karbidů při tavení. Karbidy se u nerezových ocelí většinou tvoří v rozmezí teplot 550 °C až 800 °C. V případě tisku metodou SLM po roztavení dochází k rychlému ochlazení a k tvorbě karbidů nestačí dojít. V běžné austenitické nerezové oceli se vyskytuje převážně austenitická fáze, stejně tak je tomu u vytisknuté součásti [30].

Jak už bylo v přechozích kapitolách uvedeno, součásti tisknuté technologií SLM trpí na anizotropní vlastnosti. To je dáno mikrostrukturou. Hou zkoumal ocel 304L. Pomocí EBSD zjistil, že při tisku dochází k prodloužení zrn ve směru tisku, jak je zobrazeno na Obr. 2-15 (a). V tomto směru mají zrna sloupcovitý charakter a mírně se svažují do středu melt-poolu. Zatímco zrna v horizontálním řezu mají jemnozrnnou homogenní strukturu. V horizontálním směru je průměrná velikost zrn 13,6 μm a v vertikálním 7,6 μm [29].



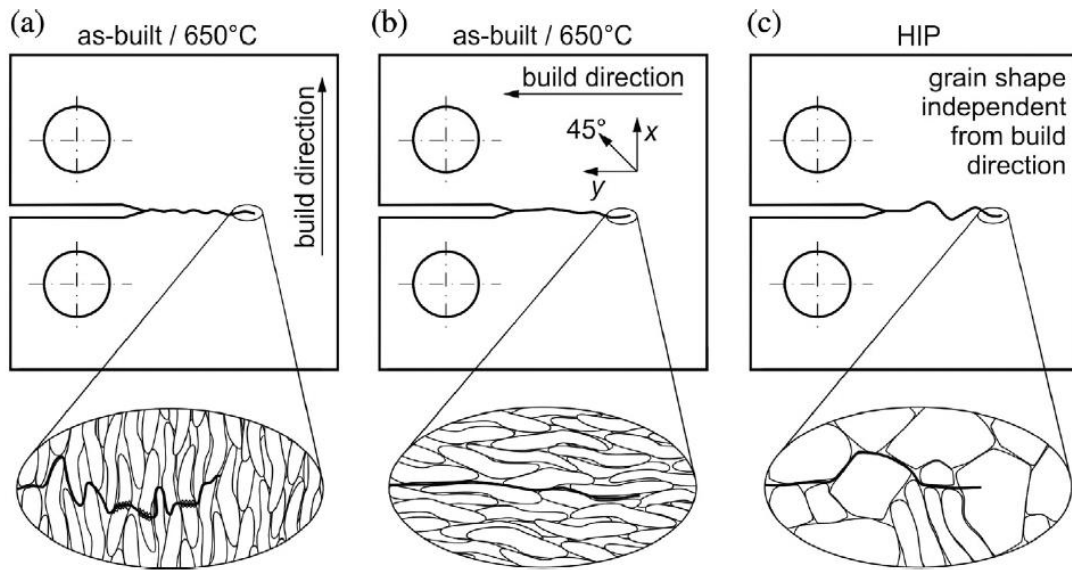
Obr. 2-15 Mikrostruktura oceli 304L tisknuté technologií SLM a) ve vertikálním směru b) v horizontálním směru [29].

Podobné chování zjistil i Yu pro ocel 304 [41]. Jak lze vidět na Obr. 2-16 a) v rovině YX jsou zrna víceméně homogenní, ale na Obr. 2-16 b) je vidět řez v rovině ZX, přičemž Z je směr stavby součásti. Zde je již patrné prodloužení ve směru Z. V průměru jsou zrna ve směru Z 4x delší než ve směru X. Na Obr. 2-16 c) je vidět detail označené oblasti z Obr. 2-16 b).



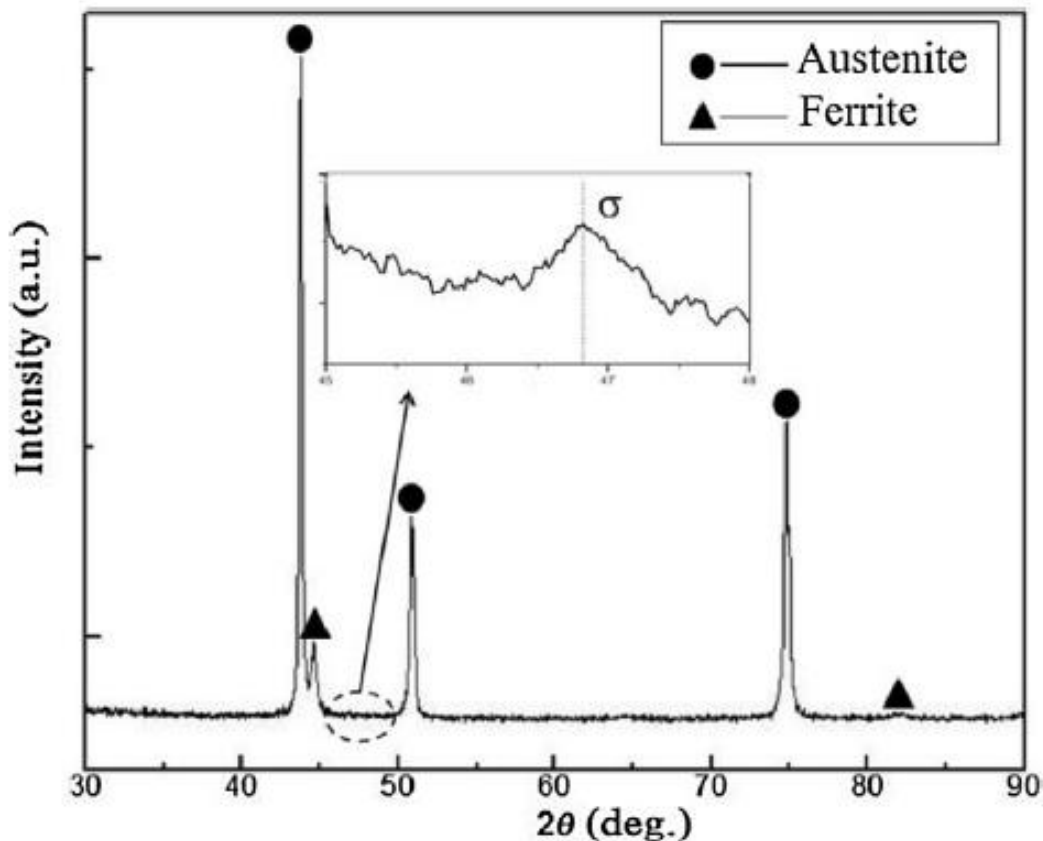
Obr. 2-16 Mikrostruktura oceli 304 a) v rovině XY b) v rovině ZX c) v detailu z případu b) [41]

Na úrovni mikrostruktury lze vysvětlit i rozdílnou rychlost šíření únavových trhlin vzhledem ke směru výroby součásti [39]. Jak lze vidět na Obr. 2-17 (a) pokud se únavová trhlina šíří kolmo ke směru výroby dílu narazí na prodloužená zrna, která v šíření trhliny brání. Pro ocel 316L není rozdíl, jestli byla součást zahřata na 650 °C po dobu 2 h nebo nebyla tepelně zpracována. Pokud je prodloužení zrn rovnoběžné se směrem tvorby součásti, jak můžeme vidět na Obr. 2-17 (b), tak dochází ke snadnému šíření trhliny, protože v cestě nemá žádné výrazné překážky. Pokud došlo k rekrystalizaci součásti a tím i k její homogenizaci (například tepelným zpracováním metodu HIP), tak se trhlina šíří do všech směrů stejně snadno viz. Obr. 2-17 (c).



Obr. 2-17 Šíření únavové trhliny vzhledem ke směru tvorby součásti [39]

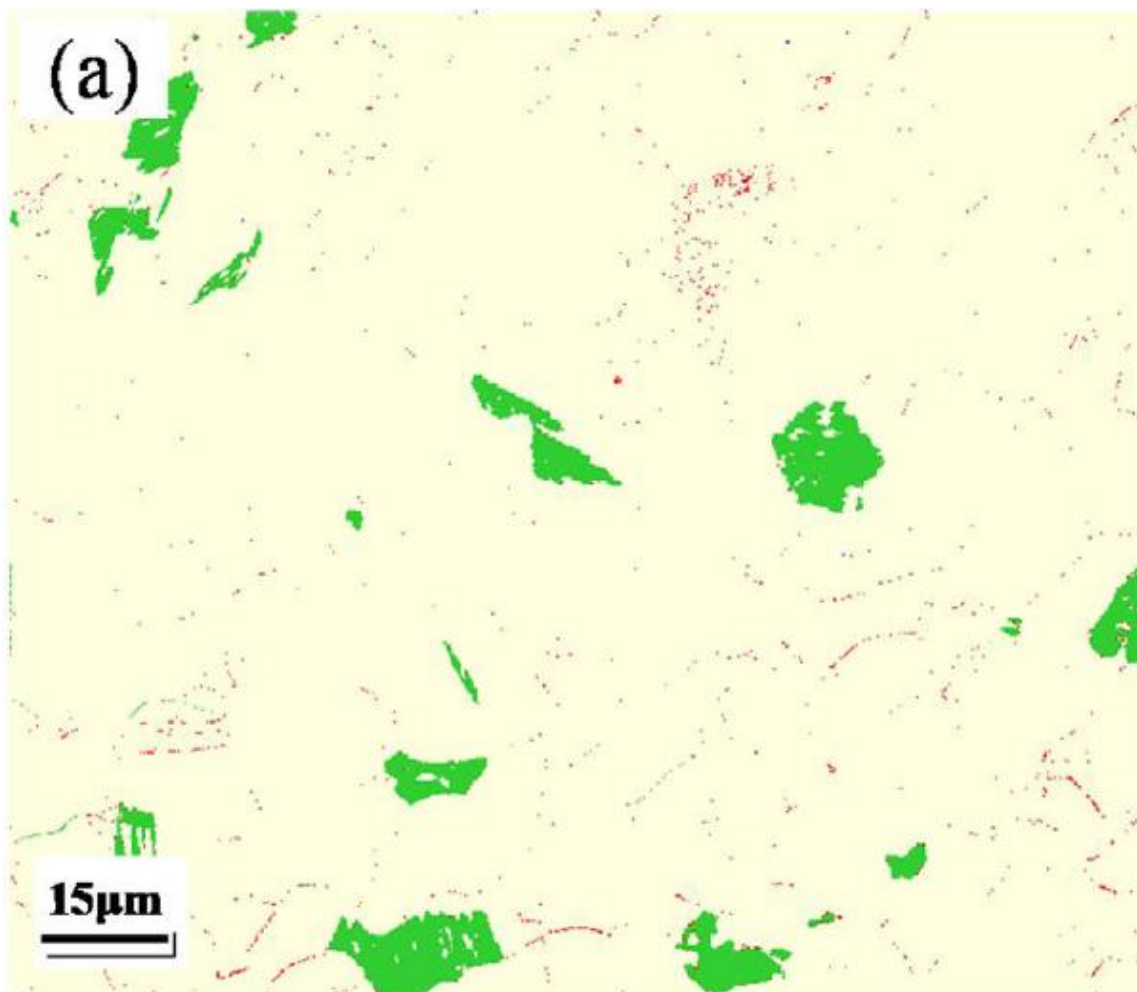
Mimo austenitu se v oceli 304L může vyskytovat i delta ferrit a sigma fáze. Sigma fáze je složená převážně ze železa a chromu, tudíž je velmi pevná, ale také křehká. Proto už i její malé množství může způsobit značné snížení houževnatosti a zapříčinit křehký lom [42]. Jak sigma fáze, tak delta ferrit byly pozorovány i u dílů vyrobených technologií SLM. Hou potvrdil, že vyšší obsah sigma fáze vede ke zvýšení pevnosti, ale ke snížení tažnosti [29].



Obr. 2-18 Identifikace přítomných fází v oceli 304L pomocí XRD [29]

Hou dokázal vytisknout díly s hustotou vyšší než 99,9 % (procesní parametry jsou v tab. 2-5), přičemž austenit byla dominantní fáze, jak je vidět na Obr. 2-18. Mimo austenit naměřil i 4 % delta ferritu a 0,4 % sigma fáze. Rozložení fází je možno vidět na Obr. 2-19. Zatímco ferrit je shlukuje, tak sigma fáze je rozložená v celém vzorku a nachází se na hranicích zrn [29].

Oproti běžně vyráběným dílům tedy ocel vyrobená pomocí technologie SLM obsahuje navíc delta ferrit a sigma fázi. Hou tvorbu ferritu přičítá velmi rychlému chladnutí oceli během SLM procesu. Austenit se totiž vytvořen z ferritu a ne přímo z taveniny. Při rychlém chladnutí oceli tudíž není dostatek času na přeměnu ferritu na austenit a v oceli tedy zůstává zbytkový ferrit. Přítomnost ferritu také způsobuje vznik sigma fáze. Ta se totiž snadněji vylučuje z ferritu než z austenitu [29].



Obr. 2-19 Rozložení fází kdy zeleně je vyznačen ferrit a červeně sigma fáze [29]

Jak již bylo řečeno v kapitole 2.6 vzorky tištěné ve směru stavby (vertikálně) dosahují nižší meze kluzu a pevnosti ale vyšší houževnatosti než horizontální vzorky. Tento jev byl vysvětlován na anizotropii zrn. Hou přidal další pohled. Podle něj má na tento jev vliv právě i sigma fáze. V horizontální rovině pozoroval více sigma fáze na hraních zrn uspořádaných kolmo ke směru zatěžování [29].

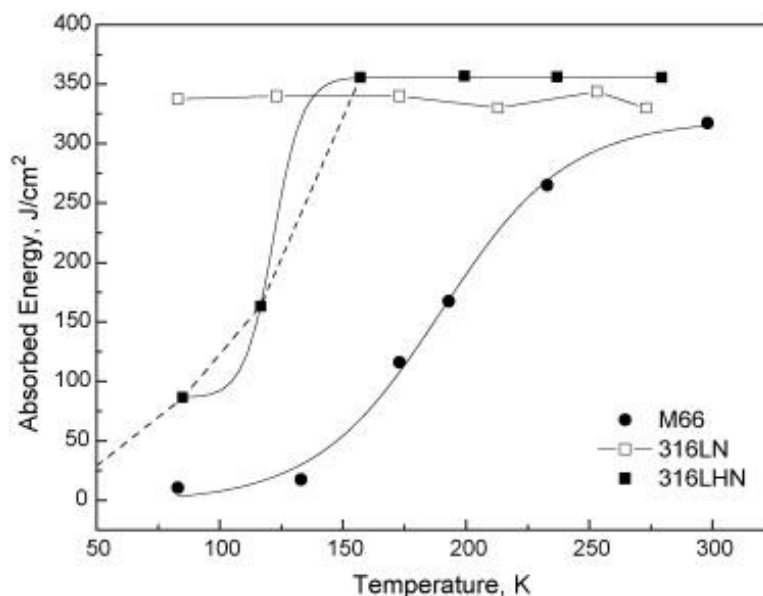
2.7 Chování austenitických nerezových ocelí za nízkých až kryogenních teplot

Jak už bylo popsáno výše, většina ocelí trpí na křehký lom při snižování teploty. To se netýká ocelí s FCC krystalovou mřížkou. Mezi takové oceli patří právě austenitické oceli, které jsou schopny udržet austenitickou fázi za pokojových teplot i nižších.

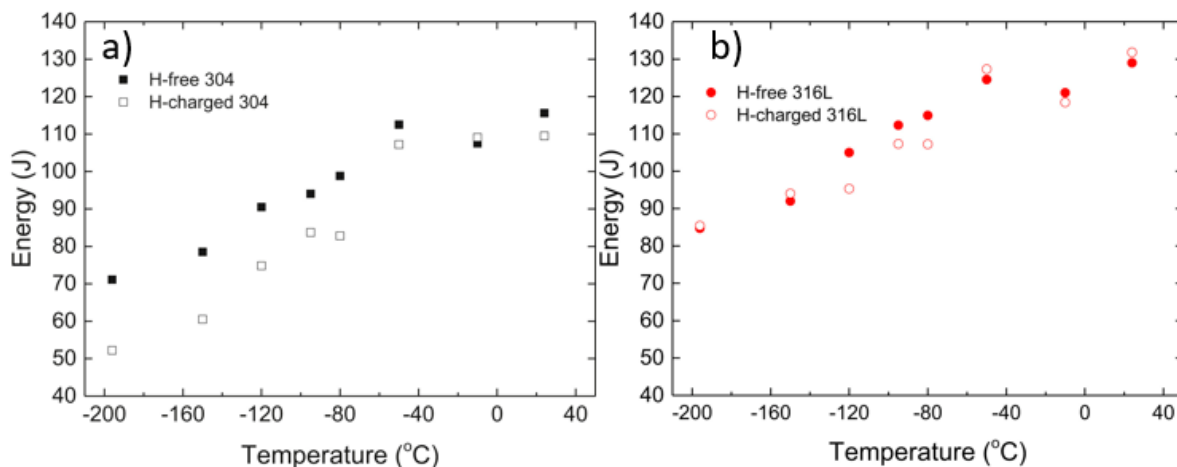
2.7.1 Houževnatost

Wand ve své studii zkoumal ocel 316LN. Ocel 316LN patří do třídy austenitických nerezových ocelí, kdy L značí nižší obsah uhlíku. To sice způsobuje zlepšení korozní odolnosti, ale zároveň snižuje pevnost. Tu lze oceli navrátit přidáním dusíku, což značí N v názvu. Dusík v oceli ale může způsobovat speciální chování a ocel výrazně zpevňuje [43].

Na Obr. 2-20 lze vidět průběh absorbované energie v závislosti na teplotě. Zkouška byla provedena podle Charpyho za použití vzorku s V vrubem pro 3 materiály. Ocel M66 je chrom manganová ocel s obsahem uhlíku 0,66 %, která podléhá křehkému lomu. Lze pozorovat pokles absorbované energie z 320 J/cm^2 za pokojové teploty na 17 J/cm^2 za teploty 77 K. Ocel 316LHN, která je podobná oceli 316LN. Rozdíl je ve vyšším množství dusíku a to konkrétně 0,5 %. 316LHN podléhá křehkému lomu, ale až za kryogenních teplot (133 K). Ocel 316LN nepodléhá křehkému lomu, tudíž absorbovaná energie zůstává okolo 340 J/cm^2 i za nízkých teplot. Podobné chování vykazuje i ocel 304 [43].

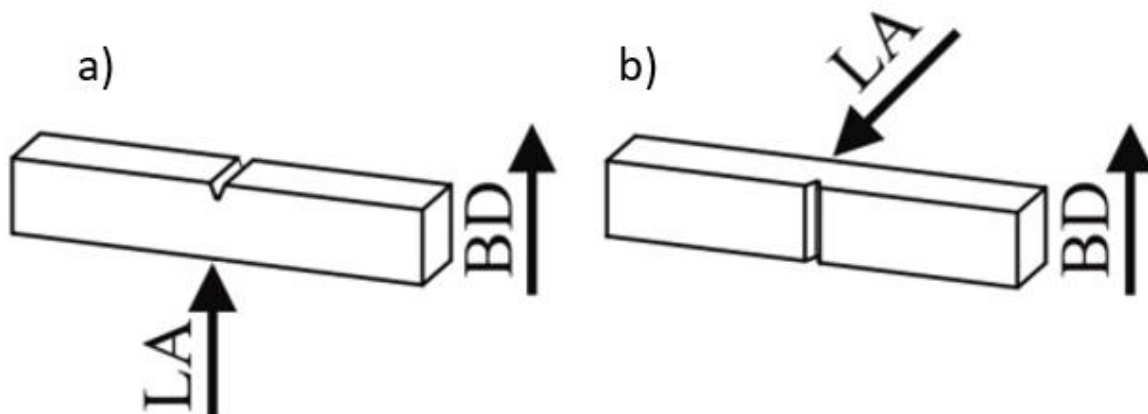


Obr. 2-20 Závislost nárazové práce na teplotě pro oceli M66, 316LN a 316 LHN měřeno Charpyho metodou [43]



Obr. 2-21 Charpyho nárazová práce pro a) ocel 304 b) ocel 316L [44]

Young-Hyun ve své práci popsal chování ocelí 304 a 316L od pokojových teplot až po teplotu $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Přitom porovnával, jaký vliv má vyšší obsah vodíku na nárazovou práci. Výsledky jsou na Obr. 2-21 a je z nich patrné, že pro ocel 316L je vliv vodíku naprosto zanedbatelný a pro ocel 304 se začíná projevovat až za nižších teplot. Dále je patrné, že nedochází k přechodu z tvárného lomu na křehký lom a houževnatost klesá jen pozvolna [44].

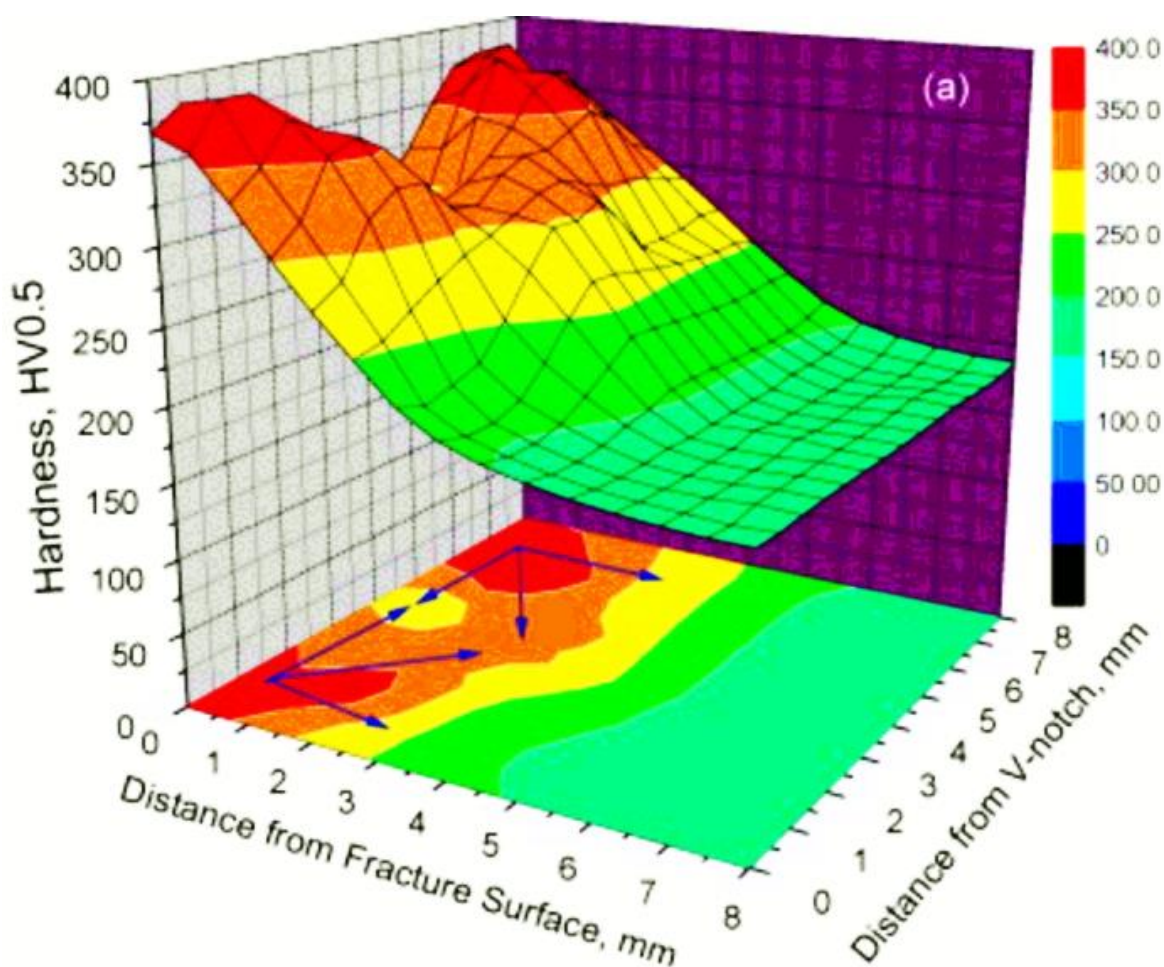


Obr. 2-22 Charpyho vzorky podle směru stavby (BD) a polohy vrubu a) vertikální b) horizontální [45]

Shahriar také testoval ocel 316L pomocí Charpyho s tím rozdílem, že vzorek byl vyroben pomocí SLM technologie. Zkoumán byl i vliv pozice vrubu na vrubovou houževnatost. BD z Obr. 2-22 znamená buld direction neboli směr stavby a osa zatěžování, neboli loading axis je značena jako LA. Ukázalo se, že směr stavby pro tyto dva případy nemá na vrubovou houževnatost vliv. Horizontální vzorek dosáhl vrubové houževnatosti 145 J a pro vertikální vzorek bylo dosaženo 150 J [45].

2.7.2 Tvrdost

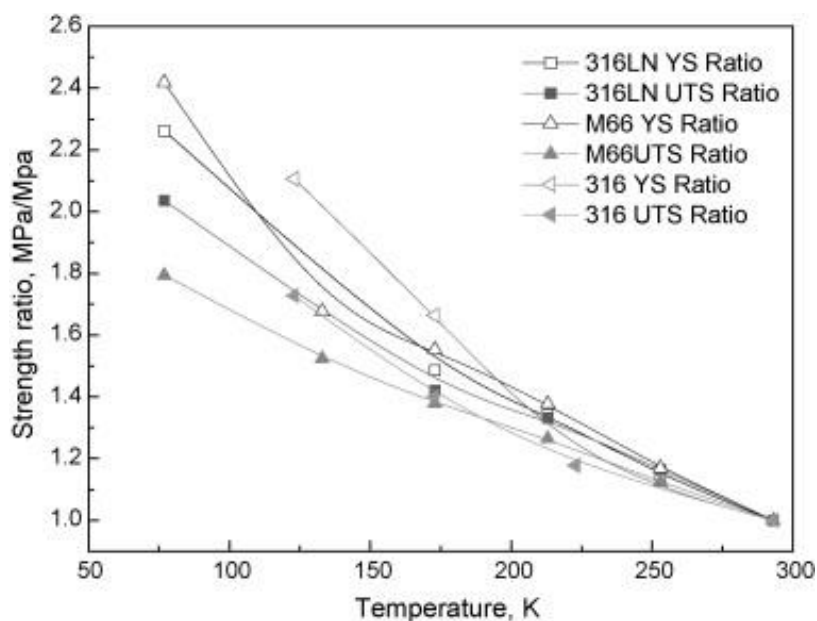
V místě lomu po Charpyho zkoušce byla měřena tvrdost pro vzorek měřený při 77 K. Aby se odhalil rozsah deformace a deformační zóna, byla změřena mikrotvrdost podle Viskerse v různých vzdálenostech od lomu. Vzdálenost mezi jednotlivými měřeními byla 500 μm . Jak lze vidět na Obr. 2-23 maximální tvrdost poblíž místa lomu je 400 HV, což je 2,2násobek oproti tvrdosti v zóně neovlivněné deformací. Tvrdost v neovlivněné zóně je přibližně 185 HV. Zóna ovlivněná deformací dosahuje do vzdálenosti až 4,5 mm. Tato změna tvrdosti je vyvolána výskytem martenzitu v deformační zóně. Jak se ukázalo, martenzitická transformace byla vyvolána napětím vzniklým při deformaci za nízké teploty. Martenzit je termodynamicky stabilnější než přesycený austenit [43]. Pro toto chování neplatí běžné modely. Chování materiálu je silně nelineární. Celá problematika zatím nebyla uspokojivě vysvětlena a je předmětem mnoha výzkumů [46].



Obr. 2-23 Mikrotvrdost v závislosti na vzdálenosti od místa lomu [43]

2.7.3 Tahová zkouška

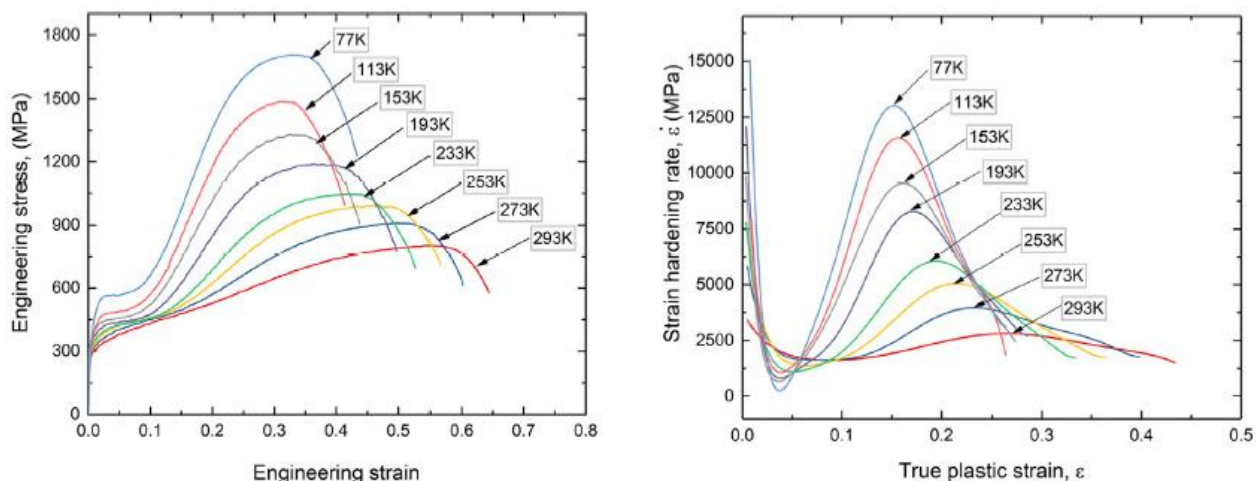
Wand zjistil, že se mez pevnosti i kluzu v závislosti na teplotě mění. Její vývoj je zobrazen na Obr. 2-24. Na ose x je vynesena teplota v Kelvinech a na ose y je vynesena poměr mezi mezí pevnosti/kluzu za pokojové teploty (293 K) a dané teploty. YS v legendě obrázku značí mez kluzu a UTS značí mez pevnosti. Jak je vidět, tak jak mez pevnosti, tak mez kluzu s klesající teplotou narůstá. U oceli 316LN je poměr meze kluzu při 293 K a 77 K 2,0 a pro mez pevnosti je ještě vyšší a to 2,3 [43].



Obr. 2-24 Závislost meze pevnosti a kluzu na teplotě pro oceli M66, 316LN a 316 [43]

S těmito výsledky se shoduje studie, kterou publikoval Crivoi. Při teplotě 293 K dosáhl meze kluzu 296 MPa a meze pevnosti 566 MPa pro ocel 316L. Zatímco při teplotě 77 K vzrostla mez kluzu na 470 MPa, což je 1,6 násobek a mez pevnosti na 1398 MPa, což je 2,5 násobek. Spolu s tím nedošlo k výraznému poklesu tažnosti [46]. Ocel 316L oproti ocelím použitých Wandem vykazuje rozdíly. To také může vysvětlit mírně odlišné výsledky. Ocel 316 oproti oceli 316L má vyšší obsah uhlíku a ocel 316LN obsahuje navíc dusík.

Jak zjistil Ding, podobné chování vykazuje i ocel 304. Na Obr. 2-25 je znázorněn průběh tahové zkoušky za různých teplot. Lze pozorovat zvýšení meze kluzu i pevnosti s klesající teplotou. Vlevo na Obr. 2-25 je znázorněna závislost smluvního napětí na deformaci a vpravo pak závislost míry zpevnění materiálu vlivem transformace austenitu na martenzitu na skutečném napětí. Celá podstata jevu bude popsána v následující kapitole 2.7.4 [47].



Obr. 2-25 Tahová zkouška oceli 304 za různých teplot (vlevo) závislost smluvního napětí na deformaci (vpravo) závislost míry zpevnění vlivem tvorby martenzitu na skutečném napětí [47]

V tab. 2-7 lze vidět vývoj meze kluzu a pevnosti na teplotě. Mez kluzu vzrostla o 156 % a mez pevnosti o 213 % [47]. Tento průběh se shoduje s výše zmíněnými studiemi pro ocel 316.

tab. 2-7 Vliv teploty na mechanické vlastnosti oceli 304 [47]

Teplota K	Mez kluzu MPa	Mez pevnosti MPa
293	298	802
273	305	908
253	314	990
233	323	1046
193	340	1196
163	370	1326
113	421	1486
73	464	1706

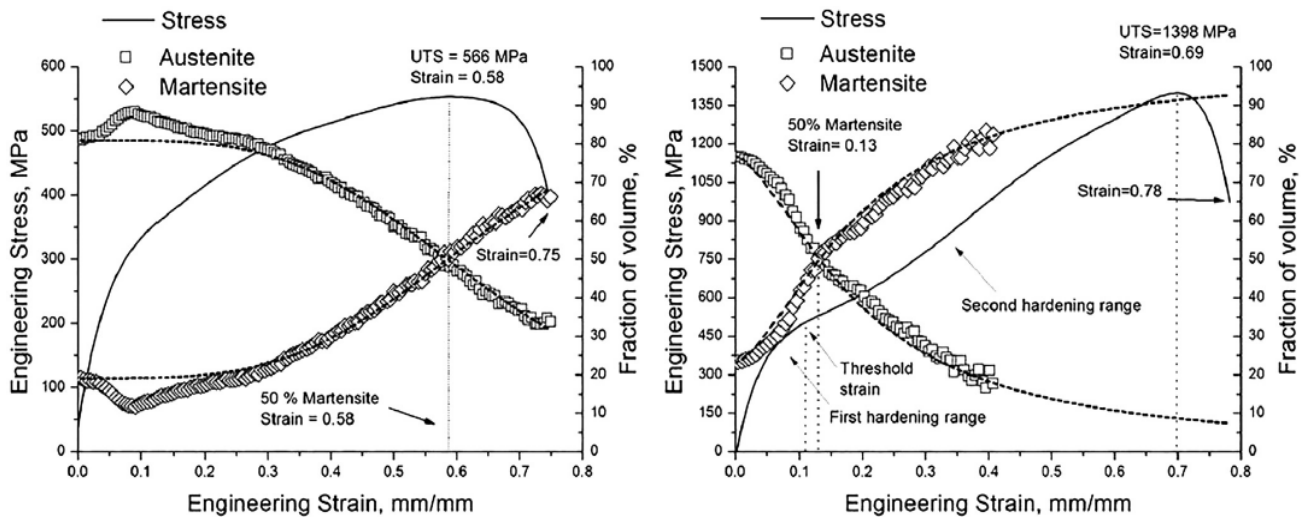
2.7.4 Tvorba Martenzitu

Crivoi zkoumal složení vzorku z oceli 316L v průběhu tahové zkoušky pomocí rentgenové difrakce. Polotovár byl nejdříve válcován za studena a poté byl popuštěn na 1100 °C po dobu 30 minut v argonové atmosféře a pomalu ochlazen. Pro pozorování byly vzorky elektrochemicky leptané. Před těmito úpravami byla v celém objemu jen austenitická fáze. Po úpravě se v objemu vyskytlo 20 % (± 2 %) martenzitu. Na Obr. 2-26 je zobrazena mikrostruktura po úpravě. Tmavé oblasti znázorňují martenzit a světlé austenit. Minimální množství martenzitu bylo zaznamenáno při ohřevu ve vakuové peci nebo při ohřevu v solných lázních [46].



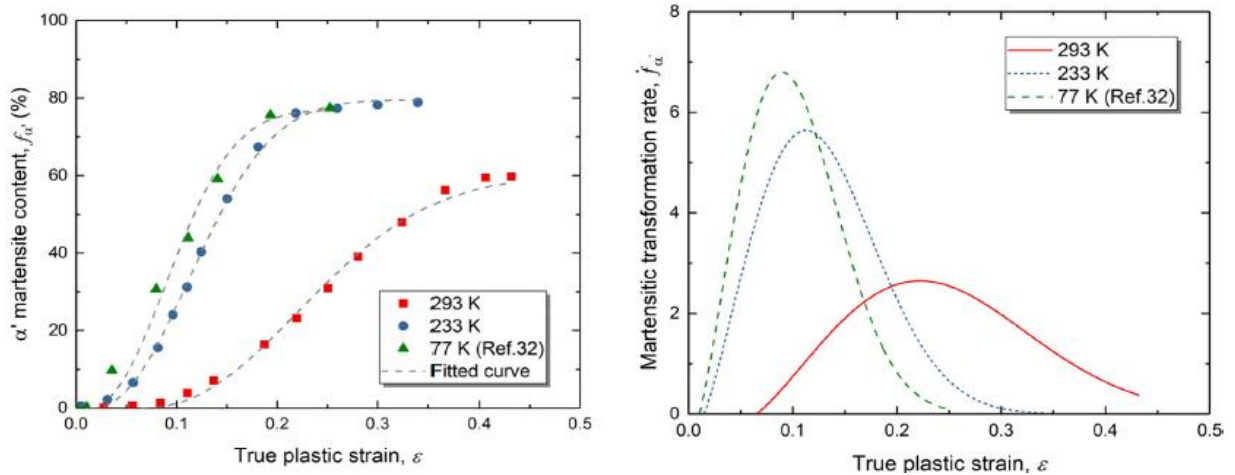
Obr. 2-26 Mikrostruktura oceli 316L po teplených úpravách [46]

Na Obr. 2-27 můžeme vidět rozdílný vývoj obsahu martenzitu v materiálu z oceli 316L v průběhu tahové zkoušky. Při tahové zkoušce za pokojové teploty není martenzitická transformace vyvolána napětím tak výrazná jako při kryogenní teplotě 77 K. Po tahové zkoušce za pokojové teploty dosáhl obsah martenzitu 65 % zatímco za kryogenní teploty 90 %. Díky vyššímu obsahu martenzitu za teploty 77 K se zvyšuje i mez kluzu a pevnosti [46].



Obr. 2-27 tahový diagram zobrazující vývoj martenzitu v objemu testovacího tělesa z oceli 316L pro pokojové teploty (vlevo) a pro kryogenní teplotu 77 K (vpravo) [46]

Tento problém popsal také Ding. Ten zkoumal ocel 304 za kryogenních teplot. Jeho výsledky odpovídají předchozím. Zjistil, že vlivem deformace dochází k přetvoření γ austenitu na ϵ martenzit a poté na α' martenzit. ϵ martenzit je jen intermediální fáze a až α' martenzit má vliv na zpevnění součásti. Proto má smysl sledovat vývoj podílu α' martenzitu na plastické deformaci jako na Obr. 2-28. S klesající teplotou a narůstající deformací se zvyšuje i podíl α' martenzitu, což má za následek zvýšení meze kluzu i pevnosti. Jak bylo zmíněno výš, celá problematika ještě není zcela vysvětlena [47].



Obr. 2-28 (vlevo) obsah martenzitu v závislosti na deformaci, (vpravo) rychlost transformace martenzitu v závislosti na deformaci [47]

3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE

3.1 Analýza problému

V této diplomové práci je řešena problematika mechanických vlastností nerezových ocelí vyráběných technologií SLM určených k použití za kryogenních teplot.

Většina nerezových ocelí (jakožto i většina ostatních ocelí) je ovlivněna tranzitním chováním. Za teplot okolo bodu mrazu těmito ocelím rychle klesá houževnatost a tvárný lom přechází v křehký. Kvůli tomuto chování je většina ocelí nevhodná, a je třeba vybrat vhodnou ocel.

Mechanické vlastnosti dílů vyrobených technologií SLM jsou velmi závislé na použitých procesních parametrech tisku. Ty se liší v závislosti na použitém materiálu a lze je měnit v široké škále. Pořád jsou ale omezené vlastnostmi použitého stroje. Jako kontrola vhodně zvolených parametrů slouží měření hustoty nebo pórovitosti vytištěného dílu. Na základě rešerše lze omezit intervaly jednotlivých parametrů, a ty poté otestovat. Některé parametry bude možná nutné upravit vzhledem k vlastnostem použité tiskárny.

Vlastnosti součástí vyrobených technologií SLM doposud nebyly testovány za kryogenních teplot. Lze předpokládat podobné chování jako u běžně vyráběných součástí. Vliv technologie SLM by mohl být ve zvýšení meze kluzu. Negativní vliv by mohla mít tvorba sigma fáze a feritu, která byla u výtisků hlášena. Sigma fáze má za následek zvýšení pevnosti ale zároveň pokles houževnatosti, což by mohlo mít za nízkých teplot fatální důsledky.

3.2 Analýza a zhodnocení rešerše

Vhodné oceli pro kryogenní podmínky jsou austenitické nerezové oceli. Příměs chromu se stará o pasivaci povrchu, čímž přispívá k odolnosti proti korozi a nikl s manganem přispívají ke stabilitě austenitické fáze. Tato fáze se běžně za pokojových teplot nevyskytuje, jelikož je přesycena a jedná se tedy o metastabilní fázi. Běžné oceli mají BCC krystalovou mřížku, která při teplotách okolo bodu mrazu podléhá křehkému lomu. Austenitická fáze má FCC krystalovou mřížku, která má více skluzových směrů než BCC, a tudíž pro ni nastává tvárný lom i za kryogenních teplot. Tvárný lom je charakteristický vysokou houževnatostí ovšem i tak s klesající teplotou dochází k mírnému poklesu houževnatosti.

Mezi nejběžnější austenitické oceli patří oceli 304 a 316 (značení AISI) a jejich modifikace. Tato práce pojednává o ocelích 304, která je vzhledem k technologii SLM méně popsána než 316. Pokud jsou tyto austenitické nerezové oceli podrobeny tvárné deformaci dochází k přeměně austenitu na martenzit, což má za následek výrazné zvýšení meze pevnosti i kluzu. Podíl martenzitu stoupá s narůstající tvárnou deformací. Tento jev je umocněn za snížených teplot. Za teplot 77 K může mez kluzu vrůst 1,5krát a mez pevnosti až dvojnásobně.

Jelikož se ocel bude zpracovávat technologií SLM je potřeba nejprve stanovit procesní parametry. Nejdůležitějšími parametry jsou výkon laseru, skenovací rychlost laserových drah, výška vrstvy, vzdálenost drah i skenovací strategie. Na základě rešerše se jako vhodné parametry zdají být: rychlost laseru 200-300 W, skenovací rychlost 800-1500 mm/s a vzdálenost drah 0,05-0,15 mm. Byla zvolena paralelní skenovací strategie s možnou rotací vrstev 33° a 90°. Výška vrstvy byla zvolena 50 μm, zde je jen jedna možnost vzhledem k možnostem technologie SLM. Ostatní parametry je možné měnit v rámci jednoho tisku, ale pro rozdílné výšky vrstvy by vždy musel proběhnout tisk nový. Kvalita výtisku je důležitá, protože u nekvalitního výtisku mohou vznikat v součásti póry, které zásadně zhoršují mechanické vlastnosti. Pro určení pórovitosti byla vybrána metoda metalografických výbrusů, protože je přesnější než snazší archimédova metoda a rentgenová metoda by byla zbytečně nákladná a nedostupná. Snahou je dosáhnout hustoty alespoň 99,5 %.

Mikrostruktura oceli 304 vyrobená technologií SLM může mimo austenit obsahovat i malé množství feritu a tím pádem i stopové množství sigma fáze. Ta je pevná, ale křehká, tudíž by mohlo hrozit snížení houževnatosti výtisku. Není zcela jasné, jak se sigma fáze zbavit, ale mohl by pomoci re-melting, který může poskytnout více času na přeměnu austenitu z feritu. Re-melting může navíc pomoci snížit pórovitost, pokud bude vysoká.

3.3 Podstata a cíl diplomové práce

Hlavním cílem této práce je stanovit mechanické vlastnosti a mikrostrukturu nerezové oceli AISI 304L vyrobené technologií SLM a testované za velmi nízkých teplot. Z mechanických vlastností se bude zkoumat mez kluzu, mez pevnosti, tažnost a houževnatost. Při vyhodnocování mikrostruktury se bude vyhodnocovat orientace zrn a také podíl martenzitu a austenitu v dílu. Stejně tak se bude hledat případná přítomnost feritu a sigma fáze.

Nerezové oceli se technologií SLM běžně zpracovávají. Stejně tak se nerezové oceli používají za kryogenních teplot, ale zatím nedošlo k popisu součástí vyrobených technologií SLM pracujících za velmi nízkých až kryogenních teplot.

Dílčí cíle

Vypracovat přehled kovových materiálů vhodných pro kryogenní aplikace s ohledem na 3D tisk.

Navrhnout kombinaci procesních parametrů zajišťující nízkou porozitu vzorků

Experimentálně stanovit mechanické vlastnosti nerezové oceli 304L za teplot cca $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$

Porovnat chování oceli zpracované technologií SLM a běžně vyráběných ocelí z pohledu mikrostruktury a mechanických vlastností.

Vědecká otázka

Jakou mez kluzu a pevnosti lze získat, pokud zkombinujeme vliv kryogenní teploty a SLM tisku?

Hypotéza 1: K výraznému zvýšení meze pevnosti dojde vlivem kryogenní teploty, a to kvůli přeměně austenitu na martenzit.

Hypotéza 2: Mez kluzu se zvýší přeměnou austenitu na martenzit vlivem kryogenní teploty ale převážně zmenšením velikosti zrn vlivem zpracování technologií SLM. Tyto vlivy jsou na sobě nezávislé.

4 MATERIÁL A METODY

Pro správné posouzení mechanických vlastností a mikrostruktury je potřeba stanovit měřící řetězec. Jako reference k 3D tištěným dílům budou sloužit testovací tělesa ze stejného materiálu, ale vyráběny obrobením z taženého plechu. Společně s touto prací probíhá studie Miroslava Šmída z Akademie věd ústavu fyziky materiálů, která vyhodnocuje šíření únavových trhlin v dílech z oceli AISI 304 vyrobených technologií SLM. Tato studie vzniká ve spolupráci s Ústavem konstruování a některé dílčí kroky týkající se především optimalizace procesních parametrů budou využity a doplněny i v této práci.

Nejprve bylo potřeba dosáhnout pórovitosti pod 0,5 % pro testovací krychle a následně bylo možné vytisknout polotovary pro výrobu tahových těles. Navazující tahová zkouška proběhne za pokojové teploty a za teplot $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Podobně bude probíhat i zkouška vrubové houževnatosti podle Charpyho, a to za pokojové teploty a za snížených teplot -80 a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Testovat se budou vzorky vyrobené technologií SLM i konvenčně vyráběné. Sledována byla mez kluzu, pevnosti a tažnost. Konečnou fází je výzkum mikrostruktury.

4.1 Použité stroje

4.1.1 SLM tiskárna

Tisk součástí bude probíhat na tiskárně SLM 280^{HL} 2.0 od firmy SLM Solutions Group AG, která je zobrazena na Obr. 4-1. Její předností je velký stavební prostor o rozměrech $280 \times 280 \times 350\text{ mm}$. Tiskárna může být vybavena až dvěma Yb lasery s maximálními výkony 400 W a 1000 W. Ostatní technické parametry se nacházejí v tab. 4-1 [48]. Na ústavu konstruování FSI v Brně je stroj v konfiguraci se 400 W laserem a také je k dispozici menší základní deska o rozměrech $98 \times 98\text{ mm}$.

tab. 4-1 Technické parametry tiskárny SLM 280^{HL} [1]

	Hodnota	Unit
Pracovní prostor (x,y,z)	280x280x350	mm
Maximální produktivita	113	cm ³ /h
Tloušťka vrstvy	20-100	μm
Minimální tloušťka stěny	150	μm
Průměr laserového paprsku	82	μm
Maximální skenovací rychlost	10	m/s
Průměrná spotřeba plynu (Ar/N ₂)	5	l
Rozměry zařízení	2600x1200x2700	mm

Do výrobní komory je možné přivádět inertní plyn, který zabraňuje vzniku chemických reakcí roztaveného materiálu s kyslíkem. Jako inertní plyny se používá argon a dusík. Tiskárna na ústavu konstruování je vybavena generátorem dusíku.



Obr. 4-1 Tiskárna SLM 280 ^{HL} [49]

4.1.2 Optický mikroskop

Pro pozorování metalografických výbrusů byl použit digitální mikroskop VHX-S660E od firmy Keyence. Podložka mikroskopu stejně jako stojan jsou vybaveny krokovými motory, které zajišťují jeho automatickou funkci. Stojan zajišťuje pohyb v osách X a Y zatímco podložka zajišťuje pohyb v ose Z. Rozlišení automatického pohybu podložky je 0,1 μm a stojanu 1 μm . Umožňuje zobrazovat s 250x až 2500x násobným zvětšením.

4.1.3 Elektronový mikroskop

Elektronový mikroskop TESCAN LYRA 3 XMU byl použit pro detekci fází a směrů krystalové mřížky. Vybaven byl detektorem zpětně odražených elektronů. Tento mikroskop je schopen snímat detaily až na nano úrovni s maximálním zvětšením až 1 000 000. Upínací zařízení je vybaveno pětiosým motorizovaným pohonem pro snadnou manipulaci se vzorky [50].

4.2 Nerezová ocel

Jako primární materiál je použita ocel 304L podle značení AISI. Jejím ekvivalentem je ocel ČSN 17249. Jedná se o často používanou nerezovou ocel. Díky nízkému obsahu uhlíku je dobře svařitelná. Díky austenitu je nemagnetická. Korozně odolná je v běžném prostředí jako voda, slabé kyseliny a alkálie. Běžně se používá v potravinářském a farmaceutickém průmyslu, také pro vnější konstrukce.

Běžná mez pevnosti je 515-680 MPa a mez kluzu > 205 MPa. Dosahuje minimální tažnosti 45 % [51]. Chemické složení můžeme vidět v tab. 4-2.

tab. 4-2 Složení oceli 304L [52]

Element	-	C	Cr	Mn	Ni	P	S	Si
Hmotnostní objem	%	max 0,03	18-20	2	8-12	0,045	0,03	1

Ocel je dodávána ve formě prášku od firmy Sandvik Osprey Powders s velikostí částic $45 \pm 15 \mu\text{m}$.

4.3 Metodika a podmínky řešení

Jako první krok proběhlo vyhodnocení pórovitosti testovacích vzorků vytisknutých v rámci studie Šmída. Byly dodány snímky metalografických snímků, ale samotné vyhodnocení pórovitosti proběhlo již v rámci této práce. Vyhodnocená pórovitost se bude sledovat, jak v závislosti na procesních parametrech, tak na energetické hustotě. Dále byla sledována podobnost procesních parametrů s parametry ze studií z rešerše. Přičemž cíl je dosáhnout pórovitosti pod 0,5 %. Nezáleží jen na dosažení této hodnoty, ale také na stabilitě. Z těchto dat se získá základní přehled vhodných procesních parametrů a na jejichž základě bude možné zvolit další kombinace. Celkový rozsah nutnosti dalších testů závisí na úspěšnosti a stabilitě předchozích.

4.3.1 Určení procesních parametrů

Dalším krokem bylo prozkoumat vliv pozice a přídavného dmyhadla na pórovitost vzorků. Dmyhadlo zajišťuje vyšší rychlosti proudění atmosféry v komoře, což může mít pozitivní vliv na pórovitost. Tímto testem se zároveň prověří vybrané procesní parametry, s nimiž se tisknou testovací krychle o délce hrany 10 mm.

Dalším krokem tedy bylo vyřešit vzniklé problémy jako je podpovrchová porozita. Tu je možné eliminovat kombinací úpravy procesních parametrů jako skenovací strategie či úpravou jednotlivých laserových drah. Jakmile bylo dosaženo porozity pod 0,5 % a byly odstraněny defekty jako podpovrchová porozita, tak bylo možné přejít k výtisku zkušebního tahového tělesa. Na něm byla opět pozorována porozita, protože tahové těleso je výrazně větší a celá jeho teplotní charakteristika se změní, což může vést k nutným úpravám procesních parametrů.

4.3.2 Tahová zkouška

Pro tisk tahových tělísek byly použity parametry odladěné z předchozích tisků. Jelikož technologie SLM nedokáže zajistit hladký povrch dojde k obrobení tělesa kvůli eliminaci případných koncentrátorů napětí. Ty se řídí normou DIN 50125 a tahová zkouška proběhla podle normy CSN EN ISO 6892-1. Test proběhl na stroji Zwick/Roell Z250. Jak bylo popsáno výše, výsledné vlastnosti záleží na směru tisku. Proto byl zvolen jeden směr, ve kterém budou tištěny všechny díly. A to horizontální směr z kapitoly 2.6. Výsledkem tohoto testu bude tahový diagram, ze kterého se určí mez kluzu i pevnosti a tažnost.

4.3.3 Charpyho nárazová práce

Dále došlo k vytištění vzorků na Charpyho zkoušku. Parametry pro tisk byly zvoleny stejně jako pro tahová tělesa. Opět je potřeba tisknout všechny vzorky v jednom směru, který je stejný jako u tisku tahových tělísek. Zvolena byla tělíska s V vrubem, kvůli předpokládané vysoké houževnatosti oceli 304L. Hodnocena tedy bude vrubová houževnatost.

4.3.4 Testování za nízkých teplot

V poslední fázi došlo k testování vzorků za teplot -80 a -196 °C. Procesní parametry byly zvoleny stejná jako u předchozích zkoušek. Tahová zkouška proběhla jen za teploty -80 °C, a to kvůli limitaci stroje, jež neumožňuje testovat za nižších teplot. Charpyho zkouška proběhla jak za teploty -80 °C, tak za teploty -196 °C.

Následně se byla zkoumána mikrostruktura tahových těles pomocí EBSD. Sledoval se vývoj podílu obsahu γ austenitu a α' martenzitu. Podíl nových fází pro Charpyho tělesa byl sledován feritoskopem.

5 VÝSLEDKY

5.1 Oceli pro kryogenické teploty zpracované technologií SLM

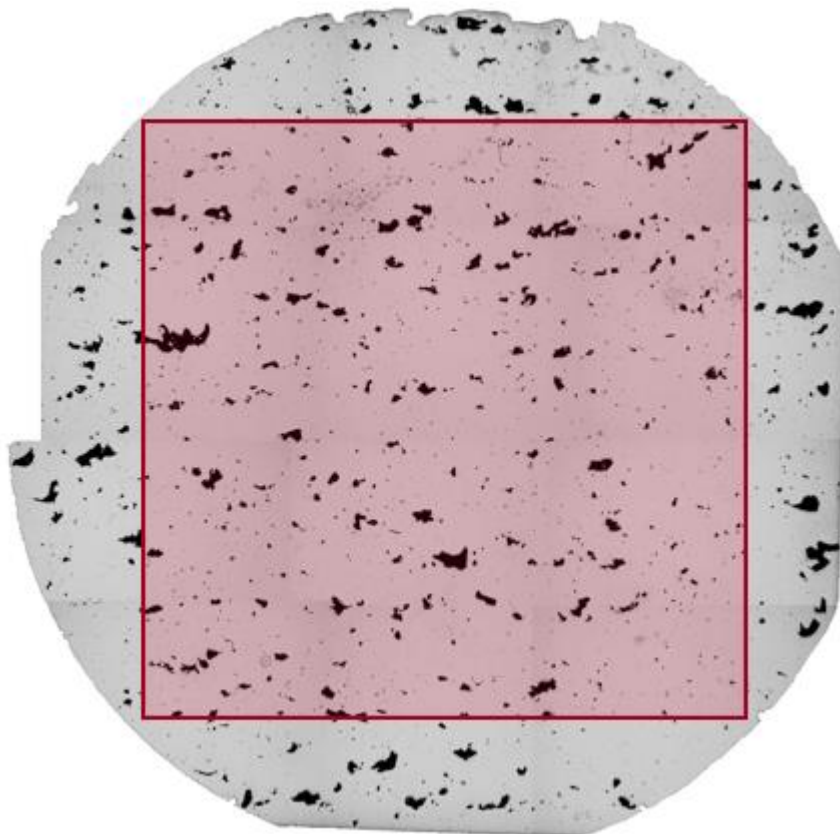
Jedním z cílů je vybrat oceli, které je po zpracování technologií SLM vhodné používat za kryogenních teplot. Tyto specifické požadavky velmi zužují výběr ocelí. Vzhledem k požadavkům na kryogenní teploty je vhodné použít oceli, které nemají výrazný přechod z tvárného do křehkého lomu nebo mají tento přechod až za teplot nižších, než je provozní teplota. Nejvhodnějšími oceli jsou tedy oceli s BCC krystalovou mřížkou, u kterých tento přechod nenastává. BCC krystalovou mřížku mají z nerezových ocelí austenitické nerezové oceli, a to díky vysokému obsahu legur, zejména niklu, který podporuje stabilitu austenitické fáze.

S ohledem na technologii SLM se výběr austenitických nerezových ocelí zužuje, a to protože pro zpracování technologií SLM je potřeba dodat ocel ve formě prášku. A právě variabilita austenitických ocelí dodávaných ve formě kovového prášku je velmi omezená. Běžně jsou dostupné oceli série 300 podle AISI. Konkrétně oceli 304 a 316 a jejich varianty. Mimo sérii 300 existuje ještě série 200, ale ta není technologií SLM zpracována a chybí i v práškové formě pro SLM.

5.2 Pórovitost testovacích krychlí

Jako první byla vyhodnocena pórovitost vzorků vytištěných v rámci paralelní studie. Jako vstup této práce posloužily metalografické výbrusy, u kterých bylo potřeba vyhodnotit pórovitost. Byla použita široká paleta procesních parametrů. Výkon laseru 220 W a 380 W, skenovací rychlost od 500 mm/s do 3000 mm/s, vzdálenost laserových drah od 0,03 mm do 0,1 mm a výška vrstvy se měnila od 0,04 mm do 0,1 mm.

Vyhodnocení pórovitosti probíhalo pomocí programu ImageJ. Do něj byl nahrán snímek z mikroskopu, následně byla vybrána reprezentativní oblast, na které vyhodnocení proběhne viz Obr. 5-1. Jelikož je snímek kontrastní tak samotné vyhodnocení poté probíhalo tak, že se určil obsah tmavých oblastí (póry) a světlejších oblastí (materiál).

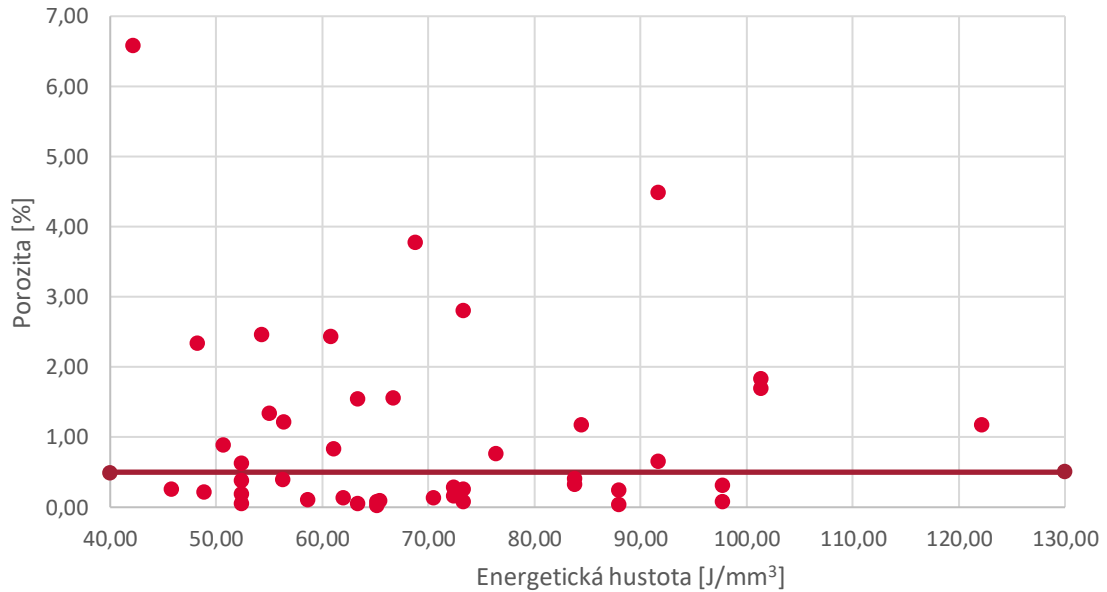


Obr. 5-1 Vyhodnocování pórovitosti vzorku s vybranou reprezentativní oblastí

Jak bylo uvedeno v předchozích kapitolách, snahou je dosáhnout pórovitosti menší než 0,5 %. Vyhodnoceno bylo 43 vzorků, vyrobených s různými procesními parametry. Obr. 5-2 ukazuje závislost pórovitosti na energetické hustotě. Rudá čára značí hranici pórovitosti 0,5 %. Z výsledků je patrné, že samotná energetická hustota není zcela směrodatný údaj, jelikož při stejné nebo velmi podobné energetické hustotě se pórovitost může značně lišit. Energetické hustoty 45 J/mm³ až 100 J/mm³ se jeví jako přivěťivé hodnoty.

Problémem vyhodnocených dat je velký rozptyl procesních parametrů, kdy v extrémních případech jako je skenovací rychlost 3000 mm/s i okolím máme k dispozici jen jeden vzorek, což pro stanovení závislosti pórovitosti na procesních parametrech není dostatečné. Ovšem i tak mělo 53 % vzorků pórovitost nižší než 0,5 %.

Závislost pórovitosti na hustotě energie



Obr. 5-2 Závislost pórovitosti na energetické hustotě. Rudá čára znázorňuje hranici porozity 0,5 %

Kvůli velkému spektru použitých procesních parametrů, je počet vzorků pro stanovení závislosti nedostatečný. Počet jednotlivých parametrů a poté i počet kombinací lze nalézt v tab. 5-1. Proto byly procesní parametry, které lze považovat za extrémní (např. skenovací rychlosti nad 2000 mm/s) nebo zbytečné (výška vrstvy jiná než 50 μm) vynechány. Přehled lze opět nalézt v tab. 5-1. Tyto dva soubory dat byly analyzovány pomocí metody surface design kvůli predikci závislosti porozity na procesních parametrech. Pro vyhodnocení byl použit program MiniTab. Bohužel kvůli velkému spektru použitých dat podléhaly výsledky velké odchylce. Při analýze všech dat byl 95% interval odhadnuté porozity v závislosti na procesních parametrech od -11,5 do 11,5 % porozity s cílem dosáhnout porozity okolo 0 %. Pro vybraná data se podařilo interval na hodnoty od -2,5 do 2,5 %. Vzhledem k tomu, že intervaly jsou obou případech dalece nad hranicí cílené porozity (0,5 %) výsledky nelze použít.

tab. 5-1 Počet kombinací procesních parametrů

Počet kombinací procesních parametrů vzhledem k provedeným výtiskům						
Energie laseru [W]	Skenovací rychlost [mm/s-1]	Vzdálenost drah [mm]	Tloušťka vrstvy [mm]	Kontury	Skenovací strategie úhel natočení [°]	Počet kombinací
2	9	11	4	2	3	4752
Upravený počet kombinací procesních parametrů						
Energie laseru [W]	Skenovací rychlost [mm/s-1]	Vzdálenost drah [mm]	Tloušťka vrstvy [mm]	Kontury	Skenovací strategie úhel natočení [°]	Počet kombinací
2	6	8	1	2	3	576

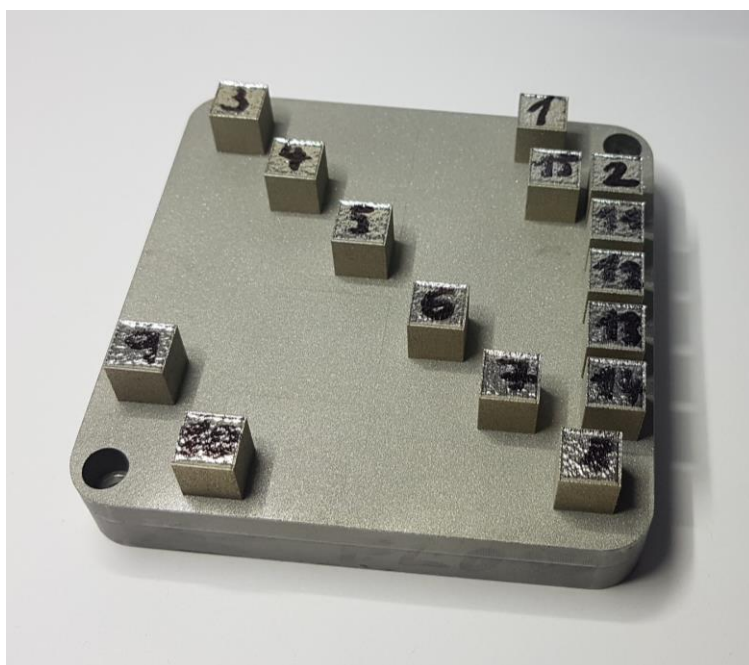
5.3 Vliv pozice a dmychadla

Na výslednou pórovitost vzorků má vliv i pozice na platformě i rychlost proudění atmosféry. Při vypalování laserem dochází k vzniku spalin. Ty je potřeba pomocí cirkulace atmosféry odvést pryč jinak na spalinách může dojít k rozptýlení laserového paprsku. To také může být jeden z důvodů proč vycházely tak nehomogenní výsledky.

Na základě vyhodnocení předchozích dat byly vybrány parametry viz tab. 5-2. Hlavními důvody výběru byla nízká porozita v této oblasti (70 J/mm^3), větší množství vzorků v této oblasti a že s těmito parametry bylo vytištěno více vzorků vždy s nízkou porozitou. Skenovací strategie byla parallel scanning (viz. kapitola 2.4.1) bez rotace v jednotlivých vrstvách. Tisk byl proveden na malou platformu o rozměrech $100 \times 100 \text{ mm}$. Tisk probíhal kvůli zjištění vlivu pozice a také pro ověření dosahované porozity. Rozložení vzorků na platformě je patrné z Obr. 5-3. První tisk proběhl za standartního nastavení tiskárny. Pro druhý tisk byla tiskárna přestavěna podle Somory viz. kapitola 2.4.2. Tisklo se přímo na platformu bez použití podpor.

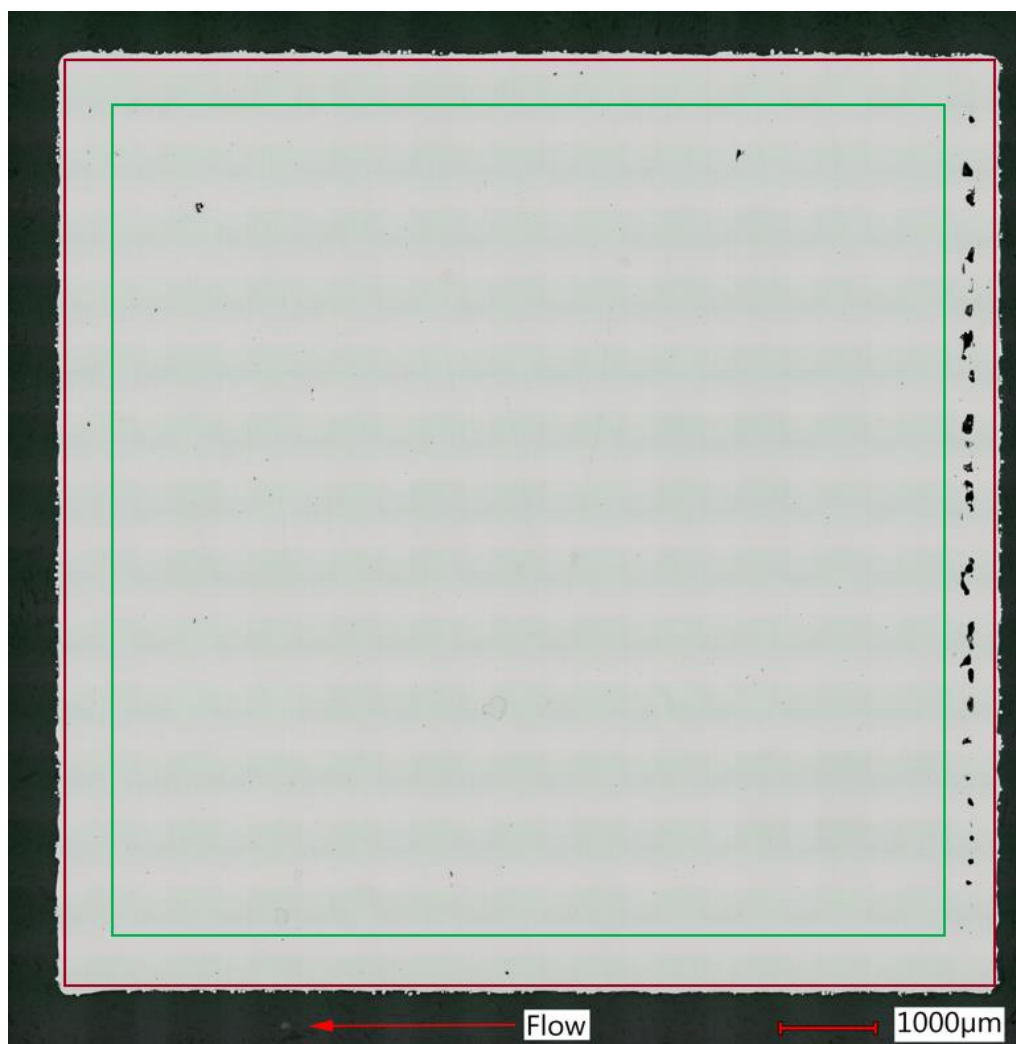
tab. 5-2 Zvolené procesní parametry

Výkon laseru	220 W
Skenovací rychlost	1200 mm/s
Vzdálenost drah	0,05 mm
Výška vrstvy	50 μm
Energetická hustota	73 J/mm^3



Obr. 5-3 Rozložení vzorků na platformě

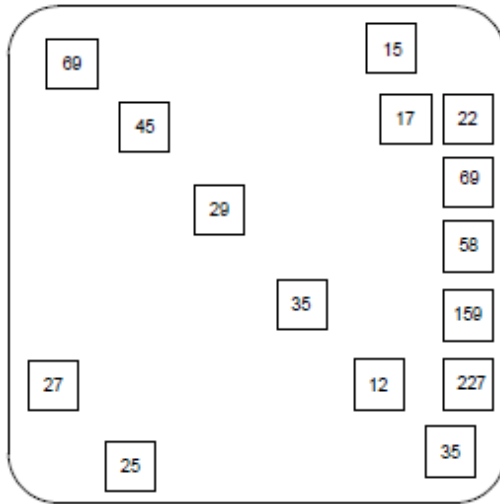
Vytisknuté krychle byly odříznuty z platformy elektrojiskrově a následně proběhlo vyhodnocení pórovitosti pomocí metalografických výbrusů. Výsledná pórovitost jednotlivých vzorků je znázorněna na Obr. 5-5. Vstup proudící atmosféry je vzhledem k obrázku z pravé strany. Pro vysvětlení pojmů vnitřní a celková porozita slouží Obr. 5-4. Celkovou porozitou se rozumí oblast ohraničená červeným čtvercem a vnitřní porozita je ohraničená zeleným čtvercem. Oblast mezi čtverci ohraničuje místo podpovrchové porozity. Zaznačení směru proudění atmosféry je realizováno pomocí šipky s popiskem FLOW.



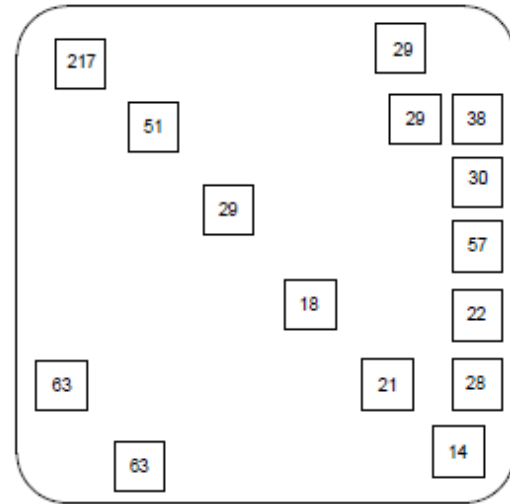
Obr. 5-4 Snímek metalografického výbrusu pod mikroskopem s vyznačenými oblastmi pro vyhodnocení porozity

Vnitřní porozita

Deska 1
Bez dmychadla

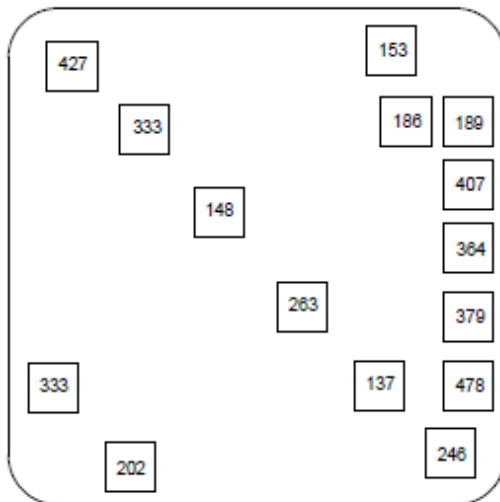


Deska 2
S dmychadlem

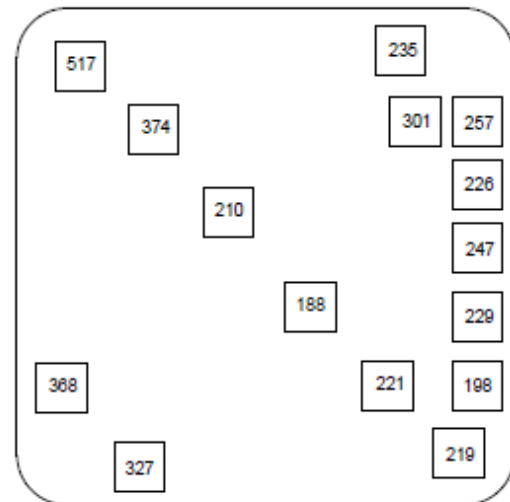


Celková porozita

Deska 1
Bez dmychadla



Deska 2
S dmychadlem



Obr. 5-5 Porozita jednotlivých tisků zjištěna pomocí metalografických výbrusů
(porozita je uvedena v procentech a vynásobena 1000)

Na všech vzorcích se projevila výrazná podpovrchová pórovitost na pravé straně. Proto vychází celková pórovitost i 5x vyšší než vnitřní. Až na jednu krychli bylo dosaženo pórovitosti nižší než 0,5 %.

Vliv pozice i zrychleného proudění atmosféry se ukázal jako významný, jak je vidět v tab. 5-3. Lze tedy říci, že dmyhadlo snižuje pórovitost v pravé polovině platformy, která je blíže k vstupu atmosféry do komory. Tento efekt se výrazně týká první řady vzorků. V druhé řadě pozorujeme mírné zvýšení pórovitosti. Se změnou pórovitosti dochází i k stabilizaci výsledků, neboť klesá odchylka jak v první, tak v druhé řadě. Ovšem efekt je opačný v případě levé poloviny platformy, kde dochází jak ke zvýšení pórovitosti, tak k zvýšení odchylky. Zvýšení je výraznější než snížení v pravé polovině.

tab. 5-3 Porovnání porozity vzorků s ohledem na pozici a zapojení dmyhadla

		Porozita bez dmyhadla		Porozita s dmyhadlem		Změna porozity	
		Vnitřní	Celková	Vnitřní	Celková	Vnitřní	Celková
		[%]	[%]	[%]	[%]		
První řada	Průměr	0,095	0,344	0,032	0,229	Snížení o 66 %	Snížení o 33 %
	Odchylka	0,074	0,098	0,014	0,019	Snížení o 81 %	Snížení o 86 %
Druhá řada	Průměr	0,020	0,181	0,023	0,244	Zvýšení o 15 %	Zvýšení o 35 %
	Odchylka	0,009	0,042	0,006	0,033	Snížení o 33 %	Snížení o 21 %
Pravá polovina	Průměr	0,065	0,280	0,029	0,232	Snížení o 55 %	Snížení o 17 %
	Odchylka	0,068	0,113	0,012	0,030	Snížení o 82 %	Snížení o 73 %
Levá polovina	Průměr	0,039	0,289	0,085	0,359	Zvýšení o 118 %	Zvýšení o 24 %
	Odchylka	0,017	0,100	0,067	0,098	Zvýšení o 294 %	Snížení o 2 %

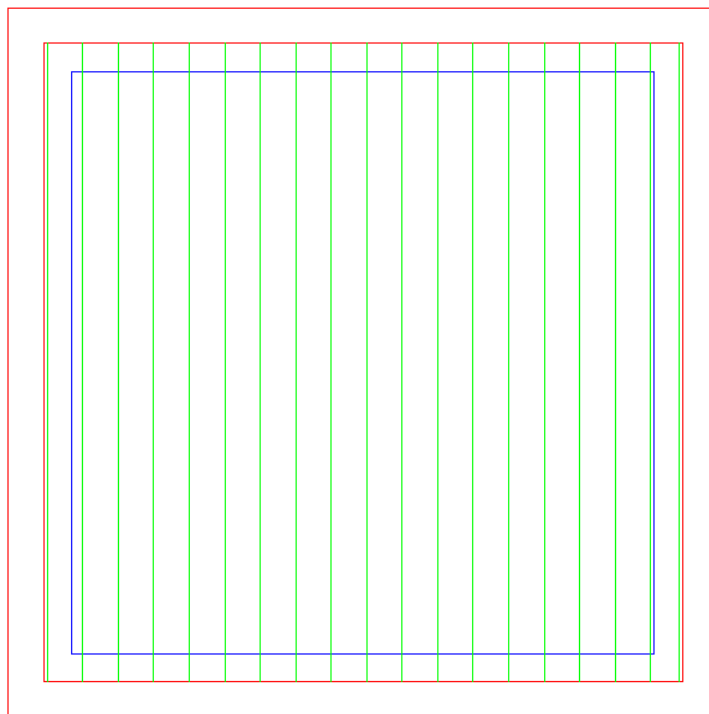
5.4 Podpovrchová porozita

Vhledem k tomu, že všechny vzorky použité při vyhodnocování vlivu pozice a dmyhadla vykazovaly podpovrchovou porozitu na pravé straně, bylo potřeba zjistit důvod vzniku této porozity a následně tento problém odstranit. Takto podpovrchová porozita by mohla zkreslovat výsledky houževnatosti zjištěné pomocí Charpyho nárazové práce.

Pro zjištění důvodu vzniku podpovrchové porozity bylo potřeba detailně analyzovat procesní parametry a skenovací strategii. Na Obr. 5-6 lze vidět schéma skenovací strategie s jednotlivými skenovacími dráhami a v tab. 5-4 jsou jejich procesní parametry. Takto vypadá každá vrstva kromě první a poslední. První vrstva je roztavena dvakrát, kvůli kvalitnímu přichycení tělesa k platformě. Poslední vrstva je ještě jednou natavena s rozostřeným laserem kvůli zvýšení kvality povrchu (tzv. re-melting).

tab. 5-4 Procesní parametry jednotlivých drah laseru

	Výkon laseru [W]	Rychlost laseru [mm/s]	Energetická hustota [J/mm ³]
Okraje	100	300	133
Kontury	150	400	150
Výplň	220	1200	73



Obr. 5-6 Znáornění skenovací strategie. Červeně okraje, modře kontury a zeleně výplň

Pomocí Obr. 5-6 lze pochopit vznik podpovrchové porozity. Jak na levé, tak na pravé straně dochází k překrytí rovnoběžných laserových drah, kdy se ve velmi úzké oblasti taví okraje, kontury i výplň. Prakticky to znamená, že stejná oblast je roztavena třikrát v krátkém časovém intervalu, a navíc v rámci jedné vrstvy. V dalších vrstvách se proces opakuje a jednotlivé vrstvy se vůči sobě nenatáčejí. To způsobuje, že je do malé oblasti přivedeno příliš mnoho energie a tyto oblasti se tedy zahřívají výrazně více než zbytek součásti.

Na základě těchto zjištění byl navržen další tisk. Bylo navrženo 20 kombinací procesních parametrů. Jedním z hlavních parametrů byla rotace výplně o 90° v každé vrstvě. Dále se změnilo pořadí skenování. Nejdříve byly skenované okraje, poté výplň, a nakonec došlo k zahlazení přechodu mezi okraji a výplní pomocí kontur.

Prvně bylo všech 20 vzorků vytisknuto v jedné stavbě, ale v průběhu tisku vznikaly problémy s nanášením vrstvy prášku a následně tedy i s tavením vrstev. Problémy se projevily výrazněji v řadách dále od vstupu atmosféry do komory. Jinými slovy kvalita vzorků se zhoršovala zprava doleva, jak je vidět na Obr. 5-7.



Obr. 5-7 První pokus o tisk vzorků pro vyhodnocení pod povrchové porozity

Z tisku není zcela zřejmé, které kombinace procesních parametrů způsobovali problémy, a proto se tisk rozdělil na 2 stavby, každý po 10 kostkách. Změnilo se rozložení kostek na platformě, viz. Obr. 5-8.



Obr. 5-8 Rozložení vzorků na platformě při testu pod povrchové porozity

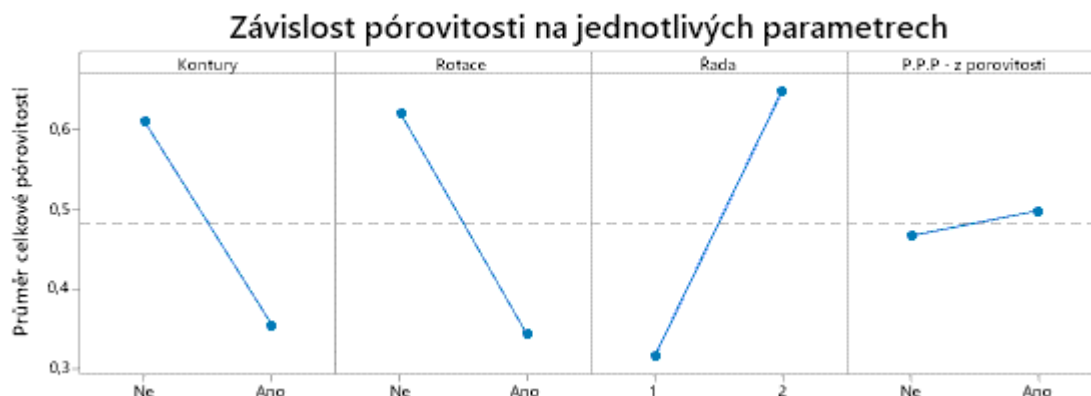
Výsledky můžeme vidět v tab. 5-5. Mimo označených parametrů se měnily i vzdálenosti okrajů, výkon laseru a rychlost skenování pro okraje a kontury. Popřípadě se okraje nebo kontury naprosto vynechaly. Kompletní přehled procesních parametrů je v **PŘÍLOZE**. Označení P.P.P. znamená podpovrchová porozita. Z tab. 5-5 si lze všimnout, že v mnoha případech došlo k její eliminaci. Nejvýznamněji ji ovlivnila rotace výplně, jelikož pokud ve vzorku docházelo k rotaci výplně nikdy se podpovrchová porozita neprojevila. Porozita je opět rozdělena na celkovou a vnitřní (viz. kapitola 5.3) a je uvedena v procentech. Zelené výsledky značí porozitu pod 0,5 % a červené nad tuto hodnotu.

tab. 5-5 Vnitřní a celková porozita vzorků v procentech v závislosti na procesních parametrech

Vzorek	Kontury	Rotace	Řada	P.P.P.	Vnitřní	Celková
AV304_GF_1	Ano	Ano	1	Ne	0,14	0,12
AV304_GF_2	Ano	Ano	2	Ne	0,27	0,24
AV304_GF_3	Ano	Ne	1	Ano	0,18	0,25
AV304_GF_4	Ano	Ano	2	Ne	0,16	0,14
AV304_GF_5	Ano	Ne	1	Ano	0,17	0,21
AV304_GF_6	Ano	Ano	2	Ne	0,31	0,28
AV304_GF_7	Ano	Ne	1	Ano	0,17	0,18
AV304_GF_8	Ano	Ano	2	Ne	0,75	0,65
AV304_GF_9	Ano	Ne	1	Ano	0,18	0,39
AV304_GF_10	Ano	Ano	2	Ne	1,03	0,97
AV304_GF_11	Ne	Ano	1	Ne	0,04	0,04
AV304_GF_12	Ne	Ne	2	Ano	0,76	0,79
AV304_GF_13	Ne	Ano	1	Ne	0,39	0,34
AV304_GF_14	Ne	Ne	2	Ne	1,23	1,15
AV304_GF_15	Ne	Ano	1	Ne	0,24	0,21
AV304_GF_16	Ne	Ne	2	Ne	0,80	0,80
AV304_GF_17	Ne	Ano	1	Ne	0,11	0,10
AV304_GF_18	Ne	Ne	2	Ano	1,10	1,24
AV304_GF_19	Ne	Ano	1	Ne	0,39	0,33
AV304_GF_20	Ne	Ne	2	Ne	1,05	1,02

Jako řada 1 se rozumí řada blíže ke vstupu atmosféry neboli řada více vpravo na platformě podle Obr. 5-8. Vzorky 1-10 byly tisknuty pohromadě v první stavbě a v druhé stavbě byly tisknuty vzorky 11-20.

Na Obr. 5-9 můžeme vidět závislost porozity na procesních parametrech. Těchto výsledků bylo dosaženo pomocí metody pro plánování experimentů, a to konkrétně metody faktorové analýzy (faktorial analysis) v programu MiniTab. Důležité jsou zejména trendy. Z obrázku je patrné, že pro dosažení nízké porozity je výhodné aplikovat rotaci výplně po vrstvách. Dále je vhodné tisknout v první řadě.



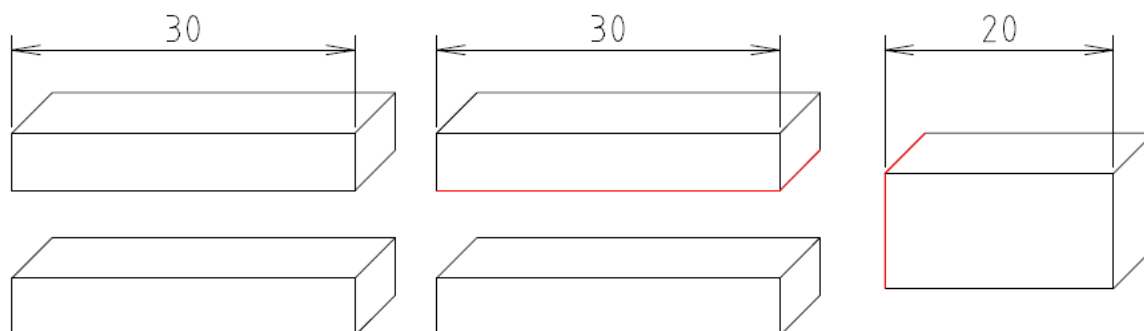
Obr. 5-9 Závislost pórovitosti na parametrech

Nad interpretací vhodnosti použití kontur je potřeba se pozastavit. Z obecného trendu vyplývá, že je vhodné kontury použít. Ovšem podle tab. 5-5 lze vidět, že většina vzorků, kde kontury použity nebyly byly tisknuty v druhé sadě, která je oproti první výrazně horší. Vzorky z druhé sady bez rotace a v druhé řadě vykazují obecně zhoršené výsledky, které poté ovlivní celkový výsledek. Pokud ovšem vezmeme v potaz jen vzorky, u kterých byla aplikována i rotace a podíváme se na závislost kontur, tak dostaneme výsledek úplně jiný. Pro vzorky, u kterých probíhá rotace výplně a jsou aplikovány kontury vychází celková pórovitost $0,40 \pm 0,31$ % a pro vzorky kde výplň rotuje ale kontury aplikovány nejsou vychází celková pórovitost $0,20 \pm 0,12$ %. Navíc na vzorek s nejnižší pórovitostí (vzorek 17) kontury aplikovány nebyly. Zbytek parametrů souhlasí s modelem.

5.5 Tahová tělesa

V předchozí iteraci se podařilo dosáhnout porozity 0,1 % bez podpovrchové porozity pro krychli s délkou hrany 10 mm. Díky těmto výsledkům je možno přejít na tisk větších objemových dílů. S vybranými parametry se tentokrát vytiskne polotovar pro těleso na tahovou zkoušku (kvádr 80x12x13 mm) a na něm bude pozorována pórovitost.

Použité parametry: výkon laseru 220 W, rychlost laseru 1200 mm/s, vzdálenost drah 0,05 mm, výška vrstvy 50 μm , skenovací strategie parallel (viz. kapitola 2.4.1) kdy se každá vrstva bude otáčet o 90° oproti přechozí, bez kontur a umístění tělesa je hned u vstupu atmosféry. Pro vyhodnocení porozity bylo těleso rozřezáno dle Obr. 5-10 a červené plochy byly vyhodnoceny metodou metalografických výbrusů. Tak bylo možno určit porozitu ve vertikálním i horizontálním směru.



Obr. 5-10 Schéma rozřezání tahového tělesa. Červeně jsou vyznačeny pozorované plochy

Takto vyhodnocená pórovitost dosahovala hodnot $4,6 \pm 1 \%$. To je oproti výsledkům z krychlí značné zhoršení a bylo dokonce několikanásobně překročena stanovená maximální hodnota pórovitosti 0,5 %. Důvodem pro takto razantní zhoršení je pravděpodobně změna teplotní charakteristiky dílu, kdy se tisknuté těleso daleko více zahřívá, jelikož je větší než testovací krychle s hranou o délce 10 mm. Další teorií bylo, že při skenování laseru proti směru proudění vzduchu dochází k rozptylu laseru na svařovacím oblaku.

Pro odstranění pórovitosti bez nutnosti dalšího zdlouhavého testování parametrů byla zvolena metoda re-meltingu. Už bylo zdokumentováno, že dokáže snížit pórovitost. Parametry byly odvozeny od Kurtha [40] a upraveny pro tento případ viz. tab. 5-2. Rotace vrstev byla upravena tak, aby byl směr skenování kolmý na původní skenování v dané vrstvě a zároveň rotace vrstev byla změněna z 90° na 33° pro první tavení i pro re-melting. Ostatní parametry re-meltingu jsou uvedeny v tab. 5-6. Takto bylo dosaženo porozity pod 0,1 %, tudíž hustota výtisku byla větší než 99,9 %. Tato porozita je ještě nižší, než jaké bylo dosaženo u testovacích krychlí.

tab. 5-6 Procesní parametry re-meltingu

Rychlost skenování	600 mm/s
Výkon laseru	300 W
Vzdálenost drah laseru	0,18 mm
Defocus laseru	- 8 mm

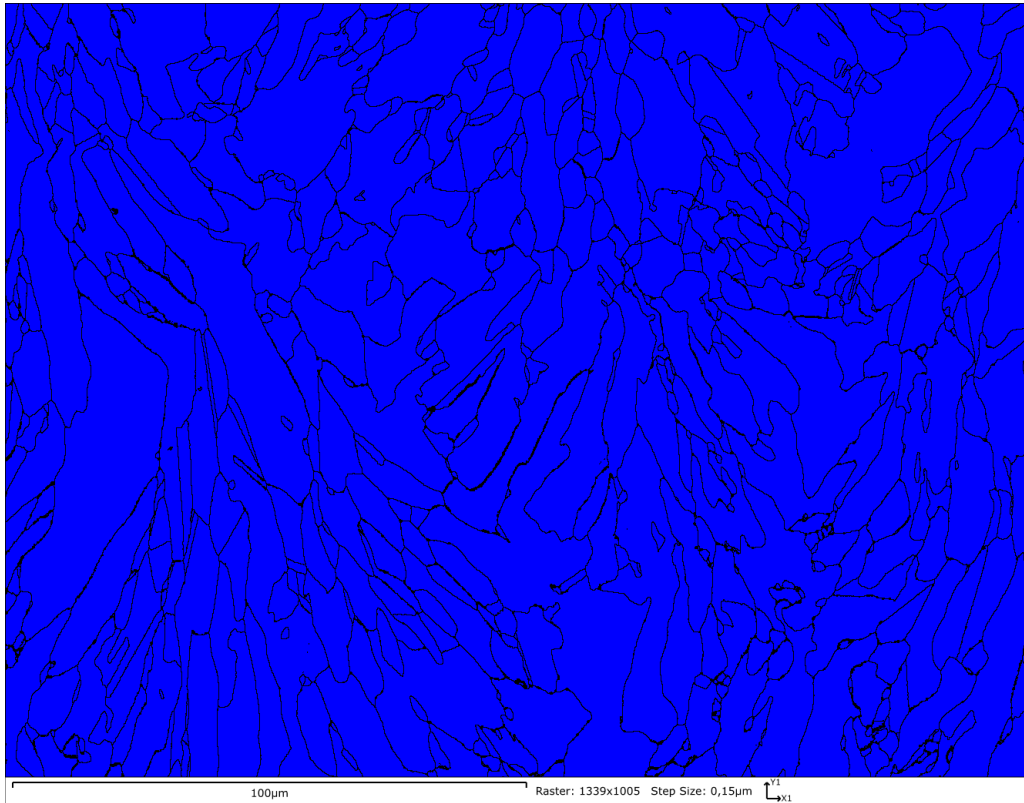
5.6 Mikrostruktura

Pro další testování byly vybrány vzorky s re-meltingem a s rotací vrstev o 33°. Mikrostruktura a fáze byly vyhodnoceny pomocí EBSD jak ve vertikálním, tak v horizontálním řezu, a to ve stavu as-built neboli vzorky po tisknu nijak neupravované. Vzorky byly rozřezány elektrojiskrově a sledované plochy odpovídají těm z Obr. 5-10.

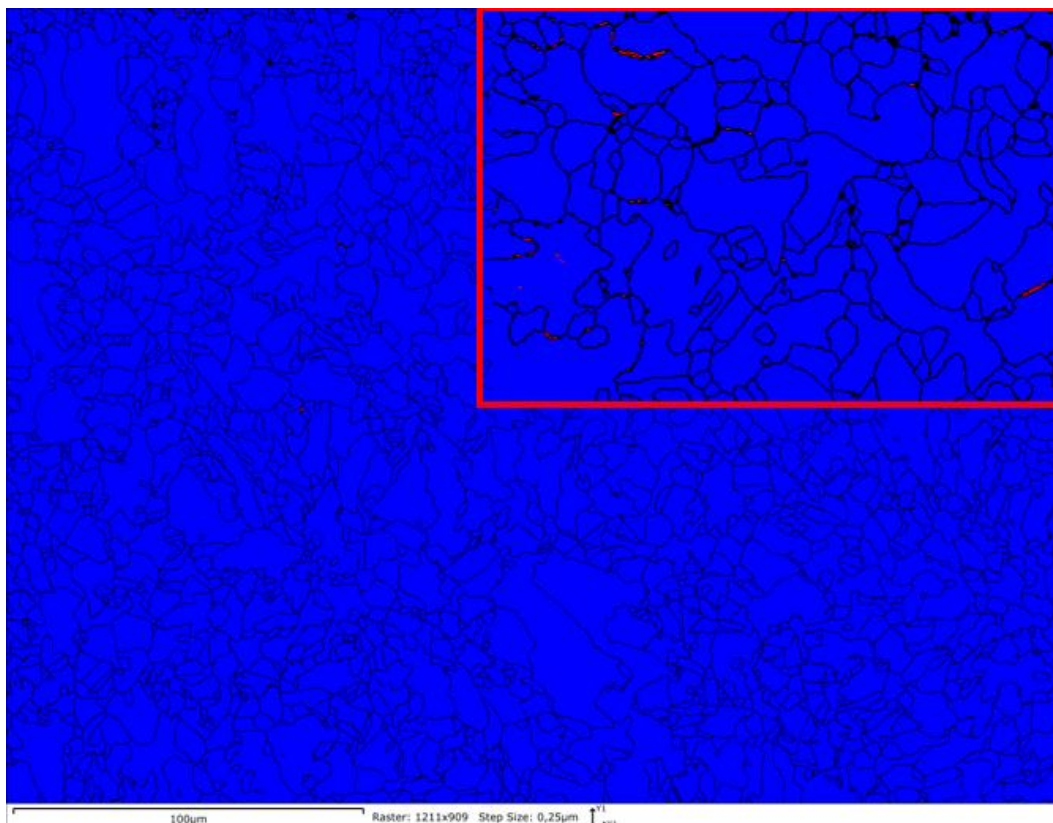
5.6.1 Fáze

Jelikož se ve vzorku zpracované technologií SLM nemusí vyskytovat jen austenit, ale i ferit nebo sigma fáze, bylo potřeba detekovat jaké fáze se nacházejí ve výtisku, popřípadě podíl jednotlivých fází. Následující vyhodnocení probíhalo na vzorku v as-built stavu, kdy byl vzorek rozřezán pomocí elektrojiskrového řezání.

Obr. 5-11 znázorňuje vertikální řez a můžeme na něm vidět pouze austenitickou fázi s FCC krystalovou mřížkou (modře). Podobně na Obr. 5-12 v horizontální řezu je patrná austenitická fáze (modře). Mimo to v detailu lze vidět i malé červené pixely. Ty by měli znamenat ferit. Ovšem vyskytuje se na hranicích zrn a jen ve velmi malém množství, proto je pravděpodobné, že se jedná o chybu vyhodnocování. Analýza totiž není schopná správně rozeznat fázi na hranicích zrn. I kdyby se opravdu jednalo o ferit, tak se vyskytuje jen v 0,2% množství, tudíž nepředstavuje problém.

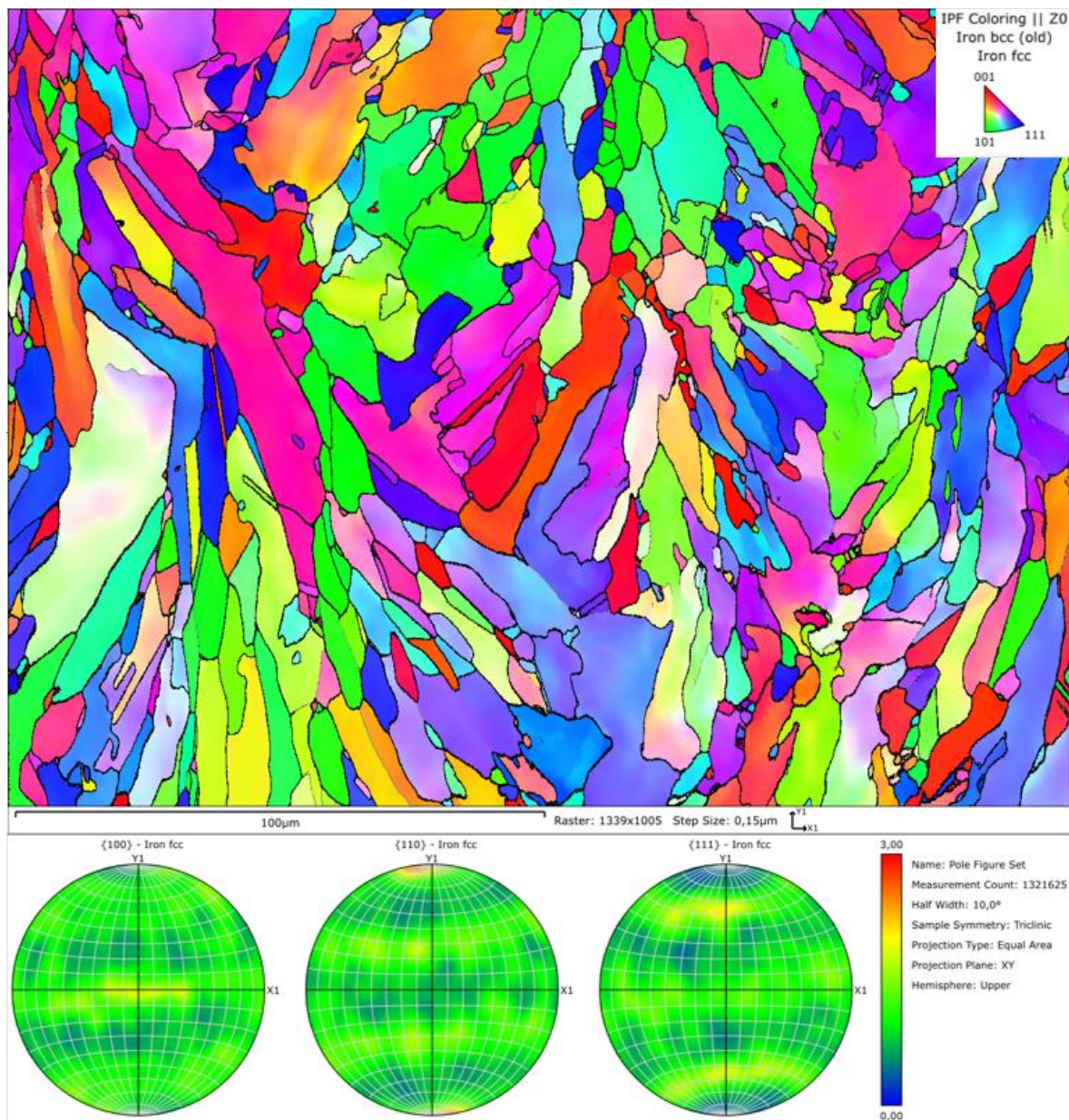


Obr. 5-11 Fáze ve výtisku ve vertikálním řezu

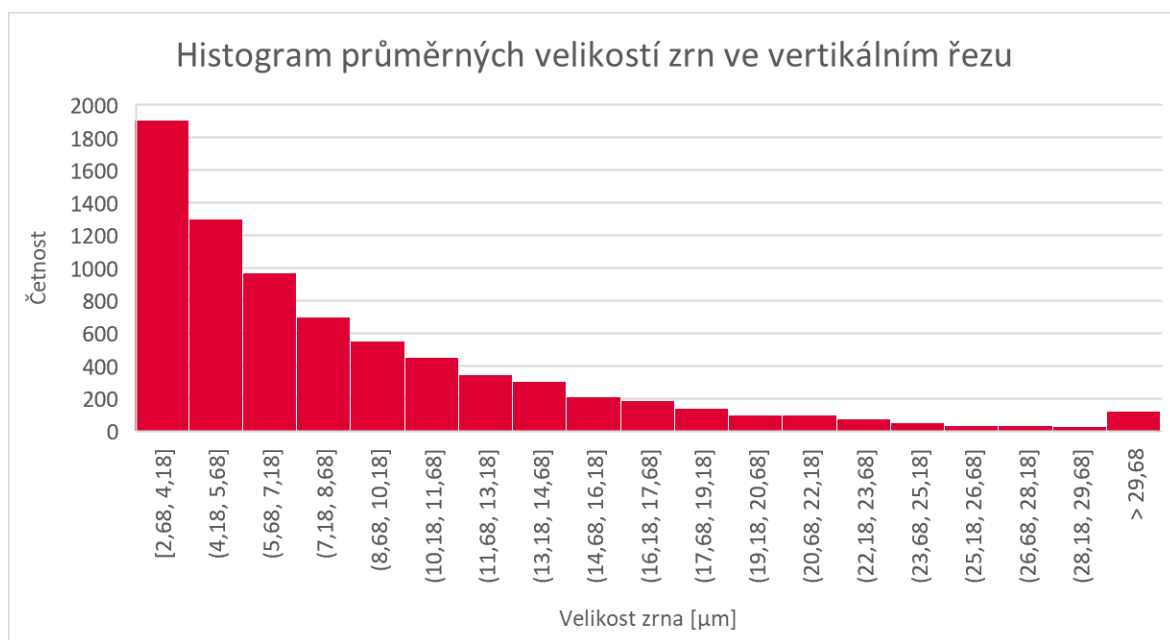


Obr. 5-12 Fáze ve výtisku v horizontálním řezu s detailem

5.6.2 Směrnost zrn



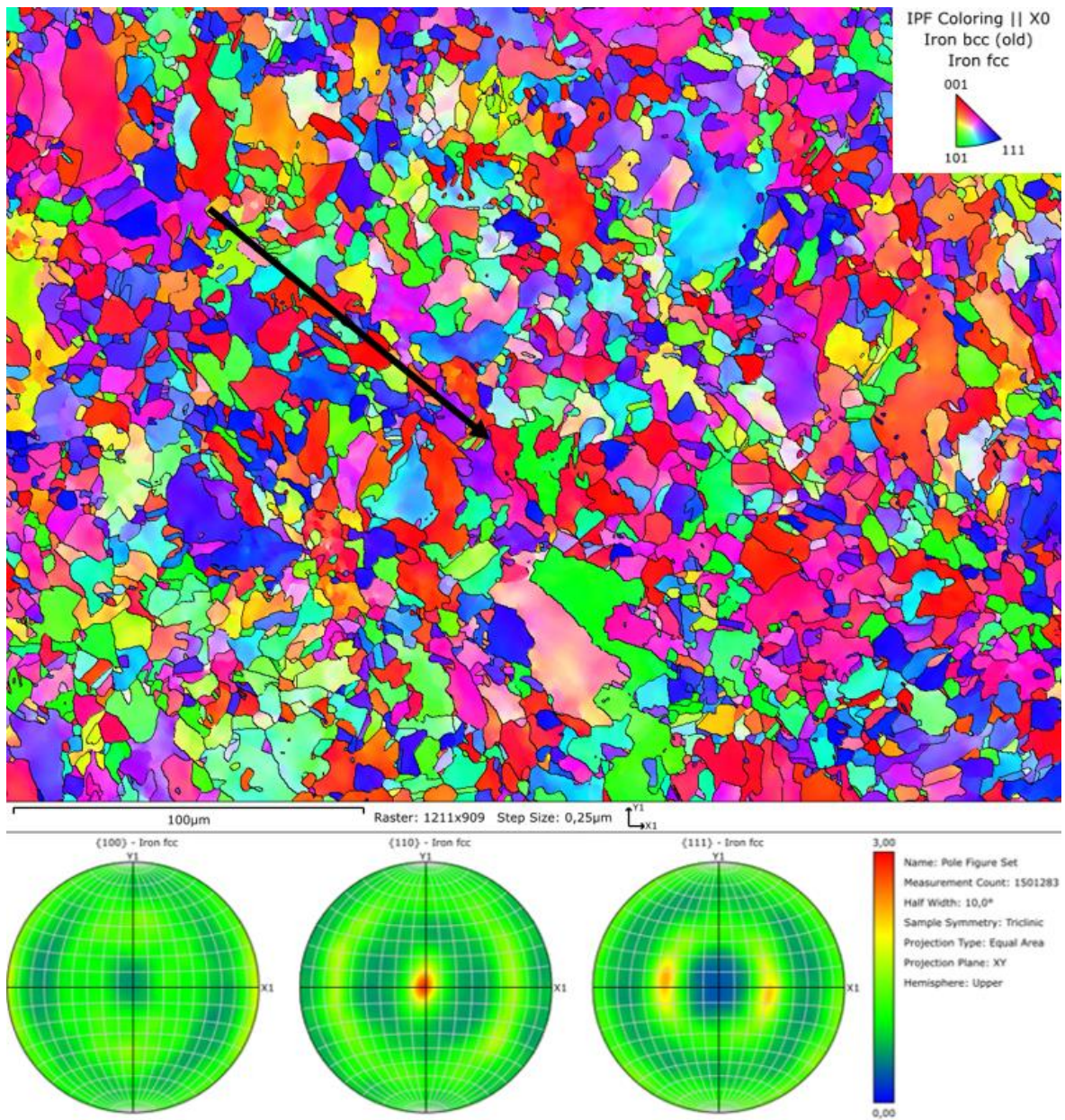
Obr. 5-13 EBSD ve vertikálním řezu



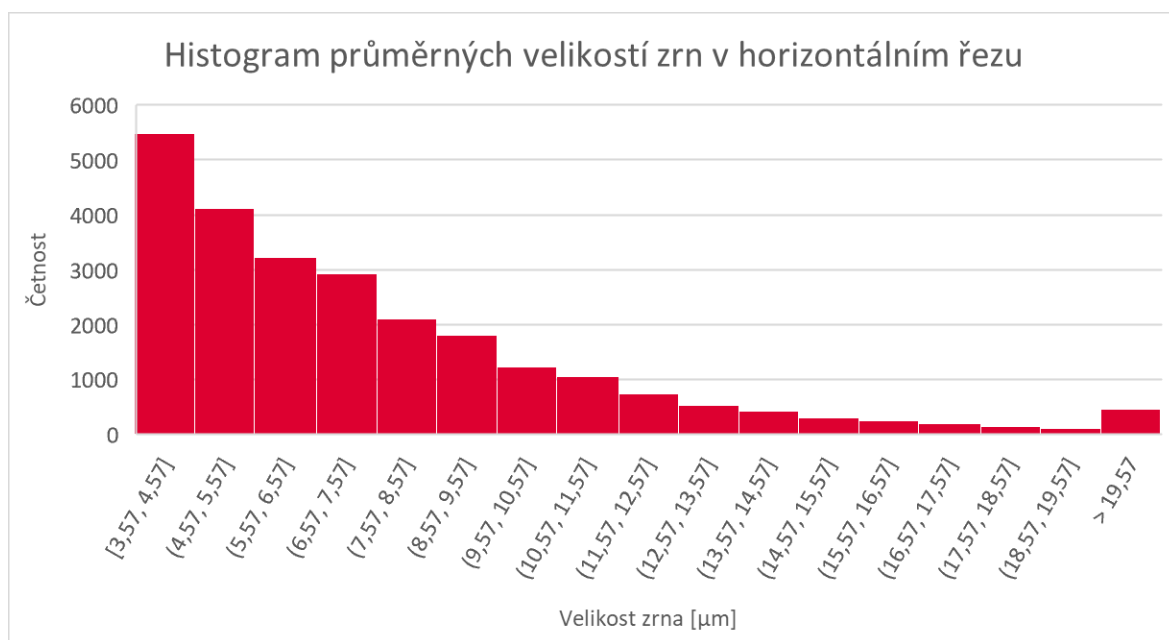
Obr. 5-14 Histogram průměrných velikostí zrn ve vertikálním směru

Na Obr. 5-13 lze vidět směrovost zrn zjištěná pomocí EBSD. Jedná se o vertikální řez neboli řez ve směru stavby vzorku. Je patrné, že zrna jsou prodloužena ve směru stavby s mírným sklonem ke středu melt poolů. Žádná orientace krystalové mřížky není dominantní, jak je patrné z pole figures na Obr. 5-13. Pole figures znázorňují orientaci zrn v prostoru pomocí stereografické projekce.

Průměrná velikost zrn ve vertikálním řezu je 8,7 μm. Obr. 5-14 je znázorněna četnost velikosti zrn. Většina zrn má velikost menší, než je průměrná velikost, což také potvrzuje modus 2,8 μm. Z toho všeho plyne, že velikost zrn je velmi variabilní a mezi dlouhými zrny se nachází velké množství malých zrn.



Obr. 5-15 EBSD v horizontálním řezu



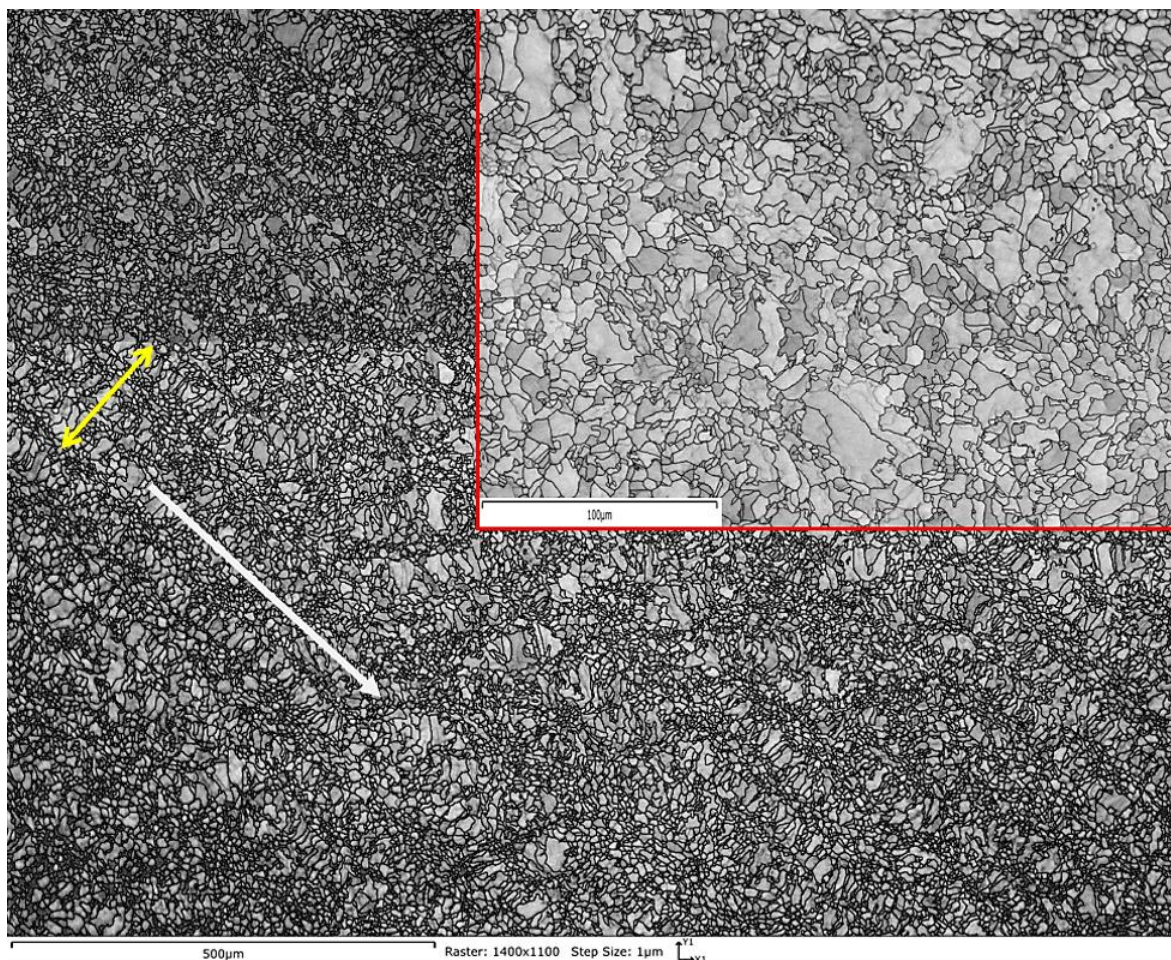
Obr. 5-16 Histogram průměrných velikostí zrn v horizontálním řezu

Obr. 5-15 ukazuje směrovost zrn v horizontálním směru. Černá šipka znázorňuje směr pohybu laseru v dané vrstvě. Nastává zde zajímavý efekt, který je pravděpodobně způsoben re-meltingem a defocusovaným laserem. V místech kudy procházel střed laserového paprsku jsou zrna malá a se zvyšující se vzdáleností od středu paprsku velikost zrn narůstá až do další laserové dráhy. Ve směru kolmém na směr laseru jsou zrna prodloužena. Důvodem je teplotní gradient, který má stejný směr jako směr prodloužení zrna. Směrovost krystalové mřížky je opět velmi homogenní, s výjimkou směru [110], který koresponduje se směrem skenování, a to tak, že prodloužení nastává v rovině řezu a ve směru kolmém na směr skenování. Jelikož se směr skenování otáčí v každé vrstvě o 33° bude se tato směrovost rovněž v každé vrstvě měnit a vzorek jako celek bude homogenní.

Rozložení velikost zrn je na Obr. 5-16. Průměrná velikost zrn v horizontálním řezu $7,6 \mu\text{m}$, což je méně než ve vertikálním řezu. Opět převládají zrna, která jsou menší, než je průměr, což nám dokazuje i modus $3,6 \mu\text{m}$. Z modu je patrné, že zde je rozdíl ve velikosti zrn méně razantní než ve směru vertikálním.

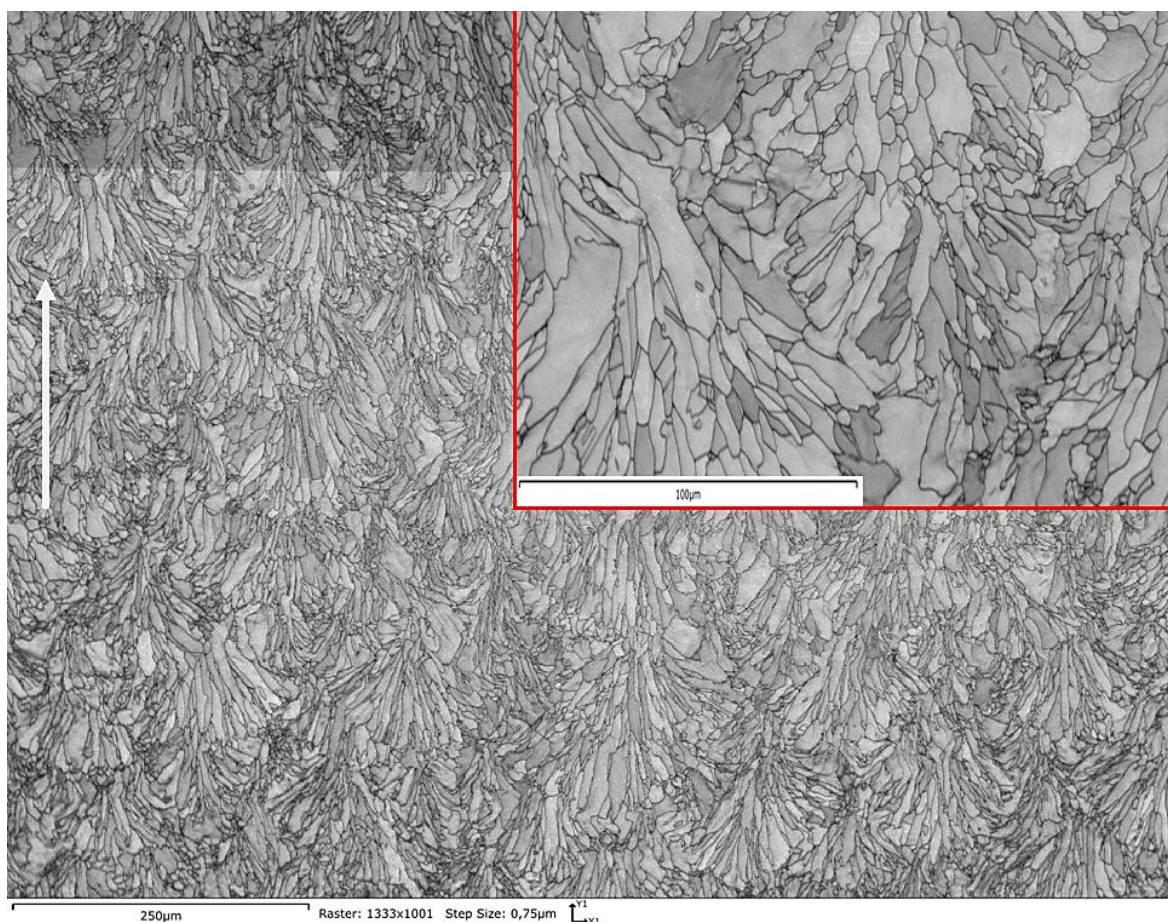
Na Obr. 5-13 a Obr. 5-15 si lze povšimnout, že u větších zrn není barva jednotná, tudíž se i v rámci zrn může měnit směr krystalové mřížky. Tento jev nastává jak v horizontálním, tak ve vertikálním směru.

5.6.3 Mikrostruktura



Obr. 5-17 Mikrostruktura vytisknutého vzorku v horizontálním řezu. Bílá šipka značí směr dráhy laseru, žlutá úsečka značí vzdálenost laserových drah a v červeném rámečku je zobrazen detail

Předchozí analýzy vychází z mikrostruktury z Obr. 5-17 a Obr. 5-18. Na Obr. 5-17 je zobrazena mikrostruktura v horizontální řezu. Žlutá úsečka vyměřuje vzdálenost středu laserových drah a má délku 185 μm , což odpovídá vzdálenosti laserových drah pro re-melting. V červeném rámečku se nachází detail (velikost měřítka pro detail je 100 μm). Na zvětšeném snímku jsou laserové dráhy patrnější než v detailu. Také je patrnější efekt zmenšení velikosti zrn ke středu laserové dráhy. Což je hlavní důvod proč lze rozeznat směr laserových drah. Vlivem re-meltingu došlo k homogenizaci zrn, která nejsou protáhlá ve směru laserových drah, jako tomu bývá u většiny tištěných vzorků.



Obr. 5-18 Mikrostruktura vytisknutého vzorku ve vertikálním řezu s detailem

Obr. 5-18 zobrazuje mikrostrukturu ve vertikálním řezu. Směr stavby (built direction BD) je znázorněn šipkou. I když proběhl re-melting, tak ve vertikálním směru zůstává zachována typická struktura. Lze rozeznat melt pooly, které jsou opět patrnější na zvětšeném snímku. Na rozhraní jednotlivých melt poolů jsou zrna jemnější a absence pórů svědčí o dostatečném překryvu laserových drah. V tomto konkrétním případě o tom, že rozostření laseru -8 μm byl zvolen dostatečný s ohledem na zvýšení vzdáleností drah laseru při re-meltingu z 50 μm na 180 μm .

5.7 Tahová zkouška

V tab. 5-7 jsou výsledky tahové zkoušky, kdy pro každý případ byly použity 4 tahová tělesa. R značí poměr mezi mezí kluzu a pevnosti. Vzorky vyrobené pomocí technologie SLM a vysoustružené do požadovaného tvaru jsou srovnány se vzorky vyrobené z válcovaných plechů a také následně osoustruženy. Vzorky vyrobené z plechů byly válcovány ve směru zatěžování výsledného tahového tělesa.

tab. 5-7 Výsledky tahové zkoušky

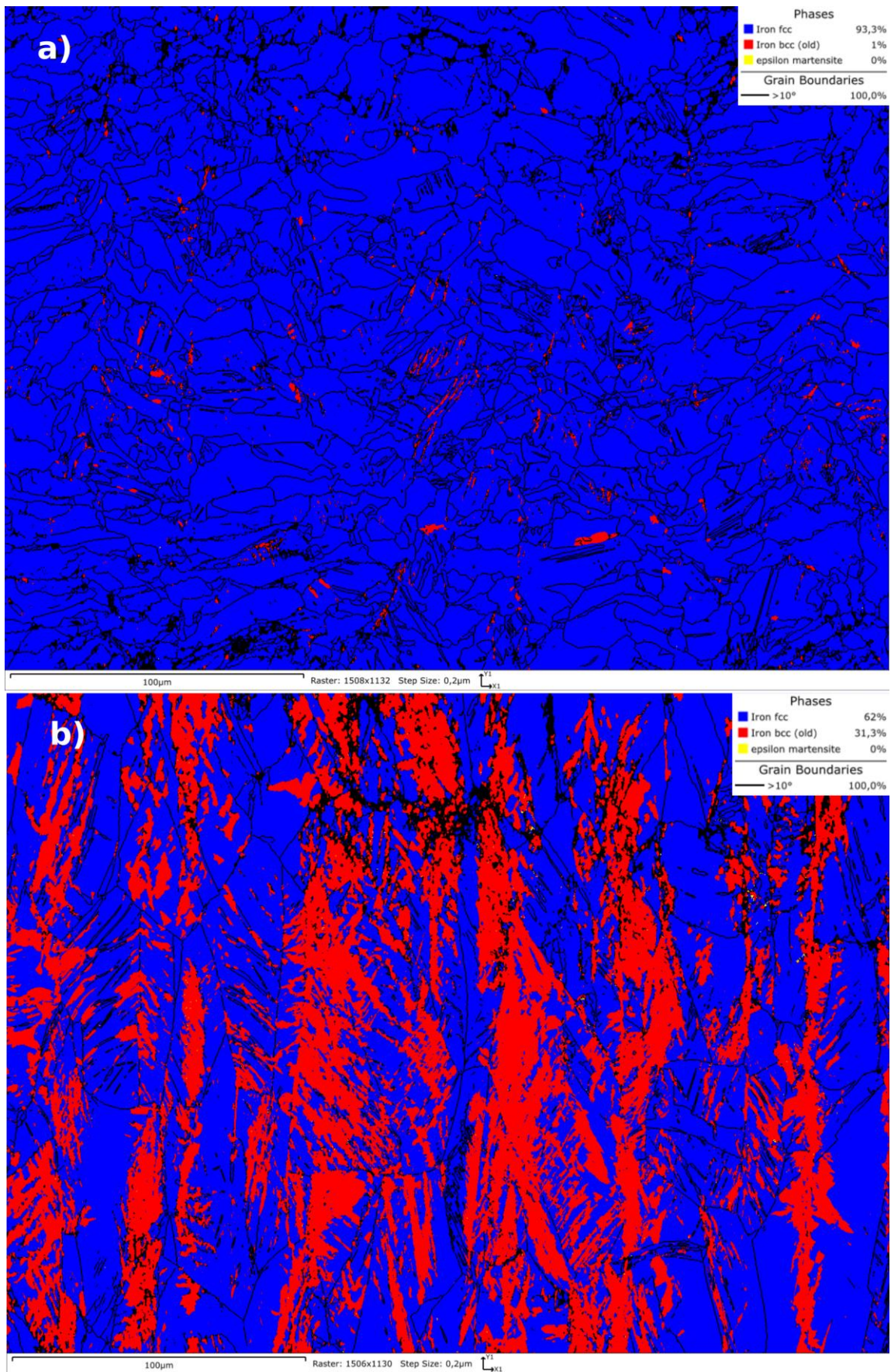
Teplota [°C]	Vzorek	Mez kluzu [MPa]	Mez pevnosti [MPa]	Tažnost [%]	R [-]
23	Plech	265 ± 8	633 ± 3	65 ± 1	0,42
	SLM	601 ± 3	758 ± 5	42 ± 2	0,79
-80	Plech	364 ± 6	1026 ± 3	50 ± 1	0,35
	SLM	642 ± 2	1098 ± 12	45 ± 1	0,58

Jak bylo uvedeno v rešerši ocel 304L běžně dosahuje meze kluzu okolo 205 MPa za pokojových teplot. Hodnoty 265 MPa bylo dosaženo kvůli válcování plechu ze kterého byly vzorky vyrobeny. Pro vzorky vyrobené pomocí SLM bylo dosaženo meze kluzu 601 MPa. S tímto nárůstem meze kluzu došlo také k mírnému nárůstu meze pevnosti, to vše ale za cenu snížení tažnosti. Hodnota tažnosti 42 % pro SLM vzorek se blíží standartům kladených na ocel 304L, ale je zde výrazný pokles oproti vzorkům z plech s tažností 65 %.

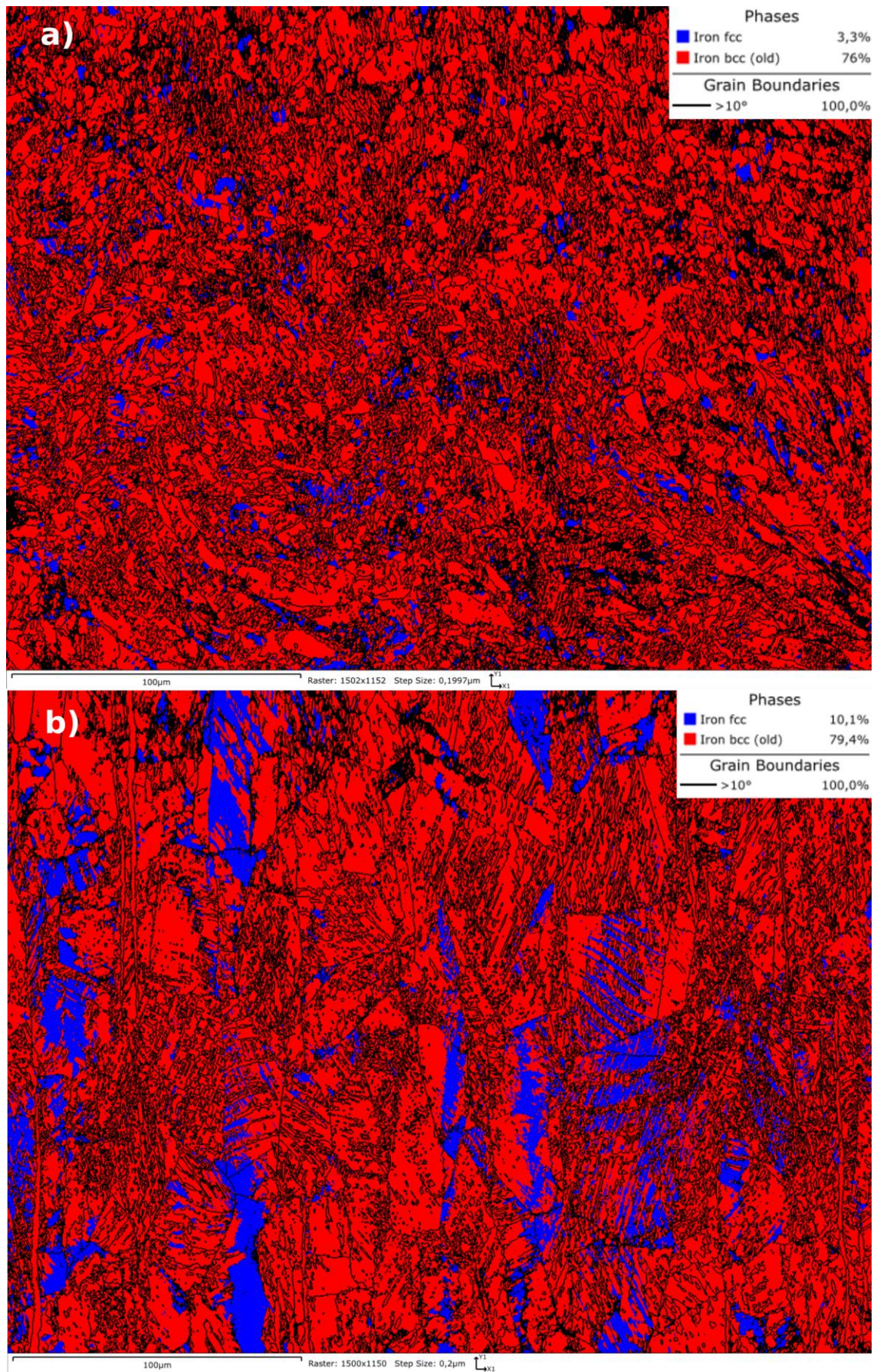
Za teploty -80 °C lze pozorovat zvýšení meze kluzu na 364 MPa a velmi výrazné zvýšení meze pevnosti na 1026 MPa pro vzorky z plechu, což je v souladu s rešerší a předpokladem. Pro vzorky vyrobené pomocí SLM nedošlo k tak výraznému zvýšení meze kluzu (642 MPa) a mez pevnosti s hodnotou 1098 MPa je jen mírně vyšší než pro vzorky z plechu. Překvapivý je mírný růst tažnosti pro SLM vzorky na 45 %.

5.7.1 Mikrostruktura tahových vzorků

Pro přesnější pochopení výsledných mechanických vlastností tahových vzorků je potřeba analyzovat fáze a mikrostrukturu vzorků po tahové zkoušce. Tahové těleso bylo rozříznuto podél osy zatěžování. Dále proběhla analýza lomových ploch.



Obr. 5-19 Obsah fází ve vzorcích po tahové zkoušce za pokojové teploty pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu

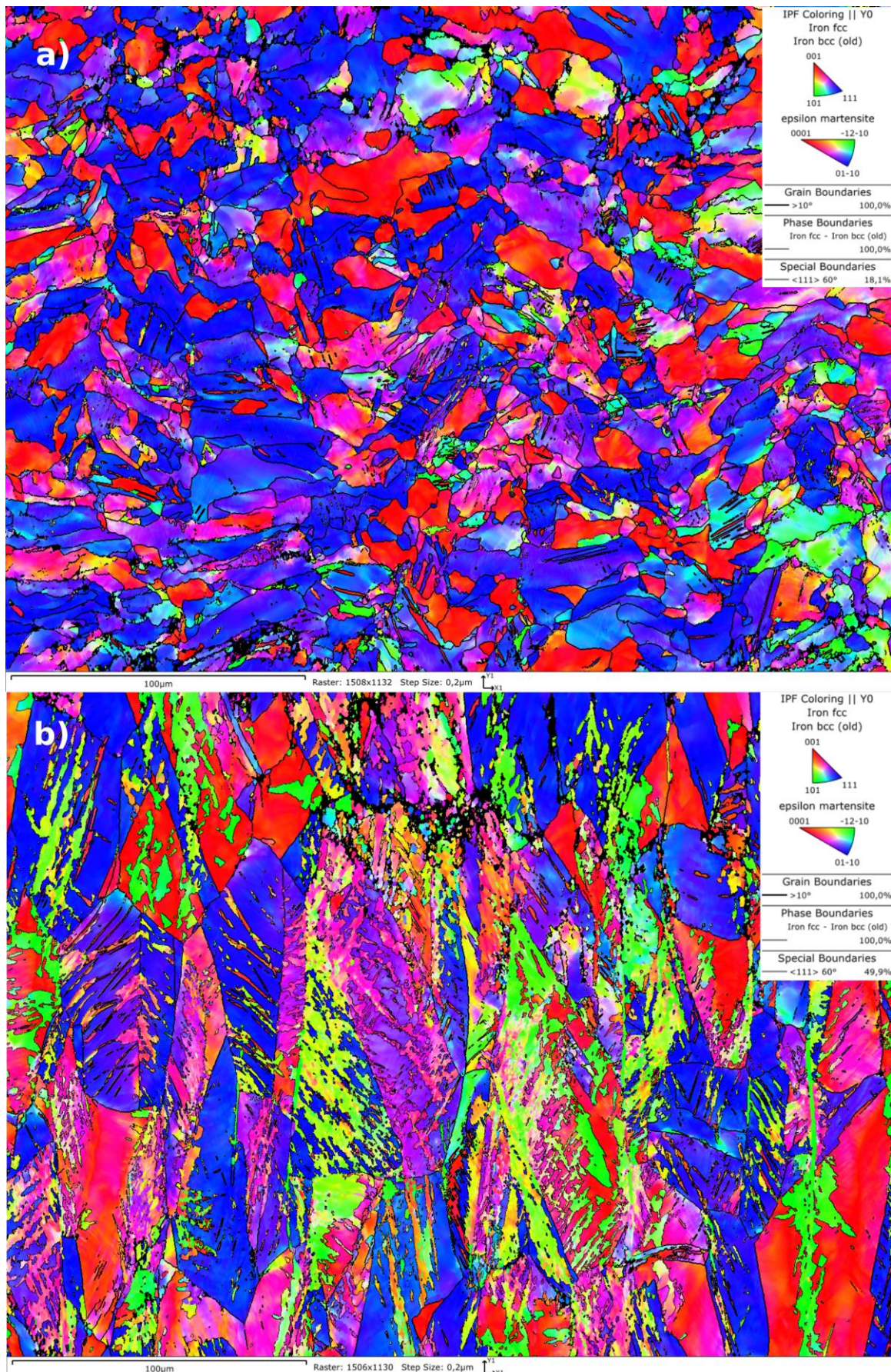


Obr. 5-20 Obsah fází ve vzorcích po tahové zkoušce za teploty -80 °C pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu

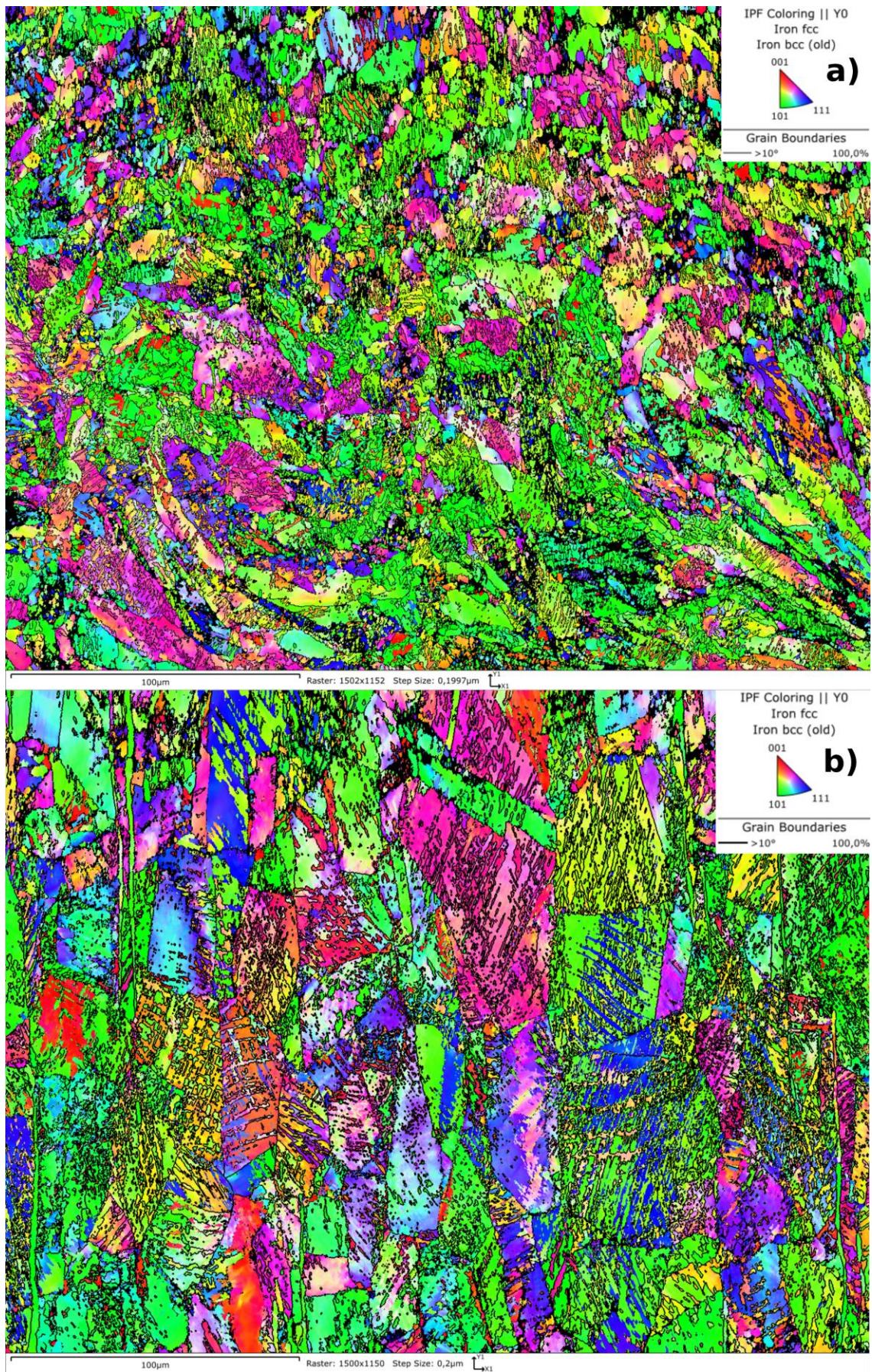
Obr. 5-19 a Obr. 5-20 mapují přítomnost fází v tahových vzorcích ve zdeformované oblasti testovaných za pokojové teploty a teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Červeně je vyznačen α' martenzit a modře austenit. Jelikož se austenit nemění na α' martenzit přímo, ale nejdříve je transformován na ϵ martenzit, je možné zachytit i jeho stopové množství, které je ale pod úrovní 0,1 %. I když má martenzit tetragonální mřížku BCT, v tomto případě vlivem nízkého obsahu uhlíku a rychlé transformace austenitu na martenzit je tetragonalita velmi malá a martenzit je tedy detekován jako BCC mřížka. Pokud sečteme podíl jednotlivých fází nedostaneme 100 %. Zbytek do 100 % zabírají hranice zrn, kde je obtížné detekovat fáze.

Obr. 5-19 a) zachycuje vzorek vyrobený pomocí SLM, u kterého proběhla tahová zkouška za pokojové teploty. Je patrné, že většina struktury je složená z austenitu (93 %) a jen 1 % struktury přetransformovalo na martenzit. Obr. 5-19 b) zachycuje vzorek vyrobený z plechu, opět testovaný za pokojové teploty. Oproti SLM vzorku zůstává ve struktuře podíl martenzitu na 31 %, zatímco na austenit připadá 62 %, čímž je možné vysvětlit vyšší mez kluzu i pevnosti u válcovaného plechu než u standartních vzorků uváděných v rešerši.

Obr. 5-20 zachycuje vzorky testované za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Obr. 5-20 a) zobrazuje vzorek vyroben pomocí SLM a obsahuje 3 % zbytkového austenitu, což je málo. Většina austenitu přetransformovala na α' martenzitu, jehož podíl činí 76 %. Zbýlých 21 % připadá na hranice zrn, což je velmi mnoho a v konečném důsledku to komplikuje srovnání s předchozími vzorky, jelikož tam podíl hranic zrn tvořil jen 6 %. Lze ale takto vysvětlit výrazně vyšší zvýšení meze pevnosti oproti mezi kluzu za pokojové teploty. Při dosažení meze kluzu nedošlo k výrazné deformaci, a tudíž se přeměnila jen část austenitu na martenzit. Zbytek se přeměnil až při vyšší deformacích. Obr. 5-20 b) zachycuje vzorek vyrobený z plechu. Podíl zbytkového austenitu je 10 %, což je výrazně méně než pro vzorek testovaný za pokojové teploty, a přitom podíl hranic zrn zůstává stejný. Podíl α' martenzitu představuje 79 %. Podíl jednotlivých fází je pro SLM vzorek podobný jako pro vzorek z plechu.



Obr. 5-21 EBSD vzorků po tahové zkoušce za pokojové teploty pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu

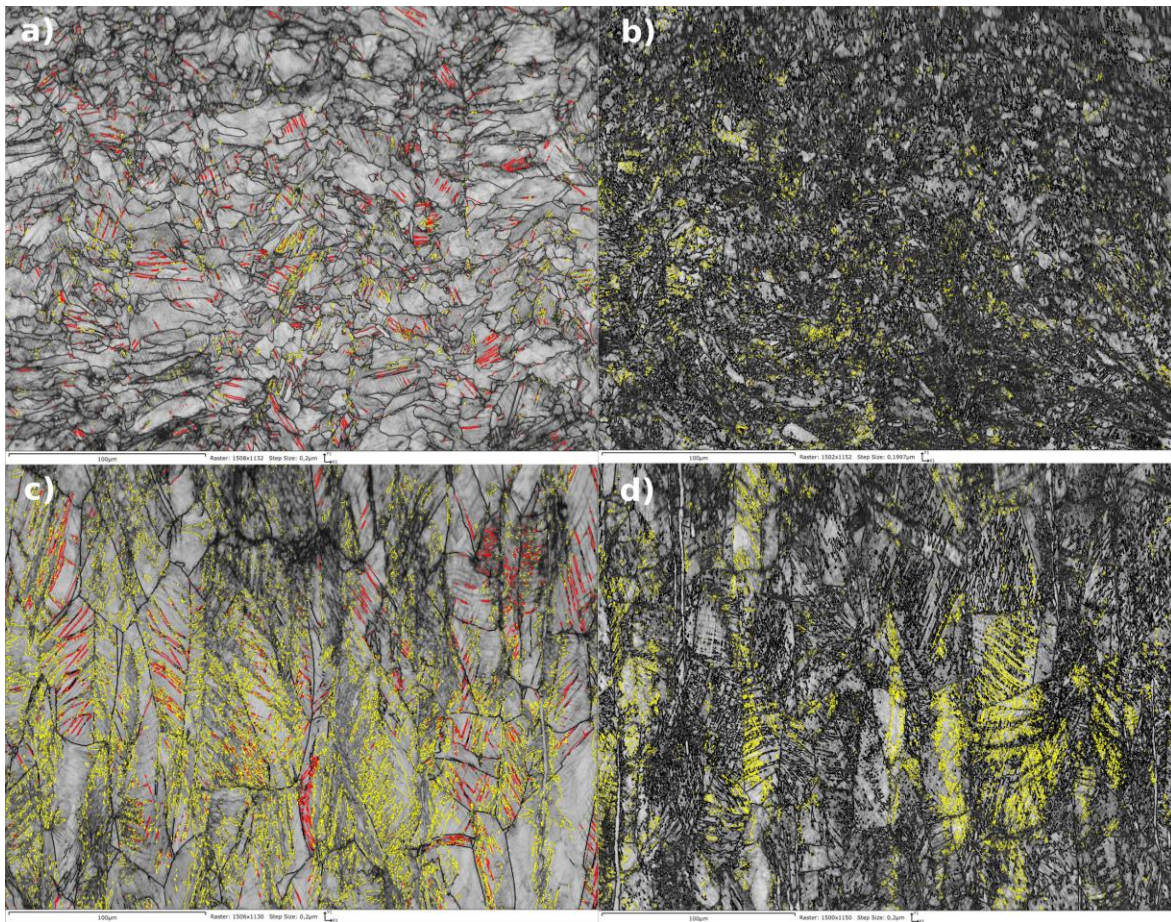


Obr. 5-22 EBSD vzorků po tahové zkoušce za teploty -80 °C pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu

Obr. 5-21 a Obr. 5-22 zobrazují směrovost zrn ve vzorcích po tahové zkoušce. Je jasné patrné, že SLM vzorky mají mnohem menší zrna. U zrn nepřevládá prodloužené v žádném směru a není ani patrná typická struktura pro vzorky vyráběné pomocí SLM technologie. Nejsou viditelné metl pooly ani laserové dráhy. Na druhou stranu u plechových vzorků, které se vyráběly válcováním je jasné patrné prodloužení zrn ve směru válcování.

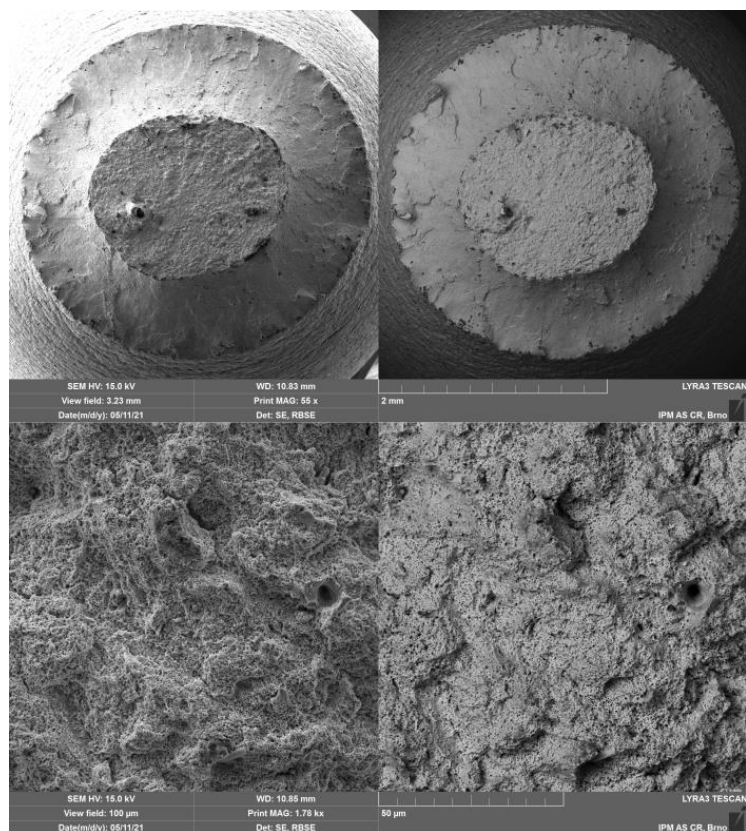
I když pro žádný SLM vzorek není patrná směrovost zrn, tak pro vzorek testovaný za pokojové teploty dominuje směr krystalové mřížky [111], jak je patrné z Obr. 5-21 a). Výrazně jinak vypadá SLM vzorek testovaný za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, jak je možné vidět na Obr. 5-22 a). Převládá směr krystalové mřížky [101], což není překvapivé, jelikož došlo ke změně fáze prakticky v celé struktuře. Silná směrovost krystalové mřížky vypovídá o nenáhodné transformaci martenzitu.

Podobný jev nastává i pro vzorky z plechu. I když pro vzorky testované za pokojové teploty nenastává výrazná dominance krystalové mřížky v žádném směru, viz. Obr. 5-21 a), je patrné, že v místech, kde se vyskytuje martenzit je struktura silně dominantní ve směru [101]. Tento jev se zachovává i u vzorků testovaných za nízkých teplot, kde je struktura opět dominantní ve směru [101]. Což jen potvrzuje teorii, že martenzit nevzniká ve struktuře náhodně.

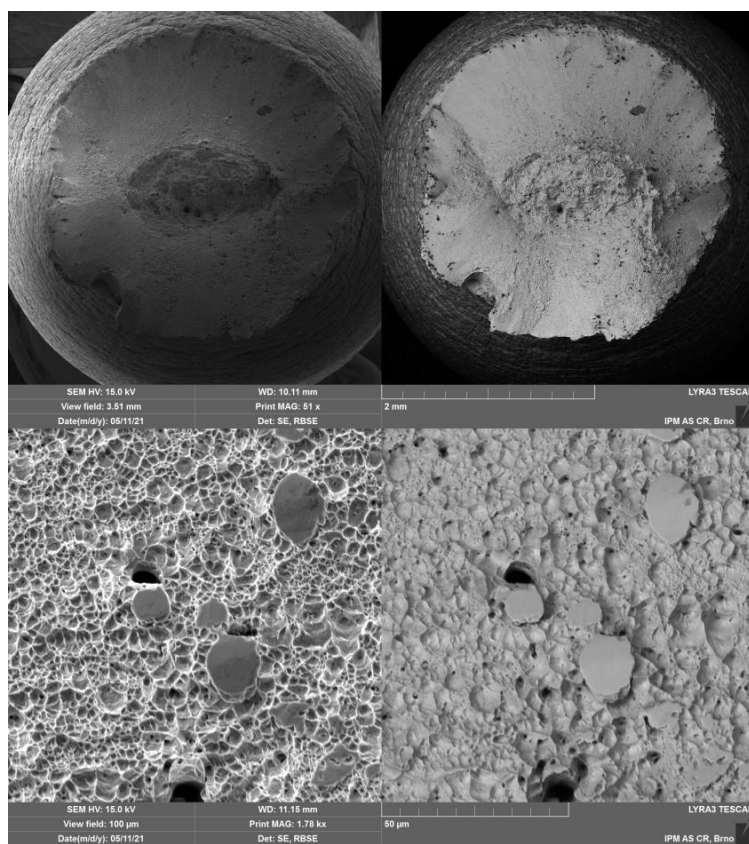


Obr. 5-23 Mikrostruktura znázorňující hranice zrn. Žlutě jsou znázorněny hranice fází a červeně hranice dvojčatění. Jedná se o vzorky a) vyrobené pomocí SLM testované za pokojové teploty, b) vyrobené pomocí SLM testované za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) z plechu testované za pokojové teploty a d) z plechu testované za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$

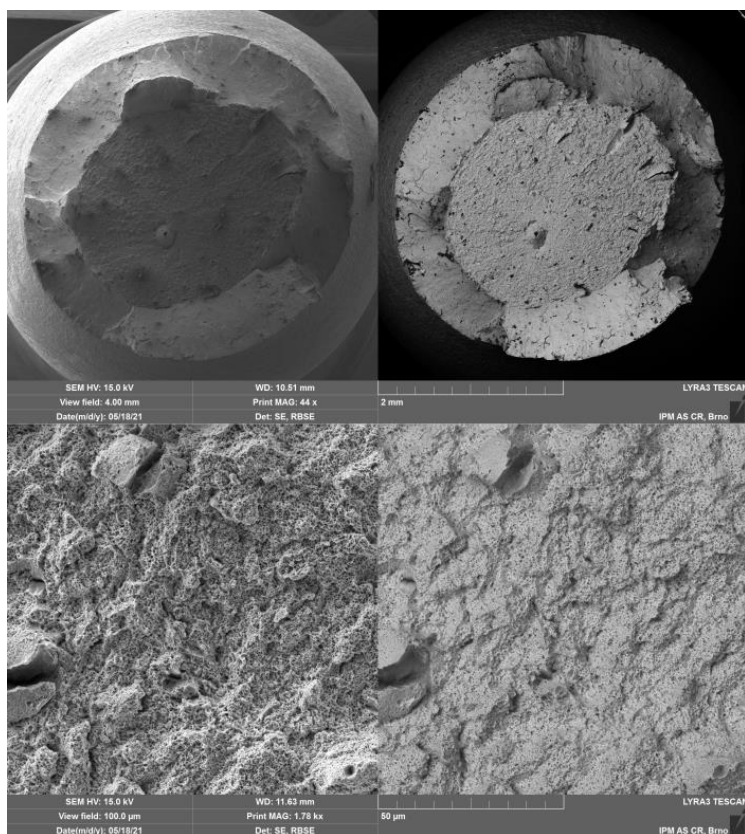
Obr. 5-23 zobrazuje mikrostrukturu vzorků po tahové zkoušce se zvýrazněnými hranicemi zrn. Z Obr. 5-23 c) je patrné, že v reakci na sílu působící na vzorek dochází k deformaci a ke skluzu. Následně dochází k dvojčatění (hranice zobrazeny červeně) a až v konečné fázi dochází k transformaci austenitu na martenzitu, a to primárně v oblasti dvojčat. Je patrné, že dvojčatění a tím pádem i přeměna austenitu na martenzitu nastává v konkrétních místech a směrech. Tento jev byl pozorován už u směrovosti krystalové mřížky. Na Obr. 5-23 b) a Obr. 5-23 d) se již dvojčata prakticky nevyskytují, jelikož byla většina austenitu přeměněna na martenzitu.



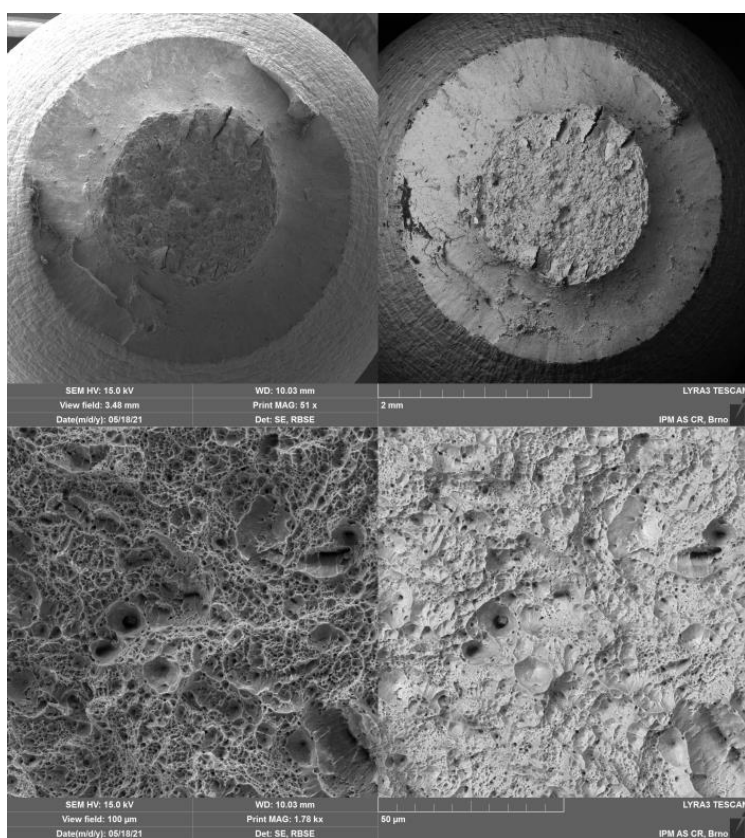
Obr. 5-24 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených pomocí SLM a testovaných za pokojových teplot



Obr. 5-25 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených z plechu a testovaných za pokojových teplot



Obr. 5-26 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených pomocí SLM a testovaných za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$



Obr. 5-27 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených z plechu a testovaných za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$

Obr. 5-24 a Obr. 5-25 zobrazují lomovou plochu tahových těles, kdy tahová zkouška byla provedena za pokojové teploty. Obr. 5-26 a Obr. 5-27 zobrazují lomovou plochu tahových těles, kdy tahová zkouška byla provedena za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Horní snímky každého obrázku zobrazují celý lom v krčku pro každou polovinu tahového tělesa. Zatímco dolní snímky zobrazují detail oblasti krčku.

Pokud srovnáme Obr. 5-24 zobrazující vzorky vyrobené pomocí SLM a Obr. 5-25 zobrazující vzorky z plechu, je na první pohled patrné, že SLM vzorky mají mnohem větší vytáhnutou středovou část krčku, což se shoduje i s vyšší výslednou mezí kluzu. Jak je vidět na detailu, oba vzorky vykazují složitý tažený povrch, ale pro vzorek z plechu je výraznější jamková struktura, ovšem místy z rovnými plochami. Oproti tomu povrch SLM vzorku vykazuje větší počet jemnějších jamek, které nejsou tak vytažené.

Lomové plochy tahových vzorků testované za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ vyrobené pomocí SLM (Obr. 5-26) a vyrobené z plechu (Obr. 5-27) nevykazují tak velké rozdíly jako vzorky za pokojové teploty. Vytáhnutá středová oblast krčku se svým tvarem i velikostí podobají pro oba případy. V obou případech dochází k mírnému ústupu jamkové struktury oproti vzorkům testovaným za pokojové teploty. U vzorku z plechu dochází k zjemnění jamek a u SLM vzorku se objevují rovné oblasti.

5.8 Charpyho nárazová práce

Výsledky vrubové houževnatosti podle Charpyho lze pozorovat v tab. 5-8. Použity byly tělesa s V-vrubem a s rozměry $7,5 \times 10 \times 55\text{ mm}$. Kdy KV značí absorbovanou energii na tělese s V-vrubem a KCV je KV přečítána na obsah plochy pod V-vrubem kvůli srovnání.

Lze pozorovat jasný úbytek houževnatosti se snižující se teplotou, který odpovídá materiálu s tranzitním chováním. Což by nemělo nastávat, jelikož ocel 304L má FCC krystalovou mřížku a přítomnost austenitické fáze v as-built stavu byla potvrzená pomocí EBSD. Pravděpodobně došlo vlivem deformace k transformaci austenitu na martenzit, což musí potvrdit výzkum mikrostruktury.

tab. 5-8 Výsledky Charpyho nárazové práce

Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	KV [J]	KCV [J/cm^2]
23	104 ± 1	189 ± 2
-80	49 ± 6	88 ± 11
-196	$22 \pm 0,5$	40 ± 1

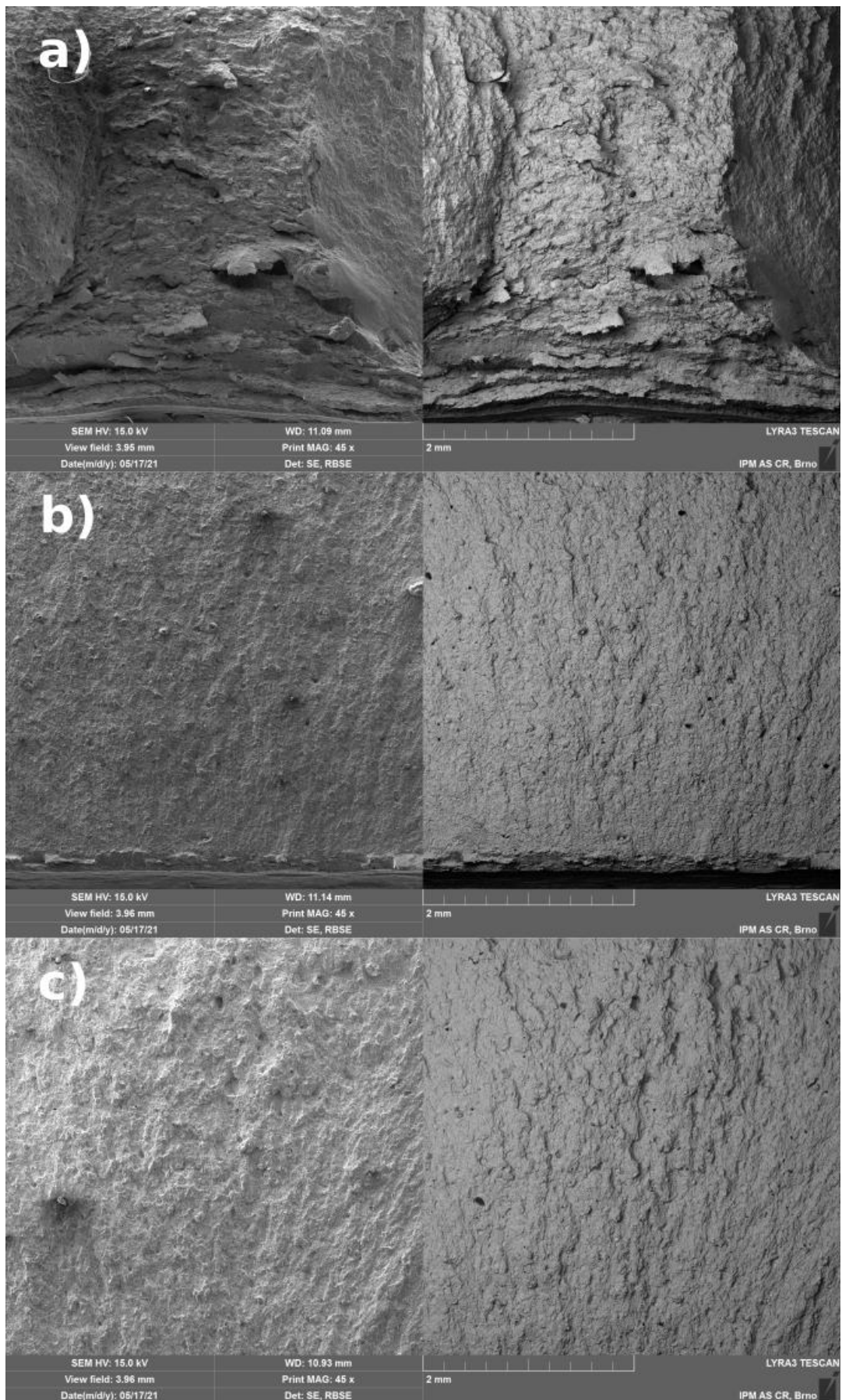
5.8.1 Mikrostruktura Charpyho těles

Pro vysvětlení chování zkušební těles bylo potřeba vyhodnotit mikrostrukturu po přeražení. Vzhledem k náročnosti vyhodnocování pomocí EBSD byla zvolena metoda určení fází pomocí feritoskopu. Použit byl feritoskop FMP30 od firmy Helmut Fisher. Toto zařízení je určeno pro přesné měření feritické fáze s BCC mřížkou, ale lze využít i pro určení podílu martenzitu. Martenzit má totiž mřížku BCT s malou tetragonalitou a má podobné magnetické vlastnosti jako ferit.

Pomocí feritoskopu bylo zjištěno, že na celém povrchu každého tělesa se nachází asi 0,5 % magnetické fáze, což značí martenzit. To je způsobeno nejspíše tím, že tělesa byly obráběné, a tak došlo k deformacím na povrchu, které měly za příčinu transformaci tenké vrstvy austenitu na martenzit. Při proměření podílu magnetické fáze v oblasti V-vrubu bylo naměřeno zvýšené množství magnetické fáze. Pro vzorky přeražené za pokojové teploty bylo v oblasti V-vrubu naměřeno $2,5 \pm 0,06$ % magnetické fáze neboli martenzitu. Pro vzorky přeražené za teploty -80 °C bylo naměřeno $12,9 \pm 0,26$ % martenzitu a pro teploty -196 °C bylo naměřeno $12,3 \pm 0,20$ % martenzitu.

Vyšší podíl martenzitu za snížené teploty má za následek snížení houževnatosti testovacích těles. I když je rozdíl v podílu martenzitu u teplot -80 a -196 °C minimální a nedochází k nárůstu, tak martenzit podléhá křehkému lomu a tudíž celková houževnatost klesá s klesající teplotou.

Obr. 5-28 zobrazuje detaily lomové plochy Charpyho těles pod V-vrubem. Obr. 5-28 a) ukazuje lomovou plochu pro těleso přeražené za teploty 23 °C. Lom je jasně tvárný, což odpovídá výsledná absorbovaná energie. Obr. 5-28 b) a c) zobrazuje lomovou plochu pro tělesa přeražená za teplot -80 °C a -196 °C a je vidět pokles tvárnosti materiálu a lom je štěpný.



Obr. 5-28 Detail lomové oblasti pod V-vrubem pro Charpyho tělesa za teploty a) 23 °C b) -80 °C c) -196 °C

6 DISKUZE

Vhodnými oceli pro kryogenické aplikace s ohledem na 3D tisk jsou oceli 304, 316 a jejich modifikace. A to proto, že se jedná o austenitické nerezové oceli, které vykazují tvárný lom i za kryogenních teplot a zároveň jsou běžně dostupné ve formě kovového prášku.

Pro dosažení nízké pórovitosti bylo potřeba zvolit vhodné procesní parametry. Jako hraniční hodnota pórovitosti byla zvolena hodnota 0,5 %. Pomocí souběžné studie a rešerše byly vybrány parametry: výkon laseru 220 W, skenovací rychlost 1200 mm/s, vzdálenost laserových drah 0,05 mm a výška vrstvy 0,05 mm. Pro vlastní ověření pórovitosti byl proveden experiment zkoumající vliv pozice vzorků na platformě a vliv silnějšího dmychadla pro cirkulaci dusíkové atmosféry. Bylo dosaženo pórovitosti pod 0,5 % u 29 vzorků z 30. Vliv dmychadla se ukázal jako problémový. Došlo sice ke snížení pórovitosti o 55 % pro polovinu platformy blíže vstupu atmosféry, ale zároveň došlo ke zvýšené pórovitosti o 118 % na druhé polovině platformy, která byla dále od vstupu atmosféry. S těmito zjištěními se nedoporučuje dmychadlo používat.

Dále byla u vybraných parametrů zjištěna podpovrchová porozita. Ta byla odstraněna úpravou skenovací strategie z parallel tak, že v každé vrstvě docházelo k rotaci vektorů o 90° oproti vrstvě přechozí. Navíc bylo vynecháno skenování kontur, takže zůstaly jen skenování okrajů a výplně. Při těchto úpravách byla dosažena pórovitost 0,1 % pro krychli o délce hrany 10 mm.

Dalším krokem byl tisk tahových tělísek, u kterých byla pozorována pórovitost jak ve vertikálním, tak v horizontálním směru. Zde došlo oproti krychlím k výrazné změně. Pórovitost se překvapivě zvýšila na $4,6 \pm 1$ %. Tato změna je nejspíše způsobena změnou teplotní charakteristiky dílu. Pro snížení pórovitosti bylo provedeno několik změn. Úhel rotace vrstev vzhledem k přechozím vrstvám byl změněn z 90° na 33° a ke každé vrstvě byl přidán re-melting. Směr laserových drah laseru je kolmý k prvnímu tavení vrstvy a parametry re-meltingu jsou: Výkon laseru 300 W, rychlost laseru 600 mm/s, vzdálenost drah 0,18 mm a rozostření laseru -8 mm. Takto bylo dosaženo pórovitosti pod 0,01 %, tudíž výsledná hustota výtisku byla vyšší než 99,9 %.

S těmito parametry se přešlo k tisku těles na tahovou zkoušku. Předtím ještě proběhlo vyhodnocení mikrostruktury. Hou v mikrostruktuře pozoroval výskyt feritu (4 %) i sigma fáze (0,4 %) [29]. U vzorků zkoumaných v této práci se ferit ani sigma fáze nevyskytovaly. Což bylo nejspíše způsobeno právě re-meltingem, díky kterému docházelo k pomalejšímu chladnutí. Ve vertikálním řezu byla typická mikrostruktura s podlouhlými zrnými mírně natočenými ke středu melt poolů. Mimo tato podlouhlá zrna se na rozhraní laserových drah nachází větší množství malých zrn, ale krystalografická orientace je homogenní. V horizontálním řezu je díky re-meltingu složitější pozorovat laserové dráhy. Nastává zde efekt prodloužení zrn ve směru kolmém na směr skenování laseru. Opět je patrné, že na rozhraní laserových drah se vyskytuje větší množství malých zrn. Průměrná velikost zrn je ve vertikálním řezu 8,7 μm a v horizontálním řezu 7,6 μm . Pozorovaná velikost zrn je menší než je uváděna ostatními autory [29, 53] což může mít za následky změnu mechanických vlastností, zejména zvýšení meze kluzu.

Pro vyhodnocení mechanických vlastností proběhla tahová zkouška, a to za pokojové teploty a teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Vzorky vyrobené pomocí SLM technologie vykazují mez kluzu 601 MPa za pokojové teploty a 642 MPa za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tyto výsledky nejsou překvapivé a shodují se s ostatními studii [29, 32, 33]. Důvodem jen mírného nárůstu meze kluzu je, že k přeměně austenitu na martenzit dochází vlivem deformace a pro dosažení meze kluzu nedochází k významné deformaci. Naopak mez pevnosti už vykazuje vysokou deformaci, což potvrzuje i její zvýšení z 758 MPa na 1098 MPa za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bylo dosaženo tažnosti až 42 % za pokojové teploty a 45 % za snížené teploty. Ve srovnání se vzorky plechu bylo pro mez kluzu i pevnosti dosaženo vyšších výsledků. Mez kluzu pro vzorky z plechu za pokojové teploty a za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ dosahovala 265 a 364 MPa a mez pevnosti 633 MPa a 1026 MPa. Vyšších hodnot oproti standartním vzorkům bylo dosaženo vlivem deformace a následné částečné transformace austenitu na martenzit způsobené válcováním plechů. Tažnost pro vzorky z plechu je vyšší a dosahuje hodnot 65 % za pokojové teploty a snižuje se na 50 % za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Mikrostruktura SLM vzorku získaná pomocí EBSD vykazuje jen 1 % výskyt martenzitu pro tahové těleso testované za pokojové teploty. Což se změnilo pro tahovou zkoušku za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, kdy podíl martenzitu ve struktuře vzrostl na 76 %. Ve struktuře ovšem zůstaly jen 3 % austenitu, což ze zbylých 21 % činí oblast hranic zrn, kde fáze nelze rozeznat. Martenzit byl také zjištěn ve vzorku z plechu a to 31 % i pro vzorky testované za pokojové teploty, což ale není překvapivé vzhledem k tomu, že plech byl válcovaný. Pro vzorky testované za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ tvoří martenzit většinovou fázi ve struktuře, ovšem podíl zbytkového austenitu zůstává na 10 %. Což je více než v případě SLM vzorků. To by také mohlo vysvětlit nižší mez pevnosti a také to potvrzuje druhou hypotézu.

Výsledná martenzitická struktura vykazuje výraznou směrovost krystalové mřížky ve směru [101], což je způsobeno způsobem vzniku martenzitu v oblasti dvojčat. Dále je patrné, že struktura po tahové zkoušce u SLM vzorků má homogenní strukturu, zatímco zrna vzorků z plechu jsou protažená ve směru válcování a zároveň je patrné, že SLM vzorky mají menší zrna, což je také důvod jejich vyšší meze kluzu. Což potvrzuje první vyslovenou hypotézu.

Překvapivé jsou výsledky houževnatosti podle Charpyho pro tělesa s V-vrubem. Absorbovaná energie 104 J za pokojové teploty pro vzorky vyráběné pomocí technologie SLM je ve shodě s ostatními studii [44, 45]. Překvapivý je následný výrazný pokles houževnatosti za snižujících se teplot. Pro teplotu $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ vyšla absorbovaná energie 49 J a za teploty $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ jen 22 J. Výsledky naznačují deformaci s přechodem z houževnatého na křehký lom. Následná analýza výskytu fází pomocí feritoskopu potvrdila zvýšený výskyt martenzitu v oblasti V-vrubu. Vzorky přeražené za pokojové teploty vykazovaly jen 2,5 % martenzitu a jednalo se o tvárný lom. Ovšem pro vzorky testované za teplot -80 a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ výskyt martenzitu vzrostl na 12 a 13 % a výsledný lom byl štěpný. Tento rozdíl oproti studovaným výsledkům může být způsoben výskytem pórů, kdy při vzniku martenzitu mohou póry zapříčinit snadnější vznik koncentrátorů napětí. Dalším důvodem může být rozdílná mikrostruktura výtisku. Oba důvody mají původ v SLM technologii.

7 ZÁVĚR

Úkolem této práce bylo stanovit vhodné procesní parametry nerezové oceli 304L pro SLM technologii a následně stanovit mechanické vlastnosti a mikrostrukturu této oceli za pokojových až kryogenních teplot a výsledky porovnat se ocelí vyráběnou konvenčními metodami. Hlavní cíl i všechny dílčí cíle této práce byly splněny.

Jako vhodné nerezové oceli zpracované technologií SLM a využitelné za kryogenních podmínek byly vybrány oceli 304, 316 a jejich modifikace.

Pro ocel 304L bylo na stroji SLM 280^{HL} dosaženo porozity menší než 0,5 % pro testovací krychle za použití procesních parametrů: výkon laseru 220 W, rychlost skenování 1200 mm/s, tloušťka vrstvy 50 μm , vzdálenost laserových drah 50 μm a skenovací strategie parallel. Pozorovaná podpovrchová porozita byla eliminována odstraněním kontur a také vzájemnou rotací vektorů jednotlivých vrstev o 33°. Jelikož po přechodu z testovacích krychlí na velkoobjemové vzorky došlo k náhlému zvýšení porozity, tak byl použit re-melting každé vrstvy, s tím, že vektory re-meltingu jsou natočeny oproti přechozímu skenování o 90°. Díky těmto změnám se podařilo dosáhnout porozity nižší než 0,01 %.

Vlivem re-meltingu došlo ke změně typické mikrostruktury výtisků. Ve vertikálním řezu byly standartně patrné melt pooly, ale v horizontálním řezu chyběla typická struktura, která zvýrazňovala laserové dráhy a docházelo k protahování zrn ve směru skenování. Místo toho byla ve středu laserových drah velmi jemná zrna a s rostoucí vzdáleností od středu laserových drah docházelo k prodlužování zrn ve směru kolmém na laserové dráhy. Mikrostruktura takto vyrobených dílů obsahovala pouze austenitickou fázi s jemnozrnnou strukturou. Směrovost krystalové mřížky byla převážně homogenní s jediným výrazným směrem, a to v horizontální rovině kolmo na skenovací dráhy laseru.

Výsledky tahové zkoušky za pokojové teploty pro SLM vzorky vykazují mez kluzu 601 MPa což je více než dvojnásobek oproti konvenčně vyráběným dílům. Dosažená mez pevnosti byla 758 MPa což je zvýšení o 20 %. Jediným problémem byla snížená tažnost na 42 %. U těchto vzorků bylo ve struktuře objeveno jen 1 % martenzitu. U tahové zkoušky za teploty -80 °C došlo k mírnému zvýšení meze kluzu o 7 % na výsledných 642 MPa a k výraznému zvýšení meze pevnosti o 45 % na hodnotu 1098 MPa za zachování tažnosti 45 %. Při porovnání s konvenčně vyráběným vzorkem došlo za teploty -80 °C k vyrovnání meze pevnosti, ale mez kluzu je stále výrazně vyšší, a to až o 76 %. Mikrostruktura za těchto teplot vykazuje podíl martenzitu minimálně 76 % a výsledná martenzitická struktura má výraznou směrovost ve směru [101].

Výsledky měření houževnatosti podle Charpyho vykazují výrazné odchylky oproti očekávanému chování. Pro těleso V-vrubem bylo absorbovaná práce 104 J ale s klesající teplotou klesala i absorbovaná práce. Za teploty $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ dosahovala 49 J a za teploty $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ už jen 22 J. Což naznačuje tranzitní chování a S-křivku. Tyto výsledky jsou pro austenitickou ocel netypické. Vysvětlení lze částečně nalézt v podílu fází pod V-vrubem. Za pokojové teploty je podíl martenzitu pouhých 2,5 % a lom byl tvárný, ale za teplot -80 a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ výskyt martenzitu vzrostl na 12 a 13 % a výsledný lom byl štěpný.

Kvůli překvapivým výsledkům oceli 304L v oblasti houževnatosti za kryogenních teplot by se další výzkum měl zaměřit na proměření za širšího spektra teplot a detailně analyzovat mikrostrukturu. Dále by bylo vhodné srovnat díly vyráběné pomocí re-meltingu i bez něj. Tahová zkouška vykazovala výborné vlastnosti tisknutých dílů, a i když tažnost poklesla stále dosahuje dostatečných hodnot.

8 BIBLIOGRAFIE

- [1] ISSM. *Stainless Steel in Figures 2019*. 2019. Dostupné z: https://www.worldstainless.org/Files/issf/non-imagefiles/%0APDF/ISSF_Stainless_Steel_in_Figures_2019_English_public_version.pdf
- [2] CZARKOWSKI, P., A.T. KRAWCZYNSKA, R. SLESINSKI, T. BRYNK, J. BUDNIAK, M. LEWANDOWSKA a K.J. KURZYDŁOWSKI. Low temperature mechanical properties of 316L type stainless steel after hydrostatic extrusion. *Fusion Engineering and Design*. 2011, roč. 86, č. 9–11, s. 2517–2521. ISSN 09203796.
- [3] ČÍHAL, Vladimír. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. 1. vyd. Praha: Academia, 1999. ISBN 80-200-0671-0.
- [4] BARTONÍČEK, Ronert. *Koroze a protikorozi ochrana kovů*. 1. vyd. Praha: Academia, 1966.
- [5] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [6] SOURMAIL, T.H. K. D. H., Bhadeshia. *Stainless steels*. 2008.
- [7] The Schaeffler and DeLong diagrams for predicting ferrite levels in austenitic stainless steel welds. *BRITISH STAINLESS STEEL ASSOCIATION*.
- [8] CDANG. *Diagramme schaeffler soudure*. B.m.: Wikipedie, 2009. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Diagramme_schaeffler_soudure.svg
- [9] SALUJA, Rati a KM MOEED. Formation, Quantification and Significance of Delta Ferrite for 300 Series Stainless Steel Weldments. *International Journal of Engineering Technology, Management and Applied Sciences*. 2015, roč. 3, č. September 2015, s. 23–36.
- [10] Druhy nerezové oceli a příklady jejího užití. *Fasteners CZ*. Dostupné z: <https://www.fasteners-cz.cz/druhy-nerezove-oceli-priklady-jejeho-uziti>
- [11] MOURITZ, Adrian P, ed. 19 - Fracture toughness properties of aerospace materials. In: Adrian P MOURITZ, ed. *Introduction to Aerospace Materials*. B.m.: Woodhead Publishing, 2012, s. 454–468. ISBN 978-1-85573-946-8. Dostupné z: doi:
- [12] MORRIS, John W. a Shahjahan MRIDHA. Cryogenic Steels ☆. In: *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. B.m.: Elsevier, 2018, s. 1849–1851. Dostupné z: doi:
- [13] SCHLEIFENBAUM, H., W. MEINERS, K. WISSENBACH a C. HINKE. Individualized production by means of high power Selective Laser Melting. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*. 2010, roč. 2, č. 3, s. 161–169. ISSN 17555817.
- [14] MORITZ, Tassilo a Saeed MALEKSAEEDI. Additive manufacturing of ceramic components. In: *Additive Manufacturing*. 2018, s. 105–161. ISBN 9780128121559. Dostupné z: doi:
- [15] SPIERINGS, A.B., LEVY, G., KONRAD, Wegener. Designing material properties locally with additive manufacturing technology SLM. In: *ETH Zurich Research Collection*. 2014, s. 12–19. ISBN 8610828378018.

- [16] HANZL, Pavel, Miroslav ZETEK, Tomáš BAKŠA a Tomáš KROUPA. The influence of processing parameters on the mechanical properties of SLM parts. *Procedia Engineering*. 2015, roč. 100, č. January, s. 1405–1413. ISSN 18777058.
- [17] YANG, Jingjing, Yun WANG, Fangzhi LI, Wenpu HUANG, Guanyi JING, Zemin WANG a Xiaoyan ZENG. Weldability, microstructure and mechanical properties of laser-welded selective laser melted 304 stainless steel joints. *Journal of Materials Science and Technology*. 2019, roč. 35, č. 9, s. 1817–1824. ISSN 10050302.
- [18] DE SOUZA, Adriano Fagali, Kassim S. AL-RUBAIE, Sabrina MARQUES, Bruno ZLUHAN a Edson Costa SANTOS. Effect of laser speed, layer thickness, and part position on the mechanical properties of maraging 300 parts manufactured by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, roč. 767, č. August, s. 138425. ISSN 09215093.
- [19] GUAN, Kai, Zemin WANG, Ming GAO, Xiangyou LI a Xiaoyan ZENG. Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel. *Materials & Design*. 2013, roč. 50, s. 581–586. ISSN 02613069.
- [20] JHABVALA, Jamasp, Eric BOILLAT, Thibaud ANTIGNAC a Rémy GLARDON. On the effect of scanning strategies in the selective laser melting process. *Virtual and Physical Prototyping*. 2010, roč. 5, č. 2, s. 99–109. ISSN 1745-2759.
- [21] HUANG, Weibo, Yimin ZHANG, Weibing DAI a Risheng LONG. Mechanical properties of 304 austenite stainless steel manufactured by laser metal deposition. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, roč. 758, č. February, s. 60–70. ISSN 09215093.
- [22] KRUTH, J. P., M. BADROSSAMAY, E. YASA, J. DECKERS, L. THIJS a J. VAN HUMBEECK. Part and material properties in selective laser melting of metals. *16th International Symposium on Electromachining, ISEM 2010*. 2010, s. 3–14.
- [23] LADEWIG, Alexander, Georg SCHLICK, Maximilian FISSER, Volker SCHULZE a Uwe GLATZEL. Influence of the shielding gas flow on the removal of process by-products in the selective laser melting process. *Additive Manufacturing*. 2016, roč. 10, s. 1–9. ISSN 22148604.
- [24] JAKUB, Somora. *Úprava cirkulačního okruhu inertní atmosféry 3D tiskárny SLM 280HL*. B.m., 2020. Vysoké učení technické v Brně.
- [25] YASA, E. a J-P. KRUTH. Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting. *Procedia Engineering*. 2011, roč. 19, s. 389–395. ISSN 18777058.
- [26] SPIERINGS, A.B., M. SCHNEIDER a R. EGGENBERGER. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. *Rapid Prototyping Journal*. 2011, roč. 17, č. 5, s. 380–386. ISSN 1355-2546.
- [27] TOLOSA, Itziar, Fermín GARCIANDÍA, Fidel ZUBIRI, Fidel ZAPIRAIN a Aritz ESNAOLA. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2010, roč. 51, č. 5–8, s. 639–647. ISSN 0268-3768.

- [28] SHIFENG, Wen, Li SHUAI, Wei QINGSONG, Chunze YAN, Zhang SHENG a Shi YUSHENG. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. *Journal of Materials Processing Technology*. 2014, roč. 214, č. 11, s. 2660–2667. ISSN 09240136.
- [29] HOU, Juan, Wei CHEN, Zhuoer CHEN, Kai ZHANG a Aijun HUANG. Microstructure, tensile properties and mechanical anisotropy of selective laser melted 304L stainless steel. *Journal of Materials Science & Technology*. 2020, roč. 48, s. 63–71. ISSN 10050302.
- [30] ABD-ELGHANY, K. a D.L. BOURELL. Property evaluation of 304L stainless steel fabricated by selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*. 2012, roč. 18, č. 5, s. 420–428. ISSN 1355-2546.
- [31] YASA, E. a J-P. KRUTH. Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting. *Procedia Engineering*. 2011, roč. 19, s. 389–395. ISSN 18777058.
- [32] TOLOSA, Itziar, Fermín GARCIANDÍA, Fidel ZUBIRI, Fidel ZAPIRAIN a Aritz ESNAOLA. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2010, roč. 51, č. 5–8, s. 639–647. ISSN 0268-3768.
- [33] GUAN, Kai, Zemin WANG, Ming GAO, Xiangyou LI a Xiaoyan ZENG. Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel. *Materials & Design*. 2013, roč. 50, s. 581–586. ISSN 02613069.
- [34] ABD-ELGHANY, K. a D.L. BOURELL. Property evaluation of 304L stainless steel fabricated by selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*. 2012, roč. 18, č. 5, s. 420–428. ISSN 1355-2546.
- [35] HANZL, Pavel, Miroslav ZETEK, Tomáš BAKŠA a Tomáš KROUPA. The Influence of Processing Parameters on the Mechanical Properties of SLM Parts. *Procedia Engineering*. 2015, roč. 100, č. January, s. 1405–1413. ISSN 18777058.
- [36] POLATIDIS, E., J. ČAPEK, A. ARABI-HASHEMI, C. LEINENBACH a M. STROBL. High ductility and transformation-induced-plasticity in metastable stainless steel processed by selective laser melting with low power. *Scripta Materialia*. 2020, roč. 176, s. 53–57. ISSN 13596462.
- [37] YU, Hanchen, Jingjing YANG, Jie YIN, Zemin WANG a Xiaoyan ZENG. Comparison on mechanical anisotropies of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy and 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, roč. 695, č. March, s. 92–100. ISSN 09215093.
- [38] SHIOMI, M., K. OSAKADA, K. NAKAMURA, T. YAMASHITA a F. ABE. Residual Stress within Metallic Model Made by Selective Laser Melting Process. *CIRP Annals*. 2004, roč. 53, č. 1, s. 195–198. ISSN 00078506.
- [39] RIEMER, A., S. LEUDERS, M. THÖNE, H.A. RICHARD, T. TRÖSTER a T. NIENDORF. On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. *Engineering Fracture Mechanics*. 2014, roč. 120, s. 15–25. ISSN 00137944.

- [40] KRUTH, J. P., M. BADROSSAMAY, E. YASA, J. DECKERS, L. THIJS a J. VAN HUMBEECK. Part and material properties in selective laser melting of metals. In: *16th International Symposium on Electromachining (ISEM XVI)*. Shanghai: SHANGHAI JIAO TONG UNIV PRESS, 2010, s. 3–14.
- [41] YU, Hanchen, Jingjing YANG, Jie YIN, Zemin WANG a Xiaoyan ZENG. Comparison on mechanical anisotropies of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy and 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, roč. 695, č. March, s. 92–100. ISSN 09215093.
- [42] PARK, Seung Hwan C., Yutaka S. SATO, Hiroyuki KOKAWA, Kazutaka OKAMOTO, Satoshi HIRANO a Masahisa INAGAKI. Rapid formation of the sigma phase in 304 stainless steel during friction stir welding. *Scripta Materialia*. 2003, roč. 49, č. 12, s. 1175–1180. ISSN 13596462.
- [43] WANG, Songtao, Ke YANG, Yiyin SHAN a Laifeng LI. Plastic deformation and fracture behaviors of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, roč. 490, č. 1–2, s. 95–104. ISSN 09215093.
- [44] NAM, Young-Hyun, Jong-Seo PARK, Un-Bong BAEK, Jin-Yoo SUH a Seung-Hoon NAHM. Low-temperature tensile and impact properties of hydrogen-charged high-manganese steel. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2019, roč. 44, č. 13, s. 7000–7013. ISSN 03603199.
- [45] AFKHAMI, Shahriar, Mohammad DABIRI, Heidi PIILI a Timo BJÖRK. Effects of manufacturing parameters and mechanical post-processing on stainless steel 316L processed by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2021, roč. 802, s. 140660. ISSN 09215093.
- [46] CRIVOI, Maicon Rogerio, John Jairo HOYOS, Marcel Tadashi IZUMI, Denilson José Marcolino DE AGUIAR, Ricardo Sanson NAMUR, Ana Luisa TERASAWA a Osvaldo Mitsuyuki CINTHO. In situ analysis of cryogenic strain of AISI 316L stainless steel using synchrotron radiation. *Cryogenics*. 2020, roč. 105, č. December 2019, s. 103020. ISSN 00112275.
- [47] DING, Huiming, Yingzhe WU, Qunjie LU, Yibo WANG, Jinyang ZHENG a Ping XU. A modified stress-strain relation for austenitic stainless steels at cryogenic temperatures. *Cryogenics*. 2019, roč. 101, č. June, s. 89–100. ISSN 00112275.
- [48] SLM SOLUTIONS. *SLM®280 2.0*. Dostupné z: <https://www.slm-solutions.com/products-and-solutions/machines/slm-280/>
- [49] MALÝ MARTIN. *ACTIVITIES AT IMID*. Brno: Brno University of Technology. 2019. Dostupné z: http://www.ustavkonstruovani.cz/download/News/98/_MMaly_activity_UK2019_osekana.pdf?fbclid=IwAR0AQN7t49MCEsWQFFlnJvDb6weKXR06kAOz0204Hu1n-XFFRnjBkt71UTc
- [50] LYRA3. *TESCAN*. 2018. Dostupné z: <https://atomikatechnik.com/uploads/products/lyra-3-454.pdf>
- [51] SANDVIK. *Sanmac 304/304L*. 2020. Dostupné z: <https://www.materials.sandvik.cz/centrum-material/materialove-listy/bar-and-hollow-bar/bar/sanmac-304304l/>

- [52] Austenitic stainless steel. *Sandvic*. 2020. Dostupné z: <https://www.metalpowder.sandvik/en/products/metal-powder-alloys/austenitic-stainless-steels/>
- [53] ZHENG, Chengsi a Wangwei YU. Effect of low-temperature on mechanical behavior for an AISI 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2018, roč. 710, č. September 2017, s. 359–365. ISSN 09215093.

9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN

9.1 Příklady použitých fyzikálních veličin

G	volná entalpie (Gibbsova volná energie)
H	entalpie
S	entropie
T	termodynamická teplota
z	oxidační číslo vznikajícího kovového iontu
F	Faradayův náboj
V	elektrochemický potenciál
E	hustota přivedené energie
P	výkon laseru
v_s	rychlost pohybu laseru (skenovací rychlost)
h_s	vzdálenost drah laseru
t_t	výška vrstvy

9.2 Seznam použitých zkratk

Cr	chrom
Fe	železo
Si	křemík
C	uhlík
Al	hliník
Mo	molybden
N	dusík
SLM	selective laser melting

10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ

Obr. 1-1 Mikrostruktura austenitické oceli v oblasti utržení krčku po tahové zkoušce při a) 293 K b) při 77 K [2].	13
Obr. 2-1 Srovnání elektrochemické ušlechtilosti kovů a jejich průměrné korozní odolnosti [3].	15
Obr. 2-2 Schafflerův diagram [9]	17
Obr. 2-3 Delongův diagram [10]	18
Obr. 2-4 Závislost houževnatosti na teplotě pro oceli s rozdílnou krystalickou mřížkou [12]	20
Obr. 2-5 Princip funkce SLM tiskárny [15]	21
Obr. 2-6 Detail oblastí roztavených lasem. S rostoucí rychlostí pohybu laseru lze sledovat stále výraznější balling efekt [18].	22
Obr. 2-7 Znázornění jednotlivých skenovacích strategií [21]	24
Obr. 2-8 Upravená stavební komora tiskárny SLM 280 ^{HL} [25]	25
Obr. 2-9 Vliv rychlosti proudění atmosféry a pozice na porozitu [25]	26
Obr. 2-10 Schéma měření hustoty pomocí Archimédovi metody [27]	27
Obr. 2-11 Schéma měření hustoty pomocí metody mikroskopického zkoumání [27]	28
Obr. 2-12 Ukázka výtisků vyhodnocených pomocí rentgenového záření za různých rychlostí tisku [27]	28
Obr. 2-13 Znázornění různých orientací dílu při tisku a) rovina X-Y b) přechod z roviny Z-X do Z-Y c) rovina Z d) se změnou úhlu k rovině Z [28]	29
Obr. 2-14 Porovnání a) povrchu neobrobeného b) povrchu opětovně roztaveného [23]	34
Obr. 2-15 Mikrostruktura oceli 304L tisknuté technologií SLM a) ve vertikálním směru b) v horizontálním směru [30]	35
Obr. 2-16 Mikrostruktura oceli 304 a) v rovině XY b) v rovině ZX c) v detailu z případu b) [42]	36
Obr. 2-17 Šíření únavové trhliny vzhledem ke směru tvorby součásti [40]	36
Obr. 2-18 Identifikace přítomných fází v oceli 304L pomocí XRD [30]	37
Obr. 2-19 Rozložení fází kdy zeleně je vyznačen ferrit a červeně sigma fáze [30]	38
Obr. 2-20 Závislost nárazové práce na teplotě pro oceli M66, 316LN a 316 LHN měřeno Charpyho metodou [44]	39

Obr. 2-21 Charpyho nárazová práce pro a) ocel 304 b) ocel 316L [45]	40
Obr. 2-22 Charpyho vzorky podle směru stavby (BD) a polohy vrubu a) vertikální b) horizontální [46].....	40
Obr. 2-23 Mikrotvrdost v závislosti na vzdálenosti od místa lomu [44].....	41
Obr. 2-24 Závislost meze pevnosti a kluzu na teplotě pro oceli M66, 316LN a 316 [44] ..	42
Obr. 2-25 Tahová zkouška oceli 304 za různých teplot (vlevo) závislost smluvního napětí na deformaci (vpravo) závislost míry zpevnění vlivem tvorby martenzitu na skutečném napětí [48]	43
Obr. 2-26 Mikrostruktura oceli 316L po teplených úpravách [47].....	44
Obr. 2-27 tahový diagram zobrazující vývoj martenzitu v objemu testovacího tělesa z oceli 316L pro pokojové teploty (vlevo) a pro kryogenní teplotu 77 K (vpravo) [47].....	45
Obr. 2-28 (vlevo) obsah martenzitu v závislosti na deformaci, (vpravo) rychlost transformace martenzitu v závislosti na deformaci [48].....	45
Obr. 4-1 Tiskárna SLM 280 ^{HL} [50]	50
Obr. 5-1 Vyhodnocování pórovitosti vzorku s vybranou reprezentativní oblastí	54
Obr. 5-2 Závislost pórovitosti na energetické hustotě. Rudá čára znázorňuje hranici porozity 0,5 %	55
Obr. 5-3 Rozložení vzorků na platformě	56
Obr. 5-4 Snímek metalografického výbrusu pod mikroskopem s vyznačenými oblastmi pro vyhodnocení porozity	57
Obr. 5-5 Porozita jednotlivých tisků zjištěna pomocí metalografických výbrusů (porozita je uvedena v procentech a vynásobena 1000).....	58
Obr. 5-6 Znázornění skenovací strategie. Červeně okraje, modře kontury a zeleně výplň.	60
Obr. 5-7 První pokus o tisk vzorků pro vyhodnocení pod povrchové porozity	61
Obr. 5-8 Rozložení vzorků na platformě při testu povrchové porozity	61
Obr. 5-9 Závislost pórovitosti na parametrech	63
Obr. 5-10 Schéma rozřezání tahového tělesa. Červeně jsou vyznačeny pozorované plochy	64
Obr. 5-11 Fáze ve výtisku ve vertikálním řezu	66
Obr. 5-12 Fáze ve výtisku v horizontálním řezu s detailem	66
Obr. 5-13 EBSD ve vertikálním řezu	67
Obr. 5-14 Histogram průměrných velikostí zrn ve vertikálním směru	68

Obr. 5-15 EBSD v horizontálním řezu	69
Obr. 5-16 Histogram průměrných velikostí zrn v horizontálním řezu	70
Obr. 5-17 Mikrostruktura vytisknutého vzorku v horizontálním řezu. Bílá šipka značí směr dráhy laseru, žlutá úsečka značí vzdálenost laserových drah a v červeném rámečku je zobrazen detail.....	71
Obr. 5-18 Mikrostruktura vytisknutého vzorku ve vertikálním řezu s detailem.....	72
Obr. 5-19 Obsah fází ve vzorcích po tahové zkoušce za pokojové teploty pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu.....	74
Obr. 5-20 Obsah fází ve vzorcích po tahové zkoušce za teploty -80 °C pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu.....	75
Obr. 5-21 EBSD vzorků po tahové zkoušce za pokojové teploty pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu.....	77
Obr. 5-22 EBSD vzorků po tahové zkoušce za teploty -80 °C pro a) SLM vzorek b) vzorek z plechu.....	78
Obr. 5-23 Mikrostruktura znázorňující hranice zrn. Žlutě jsou znázorněné hranice fází a červeně hranice dvojčatění. Jedná se o vzorky a) vyrobené pomocí SLM testované za pokojové teploty, b) vyrobené pomocí SLM testované za teploty -80 °C, c) z plechu testované za pokojové teploty a d) z plechu testované za teploty -80 °C	80
Obr. 5-24 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených pomocí SLM a testovaných za pokojových teplot	81
Obr. 5-25 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených z plechu a testovaných za pokojových teplot	81
Obr. 5-26 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených pomocí SLM a testovaných za teploty -80 °C	82
Obr. 5-27 Lomová plocha tahových vzorků vyrobených z plechu a testovaných za teploty -80 °C.....	82
Obr. 5-28 Detail lomové oblasti pod V-vrubem pro Charpyho tělesa za teploty a) 23 °C b) -80 °C c) -196 °C	85

11 SEZNAM TABULEK

tab. 2-1 Porovnání meze pevnosti R_m , meze kluzu R_e a tažnosti A tisknutých součástí a konvenčně vyrobených součástí z oceli 316L. Roviny tisku viz. Obr. 2-13 [28]	30
tab. 2-2 Mechanické vlastnosti oceli 304 v závislosti na směru tisku [20]	31
tab. 2-3 Mechanické vlastnosti oceli 304L vytisknuté za různých rychlostech laseru a výšky vrstvy [31]	31
tab. 2-4 Mechanické vlastnosti oceli 304 v závislosti na výšce vrstvy [20].....	32
tab. 2-5 Přehled procesních parametrů prací zabývajících se tiskem austenitických nerezových ocelí	32
tab. 2-6 Únavové vlastnosti oceli 316L [40].....	33
tab. 2-7 Vliv teploty na mechanické vlastnosti oceli 304 [48].....	43
tab. 4-1 Technické parametry tiskárny SLM 280 ^{HL} [1].....	49
tab. 4-2 Složení oceli 304L [53]	51
tab. 5-1 Počet kombinací procesních parametrů.....	55
tab. 5-2 Zvolené procesní parametry	56
tab. 5-3 Porovnání porozity vzorků s ohledem na pozici a zapojení dmyhadla	59
tab. 5-4 Procesní parametry jednotlivých drah laseru	60
tab. 5-5 Vnitřní a celková porozita vzorků v procentech v závislosti na procesních parametrech	62
tab. 5-6 Procesní parametry re-meltingu.....	64
tab. 5-7 Výsledky tahové zkoušky	73
tab. 5-8 Výsledky Charpyho nárazové práce	83

12 SEZNAM PŘÍLOH

- Charpy test
- Procesní parametry AV
- Tahová zkouška 193 K
- Tahová zkouška 296 K
- Vyhodnocení podpovrchová porozita
- Vyhodnocení vliv pozice